


aoxlab	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher




AOXLAB S.A.S.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

DOCUMENTO CONTROLADO


PROC-TC-191 Procedimiento de ensayo determinación de Humedad por Karl Fisher

Copia controlada No.: 1

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
Elaboró:	Monica Agudelo Colorado	Analista de laboratorio		2025-06-05
Revisó:	Angela P. Patiño Pérez	Director de Calidad		2025-06-05
Aprobó:	Jonatan Zárate Álvarez	director técnico		2025-06-05
Localización del documento:	Plataforma SGC			

Control de Cambios

Estado	Fecha de inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Obsoleto	2019-09-27	1	Creación procedimiento	YAM	DPP	YELP
Obsoleto	2020-09-25	2	Se rectifica el método de referencia para el ensayo	YAM	DPP	YELP
Obsoleto	2021-03-01	3	Se modifica el alcance del método. Se cambiaron los colores y el logo	YAM	DPP	YELP
Obsoleto	2022-08-16	4	Se adjunta el anexo relacionado con el cuidado y mantenimiento del electrodo Se detalla a profundidad el procedimiento con imágenes, se referencian los estándares, actualiza con norma vigente.	NLRO	APPP	DPP
Obsoleto	2023-03-26	5	Se actualiza el criterio de precisión para el ensayo	NLRO	APPP	DPP


	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

Obsoleto	2023-06-01	6	Se modifican las referencias bibliográficas de los métodos de referencia.	DPP	APPP	DPP
Obsoleto	2023-07-14	7	Se actualiza la desviación estándar relativa de la valoración del titulante	MAAC	APPP	DPP
Vigente	2025-06-05	8	Se incluye en el procedimiento la determinación de humedad teniendo en cuenta ISO 20938:2008	MAAC	APPP	JOZA

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

ÍNDICE

1.	OBJETIVO Y ALCANCE.	6
1.1	Objetivo.	6
1.2	Alcance.	6
2.	DEFINICIONES Y NOTACIONES.	6
2.1	Definiciones.	6
2.2	Notaciones.	8
3.	REFERENCIAS.	8
4.	DESARROLLO	9
4.1	Actividades previas	9
4.1.1	Inspección de la muestra.	9
4.1.2	Estabilización.	9
4.1.3	Verificación de equipos.	9
4.1.4	Manejo de la muestra.	9
4.1.5	Medidas de seguridad.	10
4.2	Patrones y equipos de medición	10
4.3	Materiales y consumibles	10
4.4	Reactivos y soluciones	11
4.5	Instrucciones De Ensayo	11
4.5.1	Estandarización de la Solución titulante:	12
4.5.2	Determinación de Humedad en Muestras	14
4.5.3	Almacenamiento de Datos	15
4.6	Resultados	16
4.6.1	Cálculos:	17
4.7	Aseguramiento de la Calidad.	18
5.	RESPONSABILIDADES.	19
5.1	Director técnico.	19
5.2	Director de Calidad.	19
5.3	Líder de Laboratorio.	19
5.4	Analista.	19
6.	FORMATOS RELACIONADOS.	20
7.	ANEXOS.	21
7.1	CUIDADO Y MANTENIMIENTO DEL ELECTRODO	21

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

7.1.1	Preparación y general	21
7.1.2	Almacenamiento y mantenimiento	21
7.1.3	Limpieza	21
7.1.4	Advertencia	22

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 Objetivo.

Determinar el contenido de agua o humedad en muestras sólidas y líquidas.

1.2 Alcance.

Aplica para el personal técnico del Laboratorio.

Prueba o ensayo	Norma o método de referencia	Técnica o Método	Rango de medición
Humedad Karl Fisher	USP-NF capítulo 921 ISO 20938:2008	Volumétrica/ potenciométrica	0,013%-100%

El método es aplicable a las siguientes matrices:

- Muestras de Cannabis (Extractos, aceites, Cristales)
- Materias primas
- Café instantáneo

2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.

2.1 Definiciones.

Documento [2].

Información y su medio de soporte.

Ensayo/prueba [2].

Determinación de una o más características de acuerdo con un procedimiento.

Procedimiento [2].

Forma especificada para llevar a cabo una actividad o un proceso.

Determinación de humedad Karl Fisher: La valoración de Karl Fisher es un clásico método de valoración en química analítica que utiliza una valoración coulombimétrica o volumétrica para determinar trazas de agua en una muestra. Fue inventada en 1935 por el químico alemán Karl Fisher.

Existen una gran diversidad de métodos analíticos para la determinación del contenido de agua en diferentes tipos de muestras. Estos pueden basarse en las propiedades físicas, eléctricas o químicas el agua. La determinación de humedad basada en el método de Karl Fisher, es decir según la reacción descubierta por el científico alemán del mismo nombre, es considerada como la más fiable y más ampliamente aceptada.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

El método Karl Fisher consiste en aplicar la reacción descubierta, para lo cual se precisan unos reactivos que llevan su mismo nombre (constan componentes tale como Yodo, Imidazol, 2-metilimidazol) y que reaccionan selectivamente y de modo cuantitativo con la molécula de agua según la reacción:



El método Karl Fisher puede basarse en dos principios distintos de aplicación, si bien la reacción misma:

- Valoración Coulumbimetrica.
- Valoración Volumétrica.

Coulumbimetria Karl Fisher

La oxidación electrolítica base de la reacción Karl Fisher tiene lugar cuando se inyecta una muestra en el analito dando lugar a yodo como se muestra en la reacción:



El yodo generado es proporcional a la electricidad consumida según la ley de Faraday, puede establecerse el contenido de agua en base a los Culombios precisados en la oxidación electrolítica.

1mg de agua= 10,71 coulombs

La tecnología de dos reactivos Coulombimétricos separados mediante diagrama el católico situado en el interior del cátodo y el analito situado en la celda de reacción.

Los reactivos coulombimetricos al basarse en una técnica absoluta no precisan estandarización y se utilizan hasta su agotamiento.

Volumetría Karl Fisher

La muestra se inyecta en el seno de la celda de valoración la cual contiene un disolvente base deshidratado previamente con el propio reactivo Karl Fisher y adecuado para solubilizar la muestra.

La valoración Karl Fisher se efectúa mediante la adición del reactivo cuya capacidad de valoración (Titulo o titulante) se ha determinado previamente (mgH₂O/mL).

El método utilizado para la determinación de punto final es el diferencial de potencial de Polarización.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

Factores que afectan la titulación

- Influencia del pH
- Disolvente adecuado
- Humedad Atmosférica
- Influencia de la temperatura
- Muestreo
- Tamaño de muestra Adecuado
- Almacenamiento de las muestras

2.2 Notaciones.

Para propósitos de este documento, se hacen las siguientes consideraciones:

“**Laboratorio**”: se refiere al laboratorio AOXLAB S.A.S.

“**Servicios**”: para referir a los servicios de ensayo que el Laboratorio ofrece.

“**Ítem**”: se refiere a los objetos o materiales bajo ensayo.

3. REFERENCIAS.

- [1] ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories / Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.
- [2] ISO 9000:2015 Quality management systems -- Fundamentals and vocabulary/ Sistemas de gestión de la calidad-- Fundamentos y vocabulario.
- [3] Rafer. (2020). Rafer. [online] Available at: <http://www.rafer.es/valora.html#kf> [Accessed 22 Feb. 2020].
- [4] Fisher Scientific. (2020). Retrieved 22 February 2020, from http://www.fishersci.com.mx/catalogo/instru/anali_kafis2.htm.
- [5] USP. Determinación de agua <921>. In: USP–NF. Rockville, MD: USP; May 1, 2022.
- [6] ISO 20938:2008(E) Instant coffee - Determination of moisture content - Karl Fischer method (Reference method)

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

4. DESARROLLO

4.1 Actividades previas

4.1.1 Inspección de la muestra.

Al recibirse la muestra en el laboratorio, esta es inspeccionada con el fin de verificar que haya la cantidad adecuada de muestra para el ensayo, y debe estar bien preservada de acuerdo con lo descrito en el PROC-TC-008, Procedimiento de aseguramiento de integridad de las muestras bajo servicio.

4.1.2 Estabilización.

Los ítems de ensayo, reactivos y los controles de calidad deben atemperarse con suficiente antelación de tal manera que se encuentren en equilibrio térmico con el ambiente en el cual se ejecutarán los ensayos.

Debe verificarse la fecha de expiración de los reactivos.

La balanza analítica y otros equipos electrónicos que realicen mediciones de alguna magnitud correspondiente a condiciones de influencia en la ejecución del ensayo deben encenderse por lo menos media hora antes de su uso. Así mismo, deben verificarse los equipos, de acuerdo con lo establecido en el número 4.1.3.

4.1.3 Verificación de equipos.

Antes de iniciar el ensayo, debe verificarse que el estado de funcionamiento de los equipos sea adecuado. Esto puede llevarse a cabo revisando que cuenten con la etiqueta de mantenimiento vigente y que estos no tengan alguna etiqueta que lo identifique como "Fuera de servicio". Además, en el caso en el cual se lleve el control de uso, deben registrarse los últimos registros consignados en la plataforma analítica, con el propósito de verificar que no se han registrado fallas en el funcionamiento. Si algún equipo es utilizado para la medición de alguna magnitud de influencia en el ensayo, este debe estar calibrado. Por tanto, se debe verificar la etiqueta de calibración adherida a este, y comprobar que se encuentre vigente.

Así mismo, debe verificarse que se haya realizado y registrado la verificación diaria de la balanza analítica en el formato FOR-TC-005.

Además de lo anterior, debe verificarse la fecha de expiración de los patrones, materiales de referencia y controles de calidad empleados en el ensayo con el fin de evitar el uso de materiales vencidos.

4.1.4 Manejo de la muestra.

La muestra debe ingresar en un recipiente hermético sin ningún orificio. Para el almacenamiento de la muestra se debe tener en cuenta que esta debe ser almacenada de

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

forma tal que se prevenga la contaminación cruzada con otros productos que afecten otros análisis. La identificación, manejo, transporte, almacenamiento y descarte de la muestra, deben realizarse de acuerdo con los lineamientos establecidos en el procedimiento PROC-TC-008 Procedimiento de aseguramiento de integridad de las muestras bajo servicio. En cada uso de la muestra debe ser expuesta lo mínimo posible al ambiente y se debe manipular cerca del equipo.

Sí la muestra es líquida, mezclar hasta homogeneidad aparente mediante agitación magnética preferiblemente en el recipiente con el cual ingreso para evitar que la muestra absorba humedad, de no ser posible; en un tubo Falcón con tapa, transfiriendo la muestra rápidamente, tomar la porción para el análisis evitando al máximo la exposición al ambiente de la muestra.

Sí la muestra es sólida, moler o triturar en su totalidad dentro de una bolsa hermética hasta homogeneidad aparente, mezclar muy bien dentro de la bolsa y marcarla con rotulo de ingreso de muestra, tomar la porción para el análisis evitando al máximo la exposición al ambiente de la muestra.

4.1.5 Medidas de seguridad.

Durante el análisis tener en cuenta que se debe seguir el procedimiento aquí descrito sin modificar u omitir ningún paso.

Tener en cuenta las instrucciones dadas en el reglamento interno de trabajo PROC-GC-015 Reglamento Interno AOXLAB S.A.S, capítulo XIII.

Es muy importante limpiar los equipos y las superficies de acuerdo con el PROC-TC-031 en donde se está tratando la muestra para evitar cualquier tipo de contaminación.


4.2 Patrones y equipos de medición

Para realizar el ensayo se utilizan los siguientes equipos:

- Balanza analítica con resolución de 0,1 mg
- Titulador Automático Karl Fisher
- Estándar certificado de humedad 10 mg/g o Tartrato de sodio dihidrato certificado contenido de humedad o patrón de agua certificado

4.3 Materiales y consumibles

- Tubos de centrifuga graduados de 15 mL
- Jeringas plásticas de 5 mL
- Agitadores magnéticos de 3mm

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

4.4 Reactivos y soluciones

- Hydranal composite 2
- Metanol Anhidro:
- Silica gel
- Tamiz molecular
- Reactivo Karl Fischer (KFR, sistema de un componente): Título de concentración de masa de agua de aproximadamente 5 mg/ml, libre de piridina.
- Metanol: Con baja concentración de masa de agua, preferiblemente <0,5 mg/ml.
- Formamida: Con baja concentración de masa de agua.

ADVERTENCIA: El uso de formamida es de suma importancia en cuanto al tiempo de titulación y la clara determinación del punto final. Evitar el contacto directo con el reactivo (usar EPP contra salpicaduras y ropa protectora), y lavarse inmediatamente y a fondo tanto en casos de exposición a la formamida como al final del turno de trabajo.

- Ácido salicílico (ácido 2-hidroxibenzoico)
- Tartrato disódico dihidratado (2,3-dihidroxi-butanoato disódico)
- Preparación de la mezcla de formamida-metanol-ácido salicílico (FMS): Para una mejor solubilidad, primero disolver el ácido salicílico en metanol, y luego añadir la formamida. En la mezcla FMS, la proporción de formamida a metanol debe ser de 1:2 (partes por volumen). Preparar solución fresca diariamente.

Ejemplo 1: Una masa de 60 g de ácido salicílico se disuelve en 200 ml de metanol en un matraz cilíndrico tapado bajo agitación continua. Posteriormente se añade un volumen de 100 ml de formamida, se cierra el matraz y se homogeneiza completamente la FMS con agitación adicional.

Ejemplo 2: Un volumen de 10 ml de formamida se coloca en el vaso de titulación, luego se mezcla con 20 ml de metanol en el que se han disuelto previamente 6 g de ácido salicílico.

Nota: FMS estabiliza el valor de pH durante la titulación de Karl Fischer

Acondicionamiento del sistema de titulación: Transferir 30 ml de FMS al vaso de titulación. Dejar que el sistema se acondicione en una "titulación en espera" (stand-by titration) con KFR durante 20 minutos, tiempo durante el cual el agua residual adherida es completamente eliminada.

4.5 Instrucciones De Ensayo

Antes de iniciar el ensayo se debe cambiar la Silica gel o tamiz molecular del tubo de secado en el vaso de reacción y del titulante. Previamente secados, para la silica gel entre 130°C- 150°C y tamiz molecular 175°C, ambos durante dos horas. También se debe secar el tamiz molecular de la botella de humedad.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

Coloque un agitador magnético en el recipiente y para eliminar todas las burbujas de la tubería, se presiona “mode “se elige la opción “enjuagar “, luego “enter “después elegir “marcha permanente “y se deja pasar titulante hasta que no permanezca ninguna burbuja, esta acción se puede interrumpir y volver a iniciar para evitar el gasto innecesario de reactivo. Descarte el residuo del vaso y purgar con solvente y de ser necesario secar con una corriente de nitrógeno.

En la valoración de Karl Fisher, la muestra se inyecta en el seno de la celda de valoración la cual contiene un disolvente base deshidratado previamente, con el propio reactivo Karl Fisher y adecuado para solubilizar la muestra. Generalmente se usa metanol a menos que la monografía individual indique otro disolvente.

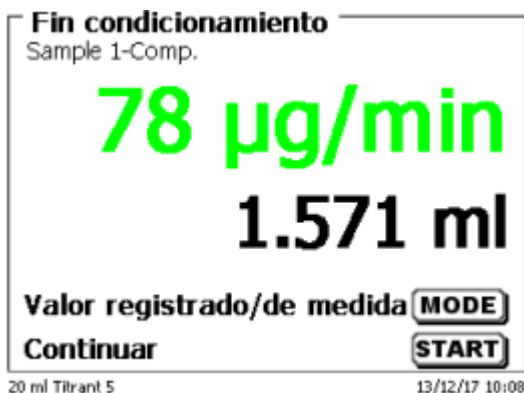
El método utilizado para la determinación de punto final es el diferencial de potencial de Polarización.

Adicione suficiente metanol anhidro al recipiente de valoración, de tal manera que los sensores del electrodo y la punta de la bureta queden cubiertos. Inicie la agitación, girando la perilla ubicada en la plancha. Debe graduarse la velocidad de agitación, de tal manera que genere un vórtice sin que se produzca turbulencia en la solución. La memoria de quipo debe estar ubicada en el puerto antes de iniciar el análisis.


4.5.1 Estandarización de la Solución titulante:

Ingrese al modo de configuración del equipo Karl Fisher presionando la tecla “MODE” en la pantalla del equipo

Seleccione el método de Estandarización titulante (Titer-2 comp. (Water st)), presione la tecla “start “y espere que el equipo se estabilice para comenzar la estandarización se escucha una señal audible y en la pantalla aparece Acondicionamiento listo. (imagen 1)

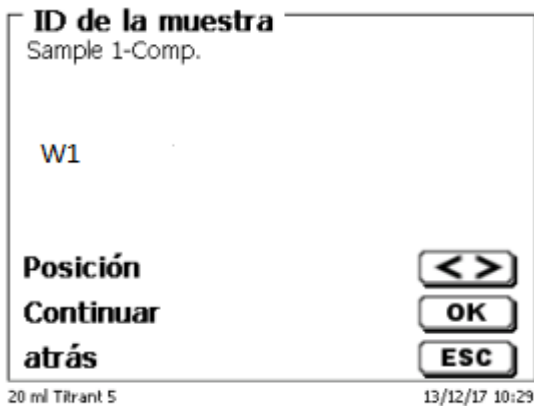


Para iniciar la estandarización de la solución titulante, El acondicionamiento permanece activo hasta que inicia la titulación real presionando “Start “de inmediato, se le solicita que agregue la muestra. (imagen 2)

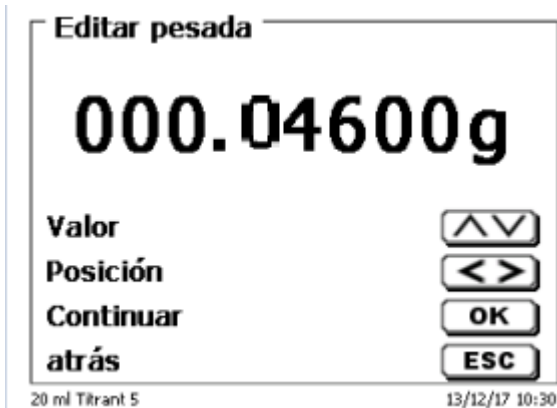
	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05




Llene una jeringa con agua desionizada, luego pese la jeringa, tarar e inyectar una gota en el recipiente de valoración. Presione "Start "e identifique la muestra como w1



Rápidamente vuelta a pesar la jeringa presione "Enter "e ingrese el peso exacto del agua adicionada, (que es la diferencia que reporta la balanza).



Presionar enter

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

Espera a que el equipo realice la valoración. Repita dos veces más la valoración del agua para que el equipo determine la concentración del titulante. Al final de la valoración del reactivo titulante no debe de una desviación estándar relativa mayor al 3.0%. Guarde en la carpeta de verificación de Titulador Karl Fisher ubicada en la siguiente dirección.

L:\LABORATORIO\REGISTROS\REGISTROS RT\Cuadros de Mando\Cuadros de Mando "año del análisis"\FISICOQUÍMICA\ALIMENTOS\HUMEDAD\KF)

4.5.2 Determinación de Humedad en Muestras

Antes de iniciar el análisis de las muestras, ponga el equipo en modo análisis, realizando los siguientes pasos:

Ingrese al modo de configuración del equipo Karl Fisher presionando la tecla "MODE" en la pantalla del equipo.

Seleccione el método de para determinar la humedad llamado "sample 2-comp".

Presione la tecla en "Start/stop" para que el equipo acondicione la solución disolvente antes de comenzar la valoración. Espere a que el equipo se estabilice para comenzar la estandarización se escucha una señal audible y en la pantalla aparece Acondicionamiento listo. Varios de los pasos son similares a la estandarización

4.5.2.1 Ensayo de muestras Solidas

- a. En un tubo Falcón de 15 mL adicione entre 2,0 y 0,5 g de muestra
Se puede hasta mínimo 0,1g para muestras con mucho contenido de agua para que el solvente no se sature y muestras que tenga mucho material particulado que interfiera con el electrodo
- b. Tarar el tubo con muestra
- c. Una vez acondicionado el equipo, presione la tecla "Start/stop" para iniciar la valoración.
- d. Destape el tapón y adicione lo más rápido posible la muestra en el recipiente de valoración tape rápidamente y vuelva a pesar el tubo Falcón vacío lo más rápido posible.
- e. Presione el botón "Start/stop" para nombrar la muestra a analizar y luego presione la tecla "OK".
- f. Ingrese el peso de la muestra, que es la diferencia de peso que reporta la balanza, antes de iniciar la valoración y presione la tecla "OK" para iniciar la valoración.
- g. Espere que el equipo termine la valoración para conocer el valor de humedad.
- h. Esperar que el equipo imprima el informe en la memoria USB
- i. Vuelva a presionar la tecla "Start/stop" para iniciar otra valoración.

4.5.2.1.1 Ensayo de muestras Solidas

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

4.5.2.2 Ensayo de muestras Líquidas o Aceites

- a. En una jeringa de 5.0 mL tome entre 0,5 y 1,0 mL de muestra
Las muestras con valores de humedad por encima de 20 se le adiciona una gota presionando la jeringa
Se puede hasta mínimo 0,1g para muestras con mucho contenido de agua para que el solvente no se sature y muestras que tenga mucho material particulado que interfiera con el electrodo.
- b. Tarar jeringa con muestra.
- c. Una vez acondicionado el equipo, presione la tecla "Start/stop" para iniciar la valoración.
- d. Destape el tapón y adicione lo más rápido posible la muestra en el recipiente de valoración tape rápidamente y vuelva a pesar la jeringa vacía lo más rápido posible.
- e. Presione el botón "Start/stop" para nombrar la muestra a analizar y luego presione la tecla "OK".
- f. Ingrese el peso de la muestra, que es la diferencia de peso que reporta la balanza, antes de iniciar la valoración y presione la tecla "OK" para iniciar la valoración.
- g. Ingrese el resultado de este cálculo en el equipo de titulación antes de iniciar la valoración y presione la tecla "OK" para iniciar la valoración.
- h. Espere que el equipo termine la valoración para conocer el valor de humedad.
- i. Esperar que el equipo imprima el informe en la memoria USB
- j. Vuelva a presionar la tecla "Start/stop" para iniciar otra valoración.

4.5.3 Almacenamiento de Datos

Una vez realizada la valoración de humedad de las muestras almacenar los resultados de la siguiente forma:


La carpeta de almacenamiento se encuentra en la siguiente dirección:

L:\LABORATORIO\REGISTROS\REGISTROS RT\Cuadros de Mando\Cuadros de Mando "año del análisis"\FISICOQUÍMICA\ALIMENTOS\HUMEDAD\KF)

Copiar los archivos generados por el equipo en la carpeta correspondiente teniendo en cuenta año/mes/día en que se realizó el ensayo.

Marcar cada informe generado por el equipo de la siguiente forma:


- KFAA191MMDDL#ID
- KF: Karl Fisher
- AA: Año de análisis
- 191: Numero de análisis
- MM: Mes del análisis

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

- DD: Día del análisis
- L#: número de muestra en lote de análisis
- ID: Identificación de la muestra. (valor numérico que asigna el quipo)

Ejemplo

Así lo guarda el equipo

 Sample_2-Comp_10_08_22-04_19_29.pdf

Archivo modificado

 KF221910810L112187 10/08/2022 11:27 p. m. Documento Adob... 41 KB

4.6 Resultados

Los datos serán registrados en el formato FOR-TC- 057 "Formato para el registro de datos primarios para el ensayo de Humedad Karl Fisher"

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

4.6.1 Cálculos:

$$\% \text{Agua ó } \% \text{ Humedad} = \frac{(EP - B) \times T \times M \times F1}{W \times F2}$$

Donde:

EP= Punto de equivalencia

B= Valor del Blanco en mL

T= Concentración del Titulante en amperios

M= Factor de conversión a Moles (1.00000)

F1= Factor 1 (0.1000)

W= Peso de la muestra en gramos

F2= Factor 2 (1.0000)


Los cálculos son realizados por el mismo equipo y registrados en el informe que el equipo emite o con ruta de acceso

L:\LABORATORIO\REGISTROS\REGISTROS RT\Cuadros de Mando\Cuadros de Mando "año del análisis"\FISICOQUÍMICA\ALIMENTOS\HUMEDAD\KF)

Una vez ingresados estos resultados son revisados por el líder del laboratorio y aprobados por el director técnico.

Los informes y registros generados son tratados de acuerdo con el procedimiento PROC-GC-003 Procedimiento de control de documentos.

Se aplican los siguientes criterios de cumplimiento, CUMPLE / NO CUMPLE en caso de que el cliente suministre especificación de lo contrario el criterio es NO APLICA

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05


4.7 Aseguramiento de la Calidad

El tipo, periodicidad y criterios de aceptación para los resultados obtenidos de los ensayos para el control de calidad se resumen en la tabla siguiente:

CONTROL	PERIODICIDAD	CRITERIO
Duplicado por matriz	Cada que se realiza el ensayo y se realiza solo a una matriz. Variando de matriz cada vez que se realiza el ensayo.	El coeficiente de variación obtenido debe ser menor o igual al 10%
Material de referencia certificado MRC	Por lote de ensayo	El resultado del ensayo debe estar en el intervalo de valores establecidos como aceptables en el certificado del material

Para el aseguramiento de la calidad se empleará material de referencia certificado, en el caso en el cual se encuentre disponible en el mercado.

El seguimiento de los resultados obtenidos del control de calidad listado en la tabla control debe realizarse y analizarse mediante el uso de cartas control, de acuerdo con los lineamientos establecidos en el procedimiento PROC-TC-077.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

5. RESPONSABILIDADES.

5.1 Director técnico.

- Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.
- Revisar y aprobar los informes técnicos una vez han sido revisados por el Líder de Laboratorio.
- Asesorar y orientar los analistas en la resolución de dudas e inconvenientes surgidos durante el desarrollo de los ensayos.
- Realizar o revisar las investigaciones pertinentes a los trabajos no conformes derivados de la ejecución del método y autorizar las indicaciones a seguir.
- Establecer los casos en los cuales se realiza la retención de muestras.

5.2 Director de Calidad.

- Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.
- Realizar y registrar las investigaciones pertinentes a los trabajos no conformes derivados de la ejecución del método.
- Archivar los registros técnicos relacionados con los ensayos.

5.3 Líder de Laboratorio.

- Asegurar la aplicación del presente documento por el personal subordinado o supervisado.
- Revisar los resultados ingresados por el analista, haciendo seguimiento de la trazabilidad del análisis (Cuadros de mando, formato de solicitud de servicio y salvaguardia de muestras, formatos de datos primarios) antes de enviar el informe final al director técnico.
- Realizar la revisión de resultados teniendo en cuenta la normativa vigente si esta aplica.
- Informar al director técnico las desviaciones que se den durante el desarrollo del método.
- Reportar y registrar los trabajos no conformes derivados del análisis al líder de calidad y al director técnico.
- Informar los casos en los que se deben de retener las muestras.
- Supervisar el cumplimiento de las actividades de aseguramiento de calidad.

5.4 Analista.

- Seguir todas las instrucciones establecidas en este procedimiento y en el reglamento del laboratorio
- Ingresar y entregar todos los resultados en los tiempos pactados.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

- Entregar formatos de datos primarios completamente diligenciados al líder del laboratorio.
- Realizar revisión de datos primarios y cálculos realizados en los cuadros de mandos, informar al líder del laboratorio en caso de observar alguna desviación en los resultados obtenidos teniendo en cuenta las cartas control.
- Registrar los resultados de los ensayos de control de calidad y hacer el análisis de tendencias de estos.
- Realizar la revisión de resultados teniendo en cuenta la normativa vigente si esta aplica.
- Informar al líder de laboratorio las desviaciones que se den durante el desarrollo del método.
- Reportar y registrar los trabajos no conformes derivados del análisis al líder del laboratorio.
- Informar cualquier incidente que suceda durante la realización del método.
- Revisar que los equipos usados en el desarrollo del método tengan mantenimiento, calibración y/o verificación vigente, de acuerdo con el programa de mantenimiento y calibración.


6. FORMATOS RELACIONADOS.

FOR-TC-011 "Formato de informe de ensayo".

FOR-TC-007 Formato para el control de calibración, verificación, mantenimiento y limpieza de equipos.

FOR-TC-017 Formato para el control de uso de equipos.

FOR-TC-057 "Formato para el registro de datos primarios del ensayo de humedad por Karl-Fisher"

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

7. ANEXOS.

7.1 CUIDADO Y MANTENIMIENTO DEL ELECTRODO

7.1.1 Preparación y general

Los electrodos dobles de platino se entregan listos para usar. Se pueden utilizar para valoraciones de punto final en todo el rango de pH.

7.1.2 Almacenamiento y mantenimiento

El electrodo debe almacenarse a una temperatura entre 0 y 40°C.

7.1.3 Limpieza

La suciedad y la contaminación en el sensor de platino provocan imprecisiones en la medición. Estas se pueden quitar con el siguiente procedimiento:

7.1.3.1 Recubrimientos y depósitos minerales

Sumergir el electrodo con una solución de ácido sulfúrico, preparada mediante dilución de 5.7 ml de ácido sulfúrico concentrado en 100 ml de agua.

Retirar el electrodo del baño ácido y juagar con agua destilada

Secar electrodo mediante contacto con una servilleta suave.

7.1.3.2 Contaminaciones orgánicas

Sumergir el electrodo en un solvente adecuado, como por ejemplo acetona o diclorometano.

Retirar el electrodo y limpiar por contacto con una servilleta suave.


7.1.3.3 Grasa:

Sumergir el electrodo en una solución de jabón neutro.

Con ayuda de un paño suave, frotar delicadamente los contornos del electrodo, sin tocar la punta

Enjuagar con abundante agua y secar con una servilleta suave.

En case de persistir la suciedad, sumergir en alcohol u otro solvente, de acuerdo con las instrucciones establecidas en el numeral anterior.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Humedad por Karl Fisher AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-191
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-06-05

7.1.3.4 Proteínas

Sumergir el electrodo en solución de pepsina clorhídrica (solución limpiadora L 510) Y dejar actuar durante la noche.

Enjuagar con abundante agua y secar por contacto con una servilleta suave.

Películas persistentes

Frotar cuidadosamente con lija fina o lima de diamante. **No doblar el poste de platino**

7.1.4 Advertencia

La vida útil del electrodo depende principalmente de las condiciones de uso. Las condiciones extremas incluyen, por ejemplo, temperaturas altas o que fluctúan con frecuencia. Ácidos fuertes y soluciones cáusticas. El ácido fluorhídrico, el hidróxido de sodio y el ácido fosfórico caliente corroen el vidrio.