



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-119-1979

DETERMINACION DE HUMEDAD-METODO DE KARL FISCHER

DETERMINATION OF WATER- KARL FISCHER METHOD

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de esta Norma participaron las siguientes Instituciones:

- SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA.
Subsecretaría de Mejoramiento del Ambiente.
Dirección General de control de Alimentos, Bebidas y Medicamentos.
- SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS.
Dirección General de Sanidad Vegetal.
Instituto Nacional de Investigaciones Pecuarias.
- ALMACENES NACIONALES DE DEPOSITO, S.A.
- UNION DE PRODUCTORES DE ALGODON DE LA REPUBLICA MEXICANA, A.C.
- VIMSA, S.A.
- QUIMICA LUCAVA, S.A.
- BORDAS Y ASOCIADOS, S.A.
- FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.
- POLAQUIMIA, S.A.

DETERMINACION DE HUMEDAD-METODO DE KARL FISCHER

DETERMINATION OF WATER- KARL FISCHER METHOD

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma establece el procedimiento para determinar humedad por el método de Karl Fischer en aquellos productos en los cuales no pueda aplicarse otros métodos para determinar agua. El método desarrolla dos alternativas para la determinación del punto final de la titulación, ya sea visualmente o electrométricamente; esta última involucra titulación directa o por retroceso.

2 REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana en vigor.

| | |
|------------|---|
| NMX-BB-014 | Clasificación y tamaños nominales para utensilios de vidrio usados en laboratorio |
| NMX-I-019 | Símbolos Gráficos empleados en Electrónica y Comunicaciones Eléctricas |

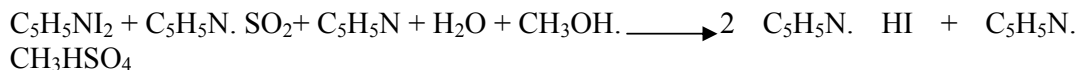
3 PRINCIPIO

El método se basa en la reacción del agua presente con una solución de yodo y dióxido de azufre en una mezcla de metanol y piridina (reactivo de Karl Fischer), previamente normalizada con una cantidad determinada de agua.

NOTA: El metanol puede ser reemplazado por el 2-metoxietanol (etilenglicolmonometil éter). Con este disolvente se obtienen volúmenes más constantes durante la titulación.

REACCION

La reacción que tiene lugar en la titulación es la siguiente:



4 REACTIVOS

Todos los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua debe entenderse agua destilada o desmineralizada.

4.1 Metanol anhidro (CH_3OH), con un contenido menor o igual a 0.05% de agua.

NOTA: Si el reactivo contiene más de esta cantidad de agua, secarlo por destilación con virutas de magnesio activadas con yodo. Colectar el destilado en un recipiente protegido de humedad atmosférica por medio de una trampa de humedad que contenga silicato de sodio y aluminio ó gel de sílice activada.

4.2 Metoxietanol (etilen glicol monometil éter), con un contenido menor o igual a 0.05% de agua.

NOTA: Si el reactivo contiene más de esta cantidad, secarlo por destilación rechazando la primera porción de destilado, la cual contiene el agua.

4.3 Píridina ($\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$), con un contenido menor o igual a 0.05% de agua.

NOTA: Si el reactivo contiene más de esta cantidad de agua, secarlo por destilación rechazando la primera porción de destilado, la cual contiene el agua.

4.4 Disolvente para la muestra, metanol-píridina (4+1); o una mezcla conteniendo 4 partes de 2-metoxietanol y 1 parte de píridina (en volumen).

NOTA: En casos especiales se recomiendan otros disolventes, por ejemplo: ácido acético, píridina o una mezcla conteniendo 1 parte de metanol y 3 partes de cloroformo (en volumen).

4.5 Reactivo de Karl Fischer. Este reactivo se encuentra disponible en el mercado o bien puede prepararse como sigue.

4.5.1 Colocar 670 ml de metanol ó 2- metoxietanol en un matraz de 2 litros, pintado de negro o café el exterior y acoplado con un tapón esmerilado.

4.5.2 Agregar 85 g de yodo, tapar el matraz y agitarlo ocasionalmente hasta disolver completamente el yodo. Agregar 270 ml de píridina, tapar nuevamente el matraz y mezclar vigorosamente, Disolver 65 g de dióxido de azufre en esta disolución enfriando para asegurar que la temperatura del líquido no exceda 20°C .

NOTA: Siendo exotérmica la reacción, es necesario enfriar el matraz desde el inicio y mantenerlo abajo de 0°C , ya sea por inmersión en un baño de hielo o en dióxido de carbono sólido molido.

4.5.3 Reemplazar el tapón de vidrio esmerilado por un dispositivo para introducir el dióxido de azufre, el cual consiste de un corcho con un termómetro, un tubo de vidrio de 6 mm x 8 mm que llegue hasta 10 mm arriba del fondo del matraz y un tubo capilar pequeño para conectar a la atmósfera.

4.5.4 Colocar todo el aparato con el baño de hielo sobre una balanza y pesarlo con aproximación a 1 g. Conectar el tubo de entrada a un sifón de dióxido de azufre por medio de una conexión flexible y una trampa de humedad con silicato de sodio y aluminio anhídrido como desecante y abrir suavemente la válvula del sifón.

4.5.5 Ajustar el flujo del dióxido de azufre a una velocidad de modo que, todo el gas se absorba sin que el líquido muestre ninguna señal de elevación en el tubo de entrada

4.5.6 Mantener en equilibrio la balanza incrementando la tara y asegurar que la temperatura del líquido no sobrepase los 20°C. Cerrar la trampa del sifón tan pronto como el incremento de masa alcance 65 g.

4.5.7 Quitar inmediatamente la conexión flexible y pesar el matraz y su dispositivo interno. La masa del dióxido de azufre disuelto debe estar entre 60 y 70 g; un ligero exceso no es perjudicial.

4.5.8 Tapar el matraz, mezclar la disolución y dejar reposar 24 horas antes de usarla, debido a que la equivalencia es muy variable cuando la disolución está recién preparada

4.5.9 El equivalente para esta disolución es de 3.5 a 4.5 mg/ml y debe ser determinado diariamente si se usa metanol como disolvente, en el caso de usar 2 metoxietanol puede ser determinado con menos frecuencia.

4.5.10 Almacenar el reactivo protegido de la luz y humedad ambiente, de preferencia en un frasco de vidrio pintado de negro o café.

NOTA: Es posible preparar el reactivo de Karl Fischer con un contenido de agua más bajo, diluyendo la disolución preparada como se describe arriba con el disolvente para la muestra (4.4).

4.6 Tartrato de sodio, cristales, ($\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

4.7 Disolución patrón agua - metanol, 10 mg/ml.

Usando una microbureta o pipeta, poner 1 ml de agua en un matraz volumétrico de 100 ml perfectamente seco, conteniendo aproximadamente 50 ml de metanol, Diluir a la marca con metanol mezclar. Para la titulación con esta disolución ver anexo A, párrafo A.1 ó A.2 dependiendo del método usado, ya sea el método visual o el método electrométrico directo.

4.8 Disolución agua-metanol, aproximadamente 2 mg/ml.

Usando una microbureta o pipeta, poner 1 ml de agua en un matraz volumétrico de 500 ml, perfectamente seco, conteniendo aproximadamente 100 ml de metanol. Diluir a la marca con metanol y mezclar (ver la correspondencia por volumen de esta disolución con el reactivo de Karl Fischer) en (7.2.3.4).

4.9 Silicato de sodio y aluminio anhídrido, gránulos de 1.7 mm de diámetro para usarse como desecante. Estos gránulos pueden ser regenerados lavándolos con agua y secándolos 48 horas a 350°C.

4.10 Silicón base, grasa para lubricar las juntas de vidrio esmeriladas.

5 APARATOS

5.1 Método alternativo visual y electrométrico directo

5.1.1 Un aparato adecuado para este método se representa en el anexo C y comprende las siguientes partes.

5.1.1.1 Bureta automática, 25 ml de capacidad con punto fino, divisiones mínimas de 0.05 ml y protegida de la humedad atmosférica por medio de una trampa de humedad con agente desecante.

5.1.1.2 Vaso de titulación 300 ml de capacidad, conectado a la descarga directa por medio de una junta de vidrio esmerilada y teniendo dos salidas laterales, una para permitir la entrada de los electrodos de platino, si se usa el método electrométrico y la otra, con un tapa de inyección para permitir la introducción de muestras líquidas por medio de una jeringa, sin abrir el vaso.

5.1.1.3 Electrodo de platino (Figs. 1 y 2, Anexo B) unidos a un tubo de vidrio que les permita ser introducidos en el fondo del vaso de titulación y unidos a dos alambres de cobre, los cuales se conectan al dispositivo para las determinaciones electrométricas del punto final (estos se omiten en el caso del método visual).

5.1.1.4 Agitador electromagnético, operando de 150 a 300 revoluciones por minuto, con una barra de acero suave cubierta con vidrio o teflón y fijo sobre una base de altura ajustable.

5.1.1.5 Frasco para el reactivo de Karl Fischer (aproximadamente de 500 ml de capacidad) de vidrio, pintado de negro o café, en el cual se sumerge el tubo de llenado de la bureta automática, a través de la junta de vidrio esmerilado.

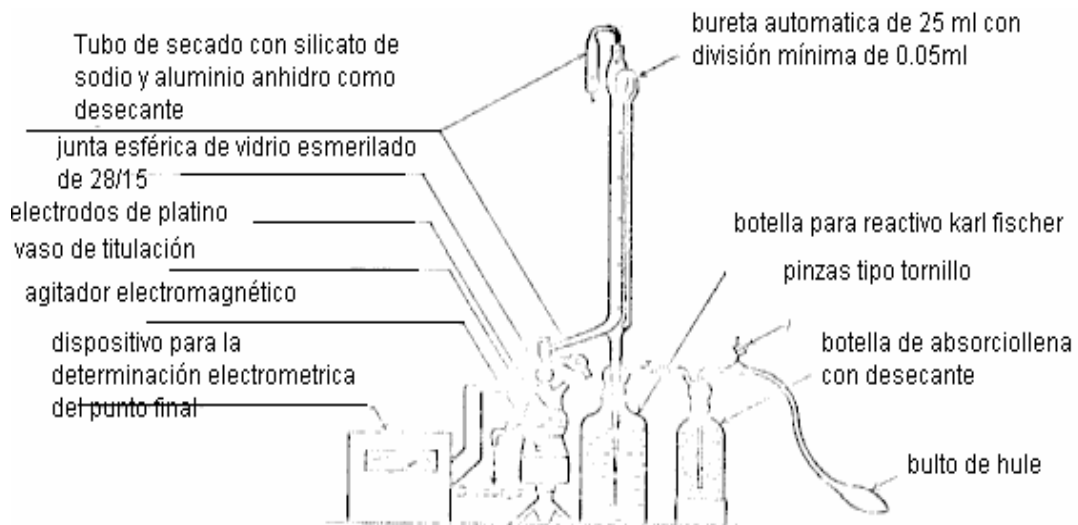


fig 1. ARREGLO GENERAL (aparato tipico para la alternativa visual o electrometrica directa)

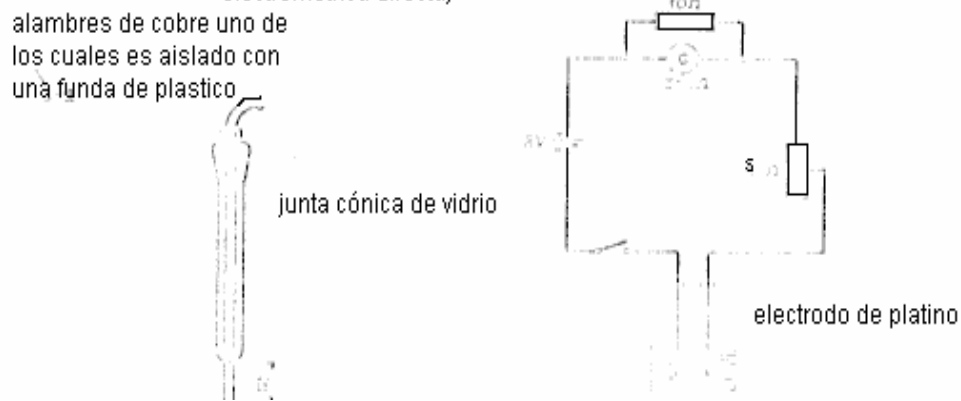


FIGURA 1. ARREGLO GENERAL

FIGURA 2. ELECTRODOS DE PLATINO

FIGURA 3. DIAGRAMA ELECTRICO PARA LA DETERMINACION DEL PUNTO FINAL

5.1.1.6 Bulbo de hule, conectado a una botella secadora de aire llena con desecante (4.9) para la admisión de aire seco bajo presión dentro del frasco para reactivo con la finalidad de llenar la bureta.

5.1.1.7 Dispositivo para la determinación electrométrica del punto final, el cual se muestra en la Figura 3, B (omitir en el caso del método visual).

5.1.2 Jeringa médica, de capacidad adecuada y volumen calibrado.

5.1.3 Un tubo de vidrio pequeño, cerrado de un lado y el otro ajustado a un tapón de hule, usado para pesar e introducir dentro del vaso de titulación, el tartrato de sodio cristalino (aproximadamente 250 mg) usado para titular el reactivo de Karl Fischer, o las muestras de prueba de productos sólidos.

NOTA: Todo el material de vidrio que se use debe ser secado previamente a 130°C en una estufa, después se pone en un desecador que contenga agente desecante (4.9).

5.2 Método alternativo electrométrico por retroceso

5.2.1 Un aparato adecuado para este método se muestra en la figura 1, y comprende las partes que se describen a continuación:

5.2.1.1 Dos buretas automáticas, 25 ml de capacidad con puntos finos, conectadas directamente a sus recipientes de llenado, uno pintado de negro o café para el reactivo Karl Fischer y el otro para la disolución patrónagua-metanol.

5.2.1.2 Vaso de titulación, 300 ml de capacidad efectiva, conectado a las descargas de las buretas por medio de juntas de vidrio esmeriladas y teniendo dos salidas laterales, una para permitir la entrada de los electrodos de platino y la otra ajustada con una tapa de inyección para permitir la introducción de muestras líquidas por medio de una jeringa, sin abrir el vaso.

5.2.1.3 Tubo de secado, conectando los recipientes llenadores de las buretas y el interruptor automático del vaso de titulación por un circuito cerrado.

5.2.1.4 Electrodo de platino (Figs. 2 y 4), unidos a un tubo de vidrio que les permita ser introducidos en el fondo del vaso de titulación unidos a dos alambres de cobre, los cuales se conectan al dispositivo usado para la determinación electrométrica del punto final.

5.2.1.5 Agitador electromagnético, operando de 150 revoluciones por minuto, con una barra de acero suave cubierta con vidrio o teflón, fijo sobre una base de altura ajustable.

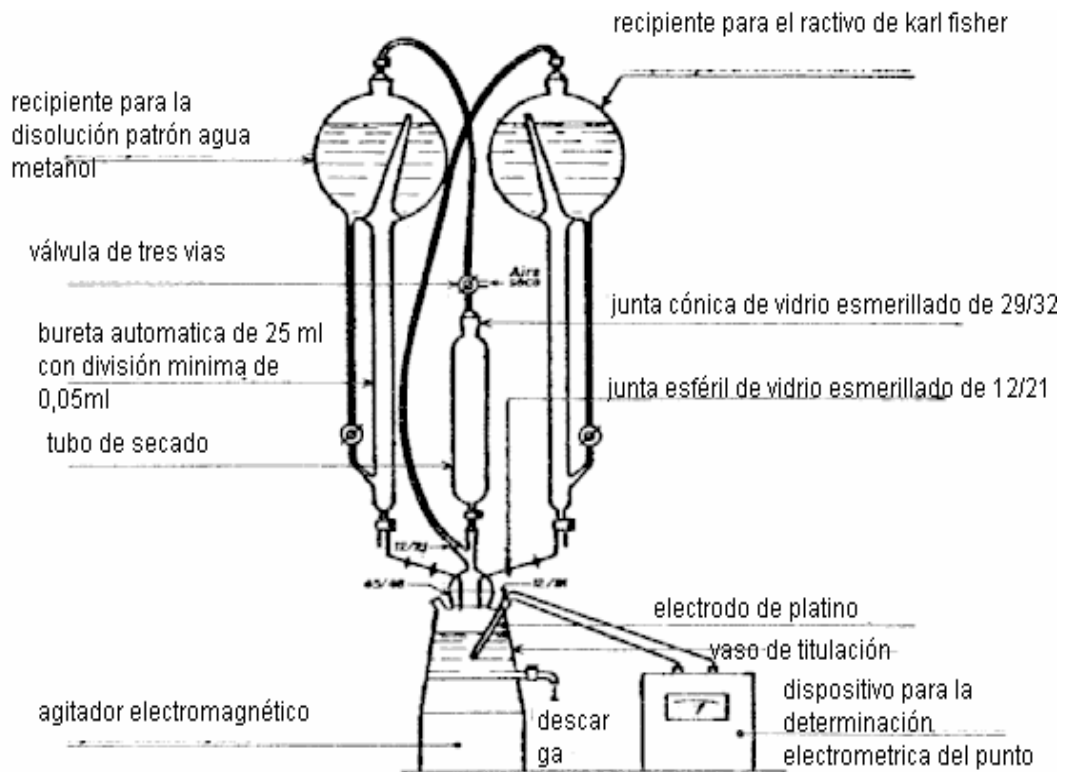


FIG. 4.- ARREGLO GENERAL (Aparato típico para la final alternativa electrométrica por retroceso)



FIG. 5

FIGURA 4. ARREGLO GENERAL

FIGURA 5. DIAGRAMA ELECTRICO PARA LA DETERMINACION DEL PUNTO FINAL

5.2.1.6 Dispositivo para la determinación electrométrica del punto final. Se muestra esquemáticamente una figura 5.

5.2.2 Jeringa médica, de capacidad adecuada y volumen calibrado.

5.2.3 Un tubo de vidrio pequeño, cerrado de un lado y el otro ajustado a un tapón de hule usado para pesar e introducir dentro del vaso de titulación el tartrato de sodio cristalino (aproximadamente 250 mg), que se emplea para titular el reactivo de Karl Fischer, o para las muestras de pruebas de productos sólidos.

NOTAS: Todo el material de vidrio que se use debe secarse previamente, en estufa a 130°C después se pone en un desecador que contenga agente desecante (4.9).

6 MUESTREO Y MUESTRAS

La toma de muestra se indica en la norma del producto en cuestión.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Principio para la determinación del punto final

7.1.1 Alternativa visual

Se basa en el desarrollo de un color en la porción de análisis por la adición de la primera gota en exceso del reactivo de Karl Fischer, coloreado con yodo.

7.1.2 Alternativa electrométrica directa

La indicación del punto final de la titulación se basa en la despolarización del cátodo acompañada por un incremento repentino en la intensidad de corriente, la cual se muestra en un dispositivo eléctrico adecuado. Los dos electrodos de platino están sumergidos en la disolución y sujetos a una diferencia de potencial, pero mientras el agua está presente en la disolución la polarización del cátodo se opone al paso de la corriente.

7.1.3 Alternativa electrométrica por retroceso

Se basa en la adición de un exceso del reactivo de Karl Fischer, el cual se retrotitula con una disolución patrón agua-metanol. El punto final de la titulación se logra por la polarización del cátodo, acompañada de una interrupción repentina de la corriente, cual se muestra en un dispositivo eléctrico adecuado. Los electrodos están sujetos a una ligera diferencia de potencial suficiente para causar una gran deflexión del indicador del galvanómetro al inicio de la retrotitulación.

NOTA: En caso de contar con hidrotitulado automático, se debe proceder de acuerdo al manual de operación específico para el aparato, el cual debe ser proporcionado por el proveedor.

7.2 NORMALIZACION DEL REACTIVO DE KARL FISCHER

7.2.1 Método Alternativo visual

7.2.1.1 Ensamblar el aparato como se muestra en la Figura 1, lubricando las juntas esmeriladas con grasa. Introducir 50 ml de metanol u otro disolvente en el vaso de titulación, usando jeringa, a través del tapón de inyección. Conectar el agitador electromagnético y agregar reactivo de Karl Fischer contenido en la bureta automática, hasta obtener un color café.

7.2.1.2 Pesar con aproximación al 0.0001 g en un tubo de vidrio pequeño (5.1.3), previamente pesado, aproximadamente 250 mg de tartrato de sodio; anotar la masa (m) y transferirla rápidamente al vaso de titulación y moviendo la tapa de inyección por pocos segundos.

7.2.1.3 Titular la disolución en el vaso con reactivo de Karl Fischer a ser titulado, hasta obtener un color café y anotar el volumen gastado (V).

7.2.2 Método alternativo electrométrico directo

7.2.2.1 Ensamblar el aparato como se muestra en la Figura 1, lubricado las juntas esmeriladas con grasa. Introducir 50 ml de metanol u otro disolvente en el vaso de titulación, usando jeringa a través del tapón de inyección. Conectar el agitador magnético y cerrar el circuito del dispositivo para la determinación electrométrica del punto final.

7.2.2.2 Ajustar el aparato de tal modo que se aplique a los electrodos de 1 a 2 volts y que el galvanómetro señale baja corriente, normalmente pocos microamperes. Agregar reactivo de Karl Fischer hasta que el galvanómetro señale un incremento repentino de corriente a cerca de 10-20 microamperes, la cual debe permanecer estable por lo menos 1 minuto.

7.2.2.3 Pesar al 0.0001 g, en el tubo de vidrio pequeño previamente pesado, aproximadamente 250 mg de tartrato de sodio, anotar la masa (m) y transferirla rápidamente al vaso de titulación removiendo la tapa de inyección por pocos segundos. Titular con el reactivo de Karl Fischer hasta que se alcance el incremento de corriente citado en 7.2.2.2 en el galvanómetro y permanezca estable por lo menos un minuto. Anotar el volumen de reactivo gastado (V_1).

7.2.3 Alternativa electrométrica por retroceso.

7.2.3.1 Ensamblar el aparato como se muestra en el Anexo C, lubricando las juntas esmeriladas con grasa. Colocar en el vaso de titulación reactivo de Karl Fischer, contenido en una de las buretas automáticas, hasta cubrir los electrodos. Conectar tanto el agitador magnético como el dispositivo para la determinación electrométrica del punto final. Agregar disolución estándar agua-metanol, contenida en la segunda bureta automática hasta que el indicador del galvanómetro se mueva repentinamente a cero.

7.2.3.2 Pesar al 0.0001 g en un tubo de vidrio pequeño, previamente pesado aproximadamente 250 mg de tartrato de sodio, anotar la masa (m) y transferirla rápidamente al vaso de titulación removiendo la tapa de inyección por pocos segundos.

7.2.3.3 Agregar reactivo de Karl Fischer hasta tener un ligero exceso de aproximadamente 2 ml, retrotitular con disolución normal agua-metanol de modo tal que el indicador del galvanómetro se mueva repentinamente a cero y anotar las lecturas (V_2 y V_3 respectivamente).

7.2.3.4 Vaciar parcialmente el vaso de titulación, permitiendo que los electrodos queden sumergidos en el líquido neutralizado, agregar 20 ml de reactivo de Karl Fischer medidos en la primera bureta automática, titular con disolución normal agua-metanol contenida en la segunda bureta automática hasta que el indicador del galvanómetro se mueva repentinamente a cero y anotar el volumen gastado (V_4).

NOTA: Para las tres alternativas, la titulación del reactivo de Karl Fischer también puede realizarse usando una masa de agua pura de aproximadamente 40 mg, suministrados al vaso por medio de una botella de goteo. Para las alternativas 7.2.1 y 7.2.2 se puede usar disolución patrón agua-metanol, en este caso ver el Anexo A, párrafos A.1 y A.2, respectivamente.

7.3 Porción de análisis

Se recomienda usar una porción de análisis tal que su contenido de agua corresponda a un volumen de reactivo de Karl Fischer que pueda medirse con exactitud.

7.4 Determinación

7.4.1 Alternativas visuales

7.4.1.1 Desalojar la humedad del vaso de titulación a través del grifo de vaciado, colocar 50 ml de metanol u otro disolvente (4.3 ó 4.4) en el vaso de titulación, usando jeringa, a través del tapón de inyección. Conectar el agitador magnético y agregar reactivo de Karl Fischer contenido en la bureta automática hasta obtener un color café.

7.4.1.2 Introducir la porción de análisis al vaso, ya sea con la jeringa o con el tubo de vidrio pequeño; titular con reactivo de Karl Fischer hasta alcanzar el mismo punto final y anotar el volumen gastado (V_1).

7.4.2 Alternativa electrométrica directa

7.4.2.1 Desalojar la humedad del vaso de titulación (7.1.1.2) a través del grifo de vaciado, colocar 50 ml de metanol u otro disolvente en el vaso de titulación, usando jeringa, a través del tapón de inyección. Conectar el agitador magnético y agregar reactivo de Karl Fischer hasta que el galvanómetro señale un incremento repentino de corriente a cerca de 10-20 microamperes, la cual debe permanecer estable por lo menos 1 minuto.

7.4.2.2 Introducir la porción de análisis al vaso, ya sea con la jeringa o con el tubo de vidrio pequeño, titular con reactivo de Karl Fischer hasta alcanzar la misma corriente en el galvanómetro señalada en el párrafo anterior y anotar el volumen gastado (V_1).

7.4.3 Alternativa electrométrica por retroceso

7.4.3.1 Desalojar la humedad del vaso de titulación a través del grifo de vaciado, colocar 50 ml de metanol u otro disolvente (6.3 ó 6.4) en el vaso de titulación, usando jeringa, a través del tapón de inyección y conectar el agitador magnético.

7.4.3.2 Agregar reactivo de Karl Fischer, contenido en una de las buretas automáticas, hasta tener un ligero exceso de aproximadamente 2 ml. Añadir disolución patrón agua-metanol hasta que el indicador del galvanómetro se mueva repentinamente a cero.

7.4.3.3 Introducir la porción de análisis al vaso, ya sea con la jeringa o con el tubo de vidrio pequeño, agregar reactivo de Karl Fischer hasta tener un ligero exceso, que se logra cuando la disolución llega a un color café y anotar el volumen adicionado (V_5).

7.4.3.4 Esperar 30 segundos, titular el exceso con disolución patrón agua-metanol, contenida en la otra bureta automática hasta que el indicador del galvanómetro se mueva repentinamente a cero y anotar el volumen (V_6).

8 EXPRESION DE RESULTADOS

8.1 Método de Cálculos y Fórmulas

8.1.1 Alternativa visual electrométrica directa

8.1.1.1 El factor equivalente (f) de mg de agua por ml de reactivo se calcula con la siguiente fórmula:

$$f (\text{mg H}_2\text{O/ml}) = \frac{m}{V} \times 0.1566$$

En donde:

v = volumen, de reactivo de Karl Fischer gastados para el tartrato de sodio, en ml

m = masa de tartrato de sodio usado, en ml; 0.1566 contenido de agua en el tartrato de sodio.

8.1.1.2 El contenido de agua total se expresa como porcentaje en masa y se calculan con las siguientes fórmulas:

a) Para productos sólidos

$$\% \text{ H}_2\text{O total} = \frac{V_1 \times f}{m_0 \times 10}$$

b) Para producto líquido

$$\% \text{ H}_2\text{O total} = \frac{V_1 \times f}{V_0 \times d \times 10}$$

En donde:

V_1 = volumen, de reactivo de Karl Fischer gastado en la titulación de la porción de análisis, en ml;

F = factor equivalente, en mg de agua por ml de reactivo de Karl Fischer;

m_0 = masa de la porción de análisis, en g;

V_0 = volumen, de la porción de análisis, en ml;

D = densidad, de la muestra de análisis a 20°C en g/ml.

8.1.2 Alternativa electrométrica por retroceso

8.1.2.1 La equivalencia (e) entre el reactivo de Karl Fischer y la disolución normal agua-metanol se calcula como sigue:

$$e = \frac{V}{V_4}$$

En donde:

V = volumen del reactivo de Karl Fischer usado en el párrafo 7.2.3.4, en ml;

V_4 = volumen, de la disolución patrón agua-metanol gastado en el párrafo 7.2.3.4 en ml

8.1.2.2 El factor equivalente (f) de mg de agua por ml de reactivo, se calcula con la siguiente fórmula:

$$f \text{ (mg H}_2\text{O/ml)} = \frac{m_1}{V_2 - (V_3 \times e)} = \frac{m \times 0.1516}{V_2 - (V_3 \times e)}$$

En donde:

m_1 = masa de agua usada en el párrafo 7.2.3.2 proveniente del tartrato de sodio, en mg

m = masa de tartrato de sodio, en mg;

V_2 = volumen de reactivo de Karl Fischer gastado según el párrafo 7.2.3.3, en ml;

V_3 = volumen de disolución patrón agua-metanol gastado en la titulación del exceso de reactivo de Karl Fischer en el párrafo 7.2.3.3, en ml;

0.1516 = contenido de agua en el tartrato de sodio.

8.1.2.3 El contenido de agua total se expresa como porcentaje en masa y se calcula con las siguientes fórmulas:

a) Para productos sólidos,

$$\% \text{ H}_2\text{O total} = (V_5 - V_6 \times e) \times \frac{f}{10 \times m_0}$$

b) para producto líquido,

$$\% \text{ H}_2\text{O total} = (V_5 - V_6 \times e) \times \frac{f}{10 \times V_1 \times d}$$

En donde:

V_5 = volumen de reactivo de Karl Fischer, agregado a la porción de análisis en el párrafo 7.4.3.3, en ml;

V_6 = volumen de disolución patrón agua-metanol gastado en la titulación del exceso de reactivo de Karl Fischer párrafo 7.4.3.4, en ml;

V_1 = volumen de la porción de análisis, en ml;

m_0 = masa de la porción de análisis, en g;

d = densidad de la muestra de análisis a 20°C, en g/ml;

f y e = factores de equivalencia calculados en 8.1.2.1 y 8.1.2.2.

8.2 Repetibilidad

La diferencia entre los valores extremos de una serie de determinaciones efectuadas por un mismo analista no debe ser mayor de: 5 % para la alternativa visual, y 3% para las alternativas electrométricas, del valor promedio de todas las determinaciones.

9 INFORME DE RESULTADOS

El informe correspondiente a los resultados obtenidos para una muestra de laboratorio, debe incluir las siguientes indicaciones:

- a) Datos relacionados con la muestra como:
 - Identificación y/o descripción.
 - Datos sobre toma de la muestra.
 - Fecha de recepción de la misma.
 - Fecha de terminación del análisis.
- b) Indicar cualquier modificación hecha al presente método, así como la causa de la misma.
- c) Alternativa usada, resultados de análisis y método de expresión.

10 BIBLIOGRAFIA

- a) Recomendación ISO R-760 la Organización Internacional de Normalización "Determination of Water by the Karl Fischer Method". 1ª edición Switzerland. Junio 1968.
- b) Tennessee Valley Authority. Laboratory Manual, Muscle Shoals. Alabama. Noviembre de 1971.9
- c) The Fertilizer Institute Product Quality Committee. Fertilizer Sampling and Analytical Methods, 3ª edición. Washington, D.C. Agosto 1974. 159-161.
- d) William Horwitz, Editor. Official Methods of Analysis of the AOAC. 12 ava. Edición Washington D.C 1975. Secciones 2.015-2 0.18.11.

11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

La presente norma coincide básicamente con la recomendación ISO R 760.

APENDICE A

A.1 Si se usa disolución patrón agua-metanol en lugar de cristales de tartrato de sodio para estandarizar el reactivo de Karl Fischer el párrafo 7.2.1.2 relativo a la alternativa visual queda como sigue:

A.1.1 Agregar al vaso de titulación 10 ml de metanol, medidos con jeringa, titular con reactivo de Karl Fischer hasta que se logre el mismo punto final y anotar el volumen de reactivo usado (V_1).

A.1.2 Agregar 10 ml de disolución patrón agua-metanol, titular su contenido de agua adicionando reactivo de Karl Fischer hasta que el mismo punto final se alcance y anotar el volumen de reactivo gastado (V_0).

A.1.3 En adición al párrafo 8.1.1.1, se tiene la siguiente ecuación para el cálculo del factor equivalente (f) del reactivo de Karl Fischer.

$$f \text{ (mg H}_2\text{O/ml)} = \frac{100}{V_0 - V_1}$$

En donde:

100 = masa de agua contenida en 10 ml de disolución patrón agua-metanol, en mg.

V_1 = volumen de reactivo de Karl Fischer gastados en la titulación de los 10 ml de metanol, en ml;

V_0 = volumen de reactivo de Karl Fischer gastado en la titulación de los 10 ml de disolución patrón agua metanol, en ml

A.2 Si se usa disolución patrón agua -metanol en lugar de cristales de tartrato de sodio para titular el reactivo de Karl Fischer, los párrafos 7.2.2.3 y 7.2.2.4 relativo a la alternativa electrométrica directa queda como sigue:

A.2.1 Agregar al vaso titulación 10 ml de metanol medidos con jeringa, titular con reactivo de Karl Fischer hasta que se alcance la misma deflexión del indicador del galvanómetro y que permanezca estable por lo menos un minuto.
Anotar el volumen de reactivo gastado (V_1).

A.2.2 Agregar 10 ml de disolución patrón agua-metanol, medidos de la misma manera, titular su contenido de agua adicionando reactivo de Karl Fischer hasta que alcance la misma deflexión del indicador del galvanómetro y que permanezca estable por lo menos un minuto. Anotar el volumen de reactivo gastado (V_0)

A.2.3 En adición a lo establecido en el párrafo 8.1.1.2 tenemos la siguiente ecuación para el cálculo del factor equivalente (f) del reactivo de Karl Fischer:

$$F \text{ (mg H}_2\text{O/ml)} = \frac{100}{V_0 - V_1}$$

En donde:


100 = masa de agua contenida en 10 ml de disolución patrón agua-metanol, en mg

V_1 = volumen de reactivo de Karl Fischer gastado en la titulación de los 10 ml de metanol, en ml;

V_0 = volumen de reactivo de Karl Fischer gastado en la titulación de los 10 ml disolución patrón agua metanol, en ml

México, D.F., Abril 10, 1979

EL DIRECTOR GENERAL



DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Abril 30, 1979

Esta norma cancela a las: NMX-K-119-1968 y NMX-Y-072-1971