

Sección 01: Química Analítica

## DETERMINACIÓN COULOMBIMÉTRICA DE AGUA POR EL MÉTODO DE KARL FISCHER: VERSATILIDAD EN EL USO DEL HORNO

Hernán Lozano\*, Nadia Hatamleh, Ana Iglesias, Mabel Puelles

Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI), Centro de Química, Av. Gral. Paz 5445, Partido de San Martín, Buenos Aires, Argentina. \*hlozano@inti.gov.ar

El método coulombimétrico de Karl-Fischer (KFC) es un método ampliamente usado en diversos sectores industriales interesados en conocer el contenido de agua presente en sus productos debido a las posibles reacciones de deterioro y/o especificaciones de calidad.

En muchas sustancias la determinación directa del contenido de agua por el método de KFC no es posible debido a que las mismas sólo liberan agua muy lentamente, a elevadas temperaturas, o bien no son solubles. Así mismo, en algunas ocasiones, las sustancias reaccionan con los reactivos liberando agua o consumiendo yodo, obteniendo resultados con sesgo.

Estos problemas pueden evitarse mediante el empleo de un horno que permite liberar la humedad de la muestra. Para ello, la muestra es colocada en un vial sellado, externo a la celda, y calentada a una temperatura ajustable, de manera tal que el agua liberada por la misma en forma de vapor sea arrastrada por una corriente de gas carrier seco a la celda de titulación. De esta manera, se evitan las interferencias de la matriz y reacciones no deseadas, logrando una alta especificidad.

El objetivo del presente trabajo fue realizar la determinación del contenido de agua en una variedad de matrices distintas (fármacos, combustibles y plásticos) usando el método de KFC con horno. Los métodos convencionales de determinación de humedad por otras técnicas no resultaban adecuados debido a la naturaleza química de este tipo de muestras. Para ello, se empleó un titulador automático asociado a un software, equipado con una celda de titulación, un electrodo generador de yodo, un electrodo de doble platino para la detección del punto final y un horno que permite ajustar la temperatura del mismo y el caudal de gas carrier empleado.

Los fármacos ensayados fueron Dutasterida y Azacitidina, dos medicamentos citostáticos de bajo contenido de agua. En el caso de los combustibles, se utilizó el equipo para determinar contenido de agua en biodiesel, petróleo crudo y sus derivados. Las muestras plásticas correspondían a distintas etapas del procesado de polilactato (PLA) y polihidroxitbutirato (PHB), dos polímeros estudiados por su posibilidad de emplearse como materiales de alta biodegradabilidad, en donde el contenido de agua está asociado a la calidad final del producto.

En cada caso en particular, se optimizaron los parámetros de titulación de acuerdo al tipo de muestra. La temperatura se ajustó de forma tal que permitiera la extracción del agua de la muestra sin descomponer la misma. El tiempo de extracción debía ser suficiente para que toda el agua de la muestra sea extraída y llegue a la celda de titulación. El caudal de gas carrier empleado debía ser el óptimo para lograr esta extracción. Los parámetros de titulación como velocidad de agitación, acondicionado del equipo y detección del punto final también fueron ajustados. En todos los casos se obtuvo repetibilidad en las determinaciones con resultados altamente confiables por ser la coulombimetría un método primario de análisis.

### Referencias

[1] P. Bruttel & R. Schlögl, *Water determination by Karl Fischer Titration* (2006) Metrohm Ltd.

[2] United States Pharmacopeia 39 – National Formulary 34 (2016).

[3] *Determining the water content in biodiesel according to ISO 12937*, Metrohm Information Issue 2/2006.

[4] ASTM ·6304-04 *Standard Test Method for Determination of Water in Petroleum Products, Lubricating Oils and Additives by Coulometric Karl Fischer Titration*.