

VALIDACIÓN DEL MÉTODO KARL FISHER EN LAS TÉCNICAS INSTRUMENTALES DE CULOMBIMÉTRIA Y VOLUMETRÍA PARA LA MEDICIÓN DE FRACCIÓN DE MASA DE AGUA EN 1-OCTANOL

Alejandro Pérez Castorena, Miryan Balderas Escamilla
Centro Nacional de Metrología
km 4.5 carretera a Los Cués, municipio El Marqués C.P. 76246 Querétaro, México
+52 (442) 2110500 ext. 3907 aperez@cenam.mx

Palabras clave: validación, calibrador, linealidad, sesgo, repetibilidad, LD

Resumen: el proceso inicial para certificar la fracción de masa de agua en 1-octanol consistió en la validación de los procedimientos de medición que serían empleados para tal fin. Los procedimientos de medición empleados fueron titulación coulombimétrica Karl Fisher y titulación volumétrica Karl Fisher. Se establecieron previamente los requisitos analíticos y parámetros de desempeño que debían determinarse para medir la fracción de masa de agua y declarar si eran adecuados para el propósito previsto. Los parámetros de desempeño que se consideraron en ambos métodos para la validación fueron: linealidad (intervalo lineal), límite de detección y exactitud (repetibilidad y veracidad). Para realizar la validación se prepararon un conjunto de calibradores con diferentes niveles de fracción de masa de agua en 1-octanol ($2.5 - 48.7 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$) e igual número de disoluciones blanco conteniendo solo 1-octanol, asimismo se empleó un material de referencia certificado (MRC) de NIST SRM 2890. La linealidad de la titulación coulombimétrica Karl Fisher se evaluó al verificar la consistencia entre el contenido de agua en los calibradores preparados gravimétricamente y el valor de agua registrado por el titulador coulombimétrico. La linealidad de la respuesta del método para el caso del titulador volumétrico Karl Fisher, se realizó con base a lo establecido en el documento *Application Bulletin 255/3 e Validation of Metrohm KF Titrators according to GLP/ISO 9001*. Se empleó el método basado en el análisis de regresión para la determinación del límite de detección de ambos métodos. Así mismo, la repetibilidad de ambos métodos se calculó a partir de los resultados de la medición de un conjunto de ampollas de un candidato a MR, mismas que fueron empleadas para el estudio de homogeneidad del lote. El valor del sesgo, se calculó a partir de la diferencia entre el promedio de los resultados de medición de un material MRC y el valor de la propiedad declarada en el certificado.