

NOTA IMPORTANTE:

La entidad sólo puede hacer uso de esta norma para si misma, por lo que este documento NO puede ser reproducido, ni almacenado, ni transmitido, en forma electrónica, fotocopia, grabación o cualquier otra tecnología, fuera de su propio marco.

ININ/ Oficina Nacional de Normalización

NORMA CUBANA

NC

536: 2007

**GLICERINA REFINADA — DETERMINACIÓN DEL
CONTENIDO DE AGUA**

Refined glycerin — Determination of water content

ICS: 71.080.60

1. Edición Noviembre 2007
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana. Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el Comité Técnico de Normalización NC/CTN 52 Cosméticos y Agentes Activos de Superficie integrado por representantes de las siguientes entidades:

Ministerio de la Industria Ligera
Ministerio de Comercio Interior
Ministerio de las Fuerzas Armadas Revolucionarias
Oficina Nacional de Normalización
Unión SUCHEL
Instituto de Investigaciones en Normalización
Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos
Centro Nacional para el Control de Medicamentos
Centro Nacional de Medicina Natural y Tradicional
Laboratorio Biotecnológico y Farmacéutico
Corporación TRD Caribe
Corporación CUBALSE
Corporación CIMEX

- Sustituye a la NC 25- 04- 14: 1982 Productos químicos orgánicos. Glicerina refinada. Determinación del contenido de agua por el método de Karl Fischer.

© NC, 2007

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

GLICERINA REFINADA — DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE AGUA

1 Objeto

Esta Norma Cubana establece el método de ensayo para la determinación del contenido de agua en glicerina refinada, aplicando el método de valoración directa de Karl Fischer.

2 Referencias Normativas

Los documentos que se mencionan seguidamente son indispensables para la aplicación de esta Norma Cubana. Para esta referencia fechada, solo se toma en consideración la edición citada.

NC- ISO 3696: 2004 Agua para uso en análisis de laboratorio – Especificación y Métodos de Ensayo.

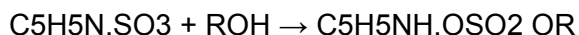
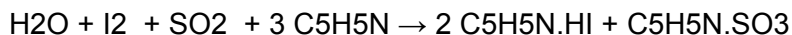
NC 554 Glicerina — Métodos de ensayo

NC 555 Glicerina — Métodos de muestreo e inspección de aceptación

3 Principio

Se basa en la reacción del agua presente en la porción de ensayo con una solución de yodo y dióxido de azufre en una mezcla de piridina - metanol (reactivo de Karl Fischer) previamente estandarizada con una masa conocida de agua.

4 Reacciones



5 Reactivos y Materiales

Durante el análisis, utilice solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua destilada o desmineralizada, o agua de pureza equivalente. El agua utilizada debe cumplir con los requisitos establecidos en la NC-ISO 3696.

5.1 Reactivo de Karl Fischer

Se utilizan en su preparación los reactivos siguientes:

5.1.1 Metanol, p.a.

5.1.2 Yodo

5.1.3 Piridina

5.1.4 Dióxido de sulfuro

Preparación del reactivo de Karl Fischer

Añadir 125 g de yodo a una solución que contiene 670 mL de metanol y 170 mL de piridina y enfriar, sin exceder los 20° c. Añadir 100 mL de piridina en un vaso de precipitado de 250 mL, manteniendo la piridina en un baño de hielo, pasar dióxido de azufre hasta alcanzar un volumen de 200 mL. Añadir esta solución lentamente con agitación a la mezcla de yodo enfriada. Agitar hasta disolver el yodo, transferir la solución al aparato y dejar la solución en reposo una hora antes de estandarizarla. Un mL de esta solución recién preparada es equivalente a aproximadamente 5 mg de agua, pero se deteriora gradualmente, por consiguiente, estandarícelo una hora antes del uso, o diariamente si está en continuo uso.

NOTA 1 Proteger de la luz mientras se usa y mantenerlo protegido de luz y bajo refrigeración.

NOTA 2 Actualmente el reactivo de Karl Fischer es comercializado ya sea como reactivo de dos componentes, los cuales se unen en el momento de la preparación del mismo, o como un solo componente. Pueden ser usados también reactivos que contengan bases libres de piridina. Mientras que en el caso del alcohol también pueden ser usados otros compuestos como disolventes.

Estandarización del reactivo de Karl Fischer

Colocar suficiente metanol en un erlenmeyer seco hasta cubrir los electrodos, añadir suficiente reactivo hasta obtener el color característico del punto final amarillo a ámbar o por diferencia de potencial 100 -50 micro amperes de corriente directa. Adicionar de 150 a 350 mg de tartrato de sodio dihidratado y valorar hasta obtener el punto final.

El factor de equivalencia se calcula por la siguiente fórmula:

$$F = (0,1566) W/V$$

donde:

W: es el peso en mg del tartrato de sodio dihidratado.

V: es el volumen en mL del reactivo consumido en la segunda valoración.

0,1566: es el resultado de 2 (1802 / 230.08), donde 18.02 y 230.08 son los pesos moleculares del agua y el tartrato de sodio dihidratado respectivamente.

5.2 Materiales

5.2.1 Bureta, de 50 mL

5.2.2 Erlenmeyer

5.2.3 Vaso de precipitado, de 250 mL

5.2.4 Espátula, para la pesada

5.2.5 Probeta, de 100 mL

6 Aparatos

6.1 Equipo de Karl Fischer.

6.2 Balanza analítica, con vD 0,1 mg

7 Muestreo

Se realiza utilizando la inspección de aceptación teniendo en cuenta lo establecido en la NC 555.

8 Procedimiento

8.1 Preparación de la porción de ensayo

Transferir de 35 a 40 mL de metanol a un erlenmeyer y valorar con el reactivo hasta obtener el punto final (este volumen de reactivo no se tiene en cuenta para los cálculos). Pesar una cantidad de muestra que no consuma más de (20-25) mL de reactivo. Añadir rápidamente la muestra al erlenmeyer y mezclar.

8.2 Determinación

Valorar con el reactivo de Karl Fischer hasta la aparición y permanencia del color amarillo a ámbar.

9 Cálculos

$$C = \frac{V \times T}{m \times 10}$$

donde:

C: es el porcentaje de agua presente en la muestra.

V : es el volumen en mL de reactivo de Karl Fischer utilizado en la valoración.

T: es el equivalente en agua del reactivo de Karl Fischer expresado en mg de agua por mL.

m. es la masa en gramos de la muestra de ensayo.

Los resultados se expresan hasta la centésima.

10 Control de la Calidad

Ver NC 555.

11 Informe sobre el ensayo

Ver NC 554.

Bibliografía

- [1] ISO 1614-1976 Glycerol. Samples and test methods general.
- [2] ISO 12590-1988 Glycerol for industrial use.
- [3] Gran Bretaña, BS 5711- Part 8: 1979 Sampling and test for Glycerol.
- [4] Japón, JIS K 3351- 1994 Glycerines for industrial use.
- [5] Colombia, ICONTEC 1274-1981 Productos Químicos. Glicerol