

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

564: 2007

**DETERGENTES — DETERMINACIÓN DE FOSFATO, SILICATO
Y HUMEDAD**

Detergents — Determination of phosphate, silicate and moisture

ICS: 71.100.40

1. Edición Noviembre 2007
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

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



Cuban National Bureau of Standards

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba que representa al país ante las Organizaciones Internacionales y Regionales de Normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos 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 de Cosméticos y Agentes Activos de Superficie integrado por representantes de las siguientes entidades:

| | |
|---|---|
| Ministerio Industria Ligera | Corporación CUBALSE |
| Ministerio de las Fuerzas Armadas Revolucionarias | Unión Suchel |
| Oficina Nacional de Normalización | Centro Estatal de Control de Medicamentos |
| Centro Nacional de Medicina Natural y Tradicional | Tiendas Recuperación de Divisa Caribe |
| Ministerio de Comercio Interior | Laboratorio Biofarmacéutico |
| Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos | Corporación CIMEX |
| | Instituto de Investigaciones en Normalización |

- Sustituye a la NC 27-05: 1981 Agentes activos de superficie. Detergentes en polvo. Métodos de ensayo, en sus capítulos 14, 16 y 17.

© 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

DETERGENTES — DETERMINACIÓN DE FOSFATO, SILICATOS Y HUMEDAD

1 Objeto

Esta Norma Cubana establece los métodos de ensayo para la determinación del contenido de fosfato, silicato y humedad realizados al detergente en polvo para uso doméstico e industrial.

2 Referencias Normativas

Los documentos que se mencionan seguidamente son indispensables para la aplicación de esta Norma Cubana. Para las referencias fechadas, sólo se toma en consideración la edición citada.

NC 27-04: 1981 Agentes activos de superficie. Detergente en polvo. Inspección de aceptación.

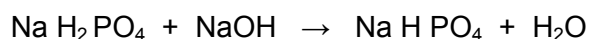
3 Determinación potenciométrica de fosfatos

3.1 Principio

Se basa en la determinación potenciométrica del pentóxido de fósforo (P_2O_5) mediante la valoración del hidrógeno fosfato de sodio con hidróxido de sodio entre el intervalo de pH de 4,3 a 8,8.

3.3 Reacciones

La reacción fundamental en la determinación del fosfato viene dada por la ecuación siguiente:



3.4 Reactivos

Durante el análisis, a menos que se plantee lo contrario, utilice solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua destilada.

3.4.1 Ácido clorhídrico, $d = 1,19 \text{ g/cm}^3$

3.4.2 Solución de hidróxido de sodio 1,0 N

3.4.3 Solución de hidróxido de sodio 50 ° Be (pe 1,525)

3.4.4 Mezcla reguladora de pH 4,3 a 8,8.

3.5 Aparatos

3.5.1 Horno eléctrico o mufla capaz de mantener una temperatura de 500 °C.

3.5.2 Medidor de pH con valor de división 0,1.

3.5.3 Balanza analítica con valor de división de 0,1 mg.

3.6 Muestreo

Los procedimientos para la toma y preparación de la muestra se establecen en la NC 27-04.

3.7 Procedimiento

3.7.1 Preparación de la porción de ensayo

Las pesadas de las porciones de ensayo se harán después de haberlas secado a la temperatura de 105 °C hasta peso constante.

Se pesan 10 g de la porción de ensayo bien mezclada con un error máximo de $\pm 0,01$ g en una cápsula de evaporación.

3.7.2 Determinación

La cápsula se coloca dentro del Horno o Mufla y se incinera poco a poco, hasta que la mayor parte de la materia orgánica se consuma y después se mantiene en la mufla a 500 °C por espacio de 10 a 15 minutos, la muestra no se puede fundir.

Se enfría la cápsula y el residuo se disuelve completamente en unos 10 mL a 15 mL de ácido clorhídrico y unos 50 mL de agua caliente, agitando y calentando en un baño de vapor. Se añaden unos 10 mL de ácido clorhídrico en exceso.

Se transfiere la solución a un vaso de precipitado 400 mL, lavando con agua caliente hasta un volumen total de unos 100 mL y se cubre con un vidrio de reloj. Se hierve sobre una llama o una plancha por espacio de 30 minutos para hidrolizar todo el fosfato a la forma de orto.

Se enfría, se diluye a 200 mL y se neutraliza previamente la solución a pH 4,3 con solución de hidróxido de sodio a 50 °Be libre de carbonatos, enfriando continuamente para evitar que la temperatura se eleve por el calor generado durante la neutralización y después con hidróxido de sodio 1,0 N para el ajuste final del pH inicial.

Se valora posteriormente con la solución hasta pH 8,8 con solución de hidróxido de sodio 1,0 N.

El medidor de pH se ajusta con las soluciones patrones a pH 4,3 y 8,8 a la temperatura de (30 ± 2) °C.

3.8 Cálculo

El contenido de fosfato expresado en % de pentóxido de fósforo se calcula mediante la ecuación siguiente:

$$P_2O_5 = \frac{VxNx.7,098}{P}$$

donde:

V: mililitros de la solución de hidróxido de sodio 1,0 N gastados en la valoración

N: normalidad exacta de la solución de hidróxido de sodio

7,098: factor resultante de dividir los pesos moleculares del tripolifosfato entre el de pentóxido de fósforo

P: masa de la porción de ensayo expresado en gramos

Expresar el resultado con dos cifras decimales.

4 Determinación gravimétrica de silicatos

4.1 Alcance

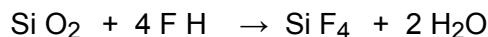
Este método se establece para determinar el contenido de silicatos expresados como dióxido de silicio (Si O₂), en los detergentes en polvo para uso doméstico e industrial que contengan silicatos.

4.2 Principio

Se precipitan los silicatos con alcohol absoluto, para después de tres deshidrataciones y sucesivos lavados e incineraciones, eliminar los silicatos con ácido clorhídrico para realizar su determinación gravimétrica por diferencia de masa.

4.3 Reacciones

La reacción fundamental en la determinación de silicatos viene dada por la ecuación siguiente:



4.4 Reactivos

Durante el análisis, a menos que se plantee lo contrario, utilice solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua destilada

4.4.1 Ácido clorhídrico, d = 1,19 g/m³

4.4.2 Ácido sulfúrico, d = 1,84 g/m³

4.4.3 Ácido fluorhídrico concentrado

4.4.4 Alcohol absoluto

4.4.5 Solución de nitrato de plata, 2 % m/m

ADVERTENCIA- Los ácidos sulfúrico y fluorhídricos son productos corrosivos que ocasionan quemaduras, por lo que se manipularán con mucho cuidado evitando su contacto con la piel. Se debe trabajar con la utilización de una campana para evitar la inhalación de estos vapores.

4.5 Aparatos

4.5.1 Mufla capaz de mantener una temperatura entre 900 °C a 1 200 °C.

4.5.2 Baño de vapor

4.6 Procedimiento

4.6.1 Preparación de la porción de ensayo

Se pesan 5 g de la porción de ensayo con un error máximo de $\pm 0,001$ en un platillo previamente tarado y se transfiere a un vaso de precipitados de 400 mL limpiando el platillo con un pincel de pelo suave.

4.6.2 Muestreo

Los procedimientos para la toma y preparación de la muestra se establecen en la NC 27-04

4.6.3 Determinación

Se añaden 15 mL de agua caliente y se calientan sobre el baño de vapor por espacio de 10 minutos, agitándose suavemente. Se añade gota a gota el alcohol hasta que la materia insoluble comience a precipitarse. Se continúa agitando y adicionando alcohol hasta que la precipitación sea completa. Finalmente se añade alcohol hasta completar el volumen total de 300 ml

Se cubre el vaso de precipitados con un vidrio de reloj y se calienta sobre el baño de vapor por lo menos durante 2 horas. Se agita a intervalos regulares para dispersar los sólidos.

Se saca el vaso de precipitado del baño, se enfría a temperatura ambiente y se filtra a través de papel de filtrado rápido y sin cenizas, lavando el residuo del vaso de precipitados sobre el filtro con una corriente de alcohol. El filtrado se elimina.

Se perfora el fondo del papel con una varilla de cristal y se lava el residuo contenido en el mismo con una corriente de agua caliente, utilizándose en esta operación de 90 mL a 100 mL de agua destilada y el mismo vaso de precipitados del proceso anterior. Se añaden 10 mL de ácido clorhídrico y se evapora a sequedad. Se añaden 25 mL de agua caliente y se sigue calentando con agitación suave por espacio de 10 minutos. El residuo será acidulado, disuelto y evaporado por 3 veces consecutivas.

Se añaden 50 mL de agua caliente y 10 mL de ácido clorhídrico, se calienta por espacio de 10 minutos y se filtra. Se lava el papel de filtro hasta que esté libre de cloruro, para lo cual se prueba el residuo con solución de nitrato de plata al 2 % m/m no debiendo aparecer ningún precipitado.

Se pone el papel de filtro en una cápsula o crisol de platino previamente tarado y se coloca en una mufla fría.

Se aplica calor poco a poco, de modo que el papel de filtro se carbonice sin arder y el carbón se quemé gradualmente. La parte final de la ignición se realiza entre los 900 °C a 1000 °C, se enfría en una desecadora y se pesa por primera vez.

Se le añaden al residuo 3 mL de agua, 4 ó 5 gotas de ácido sulfúrico y de 5 mL a 10 mL de ácido fluorhídrico concentrado. Se evapora a sequedad sobre el baño de vapor o sobre una plancha de calefacción eléctrica. Finalmente se calienta al rojo y se incinera hasta obtener un residuo blanco libre de manchas de peso constante, en una mufla. Se enfría en una desecadora y se pesa por segunda vez.

El contenido de silicatos expresado en por ciento de dióxido de silicio (Si O₂), se calcula mediante la formula siguiente:

$$\text{Si O}_2 = \frac{(P_1 - P_2).x100}{M}$$

donde:

M masa de la porción de ensayo, expresado en gramos

P₁ masa del residuo de la primera pesada, expresado en gramos

P₂ masa del residuo de la segunda pesada, expresado en gramos

Expresar el resultado con dos lugar decimales.

5 Determinación de la humedad

5.1 Método por destilación

5.1.2 Alcance

Este método se establece para determinar el contenido de humedad en los detergentes en polvo para uso doméstico e industrial que contengan agua como único componente volátil, inmiscible con la sustancia que se usa como vehículo de la destilación, bajo condiciones de ensayo.

No es aplicable a detergentes que contengan sustancias volátiles miscibles en el agua

5.1.3 Principio

El agua que contiene el detergente se destila con un solvente inmiscible, lo cual posibilita su cuantificación en el tubo receptor.

5.1.4 Materiales

Como solvente de destilación puede usarse tolueno o xilol.

5.1.5 Aparatos

5.1.5.1 Trampa para humedad por destilación con tubo receptor graduado de 10 mL, con junta esmerilada.

5.1.5.2 Frasco cónico o balón de fondo redondo de 1 000 mL, con cuello corto y juntas esmeriladas.

5.1.5.3 Condensador de reflujo con juntas esmeriladas

5.1.5.4 Balanza con vD de 0,1 g

5.1.5.5 Manta eléctrica (con regulador de temperatura) del tamaño adecuado para recibir el rasco o balón.

Se puede usar cualquier otra fuente de calor controlable.

5.1.6 Muestreo

Los procedimientos para la toma y preparación de la muestra se establecen en la NC 27-04.

5.1.7 Procedimiento

5.1.7.1 Preparación de la porción de ensayo

Se pesan 2,5 g de la muestra de ensayo con un error máximo de $\pm 0,1$ g en un recipiente apropiado y previamente tarado y se pasa a un balón de 1 000 mL que contiene 400 mL del solvente de destilación y varios ebulliciones para evitar los saltos bruscos.

5.1.7.2 Determinación

Se lava el condensador de reflujo con varios volúmenes pequeños de solvente. Se conecta el balón o frasco cónico a la trampa para la humedad por destilación con el tubo receptor graduado de 10 mL y está al condensador de reflujo por donde se hace circular el agua.

Se calienta sobre la manta eléctrica hemisférica, hasta obtener la ebullición y se ajusta para que la destilación ocurra a una velocidad moderada. Se mantiene la destilación hasta que el volumen de agua en el tubo receptor graduado se hace constante en dos lecturas sucesivas hechas en un intervalo de 15 minutos.

Se lava el condensador de reflujo con algunos mililitros de solvente con el propósito de liberar el agua adherida al equipo y que caiga en la trampa. Se lee directamente el volumen de agua contenido en el tubo receptor

5.1.8 Cálculo

El contenido de humedad expresado en por ciento, se calcula mediante la fórmula siguiente:

$$\text{Humedad} = \frac{Ax100}{M}$$

donde:

A mililitros de agua en la columna del tubo receptor

M masa de la porción de ensayo, expresado en gramos

Los resultados se darán aproximados hasta las décimas.

5.2 Método de la estufa

5.2.1 Aparatos

5.2.1.1 Estufa eléctrica, con un dispositivo para el control de la temperatura

5.2.1.2 Balanza analítica con vD de 0,1 mg.

5.2.2 Procedimiento

En una placa seca se pesan con precisión 5 g de la muestra con un error máximo de 0,01 g, se seca a peso constante en una estufa a una temperatura de $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$. Se considera haber alcanzado el peso constante; cuando el calentamiento sucesivo durante una hora de la muestra presente una pérdida en peso de no más de 5 mg.

Enfríelo en un desecador y péselo.

5.2.3 Cálculo

El contenido de humedad y materia volátil expresado en por ciento en peso se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$H = \frac{(W - w) \times 100}{W}$$

donde:

W : es el peso en gramos de la muestra
 w : es el peso en gramos del residuo seco

6 Informe de los ensayos

En el informe se indicará para cada ensayo los siguientes datos:

- Identificación de la muestra
- Número de la norma
- Referencia del método
- Resultados obtenidos
- Fecha de realización
- Identificación del analista.
- Cualquier desviación del procedimiento
- Cualquier característica inusual observada

Bibliografía

- [1] ISO: 672 – 1978 Soap – Determination of moisture and volatilmatter content – Oven method
- [2] ISO 4317:1991 Surface – active agents and detergents – Determination of water content – Karl Fischer
- [3] India, IS: 4955 – 1968 Specification for synthetic detergents for household use
- [4] Japón, JIS K 3362:1990 Testing Methods for synthetic detergent
- [5] España, UNE 55-543-94 Formulaciones detergentes que contienen jabón y otros tensioactivos. Muestreo. Análisis químico
- [6] España, UNE EN – 13267:2002 Agentes de superficie y detergentes. Determinación del contenido en agua. Método de Karl Fischer
- [7] España, UNE 55 – 837 – 87 Agentes de superficie. Polvos para lavar. Determinación de la sílice total. Método gravimétrico.
- [8] Venezuela, COVENIN 610–1:1995 Detergentes sintéticos para uso doméstico. Determinación de fosfatos. Parte 1: Método volumétrico
- [9] Venezuela, COVENIN 610 – 2 Detergentes sintéticos para uso doméstico. Determinación de fosfatos. Parte 2: Método Espectrofotométrico.