



**SECRETARIA DE COMERCIO**

**Y**

**FOMENTO INDUSTRIAL**

**NORMA MEXICANA**

**NMX-K-475-1983**

**“PRODUCTOS QUIMICOS- TRIPOLIFOSFATO DE SODIO-  
CROMATOGRAFIA DE LAS ESPECIES DE FOSFATOS QUE LO  
CONSTITUYEN- METODO DE PRUEBA”**

*“CHEMICAL PRODUCTS- SODIUM TRIPOLYPHOSPHATE -  
CHROMATOGRAPHY OF THE PHOSPHATE SPECIES  
CONSTITUENTS-TEST METHOD”*

**DIRECCION GENERAL DE NORMAS**

## PREFACIO

En la elaboración de la presente Norma participaron las siguientes Empresas e Instituciones:

- PROCTER & GAMBLE DE MEXICO, S.A. de C.V.
- INDUSTRIAS RESISTOL, S.A. de C.V.
- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACION.-  
Departamento de Normas y Control de Calidad.

## INDICE

### Capítulo

1. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION
  2. REFERENCIAS
  3. MATERIALES Y REACTIVOS
  4. APARATOS Y EQUIPO
  5. PROCEDIMIENTO
  6. CALCULOS
  7. INFORME
- APENDICE
8. BIBLIOGRAFIA
  9. CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

“PRODUCTOS QUIMICOS- TRIPOLIFOSFATO DE SODIO-  
CROMATOGRAFIA DE LAS ESPECIES DE FOSFATOS QUE LO  
CONSTITUYEN- METODO DE PRUEBA”

“CHEMICAL PRODUCTS- SODIUM TRIPOLYPHOSPHATE -  
CHROMATOGRAPHY OF THE PHOSPHATE SPECIES  
CONSTITUENTS-TEST METHOD”

## 1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Mexicana establece el método de prueba para la determinación del contenido de Tripoli, orto, meta y pirofosfatos de sodio en el tripolifosfato comercial con el fin de evaluar la calidad del producto.

## 2 REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con las Normas Mexicanas en vigor siguiente:

- NMX-K-368 Muestreo para materiales pulverulentos o granulados.
- NMX-K-471-S Detergentes domésticos - Determinación del contenido de fosfatos (expresado como  $P_2O_5$ ).

## 3 MATERIALES Y REACTIVOS

### 3.1 Resina.

Dowex 1 x 8, 100 - 200 forma cloruro, capacidad: 3.2 meq/gramo, seca o similar.

3.2 Tripolifosfato de sodio, que tenga composición conocida y certificada de la distribución de las especies de fosfatos.

3.3 Ioduro de fenil mercurio q.p.

3.4 Acetato de potasio q.p.

3.5 Molibdato de amonio q.p.

3.6 Sulfato de hidrazina, grado reactivo.

3.7 Cloruro de potasio q.p.

3.8 Acido clorhídrico concentrado q.p. (m.e.1.18).

3.9 Acido acético glacial.

3.10 Acido sulfúrico concentrado q.p. (m.e.1.85).

3.11 Agua destilada o desionizada.

3.12 Material común de laboratorio.

#### 4 APARATOS Y EQUIPO

4.1 Vaso de precipitados de 400cm<sup>3</sup> (ml).

4.2 Probetas graduadas de 100, 250 y 500cm<sup>3</sup> (ml).

4.3 Crisol de vidrio para filtración, de porosidad media.

4.4 Porta crisol para filtración al vacío.

4.5 Matraces volumétricos de 50, 250, 500 y 1000cm<sup>3</sup> (ml).

4.6 Agitador de varilla de vidrio.

4.7 Medidor de pH.

4.8 Pipeta volumétrica de 20 y 50cm<sup>3</sup> (ml).

4.9 Espectrofotómetro de luz visible.

4.10 Columna de intercambio ionico de vidrio borosilicato.

4.11 Baño de agua a 367K (94°C) con termostato.

4.12 Canastillas con sujetadores para los matraces de 25cm<sup>3</sup> (ml).

#### 5 PROCEDIMIENTO

5.1 Preparación de las soluciones

5.1.1 Solución de HCl 1 N.

Diluir 84cm<sup>3</sup> de HCl concentrado a un litro de agua.

5.1.2 Solución reguladora de acetato de potasio 0.8 M.

Disolver 78.5g de acetato de potasio en 900cm<sup>3</sup> de agua, ajustar el pH a 5.0 con ácido acético glacial y luego diluir a un litro de agua.

5.1.3 Solución eluyente.

Tomar la cantidad especificada de KCl que indica la tabla No. 1 y disolver en aproximadamente 500cm<sup>3</sup> de agua, en una serie de matraces volumétricos de un litro. Añadir la cantidad especificada de solución reguladora y completar el volumen a un litro con agua, puede agregarse 5mg de ioduro de fenil mercurio para retardar el desarrollo de hongos. Filtrar a través de papel filtro grueso para separar el ioduro que no se haya disuelto.

Los eluyentes se marcan y se preparan tal como se indica en la Tabla No. 1.

TABLA No. 1 Preparación de solución eluyente

Eluyente	Molaridad (KCl)	KCl (g/l)	Solución reguladora ml.
A	0.25	18.6	7
B	0.40	29.8	7
C	0.60	44.7	7
D	1.0	74.6	7

5.2 Preparación de la resina.

5.2.1 Mezclar una parte de resina con dos partes de agua para formar una suspensión; dejar reposar hasta que el líquido que sobre nade quede claro. Es suficiente tomar 225g de la resina cruda para cada columna. Normalmente basta con lavar tres veces.

5.2.2 Mezclar una parte de resina con tres partes de agua. Dejar que se asienten las partículas gruesas y las materias extrañas. Decantar la mayor parte de la suspensión de resina y agua, transferir a un vaso de precipitados. Decantar el residuo del fondo del vaso. Repetir este procedimiento hasta que la resina quede libre de las partículas gruesas y la materia extraña.

Drenar el agua de la resina, añadir el HCl 1 N, mezclar y dejar actuar el HCl por lo menos 48 horas.

5.3 Preparación de la columna

Colocar una cama de lana de vidrio en el fondo de la columna previamente humedecido con agua.

Hacer una mezcla de partes iguales de resina y de solución de HCl 1 N; llenar la columna con esta mezcla, dejar decantar y drenar el líquido; tan pronto como se haya asentado la resina.

Agregar más mezcla de resina y ácido hasta que la capa de esta mezcla quede a nivel con la reducción en la junta esmerilada, en la parte superior de la columna. (véase figura No.1).

Tener cuidado de que la lana de vidrio no forme canales capilares en el fondo de la columna.

Cuidar de que el nivel del líquido en la columna quede arriba del nivel de la resina y que no se atrape aire en la cama de resina.

Colocar una cama de lana de vidrio en la parte superior de la resina previamente humedecida con agua. Decantar y asentar firmemente el tubo de salida.

Conectar los dispositivos de suministro y desague.

Lavar la columna con la solución de HCl 1 N, en contracorriente.

Continuar el lavado hasta que el líquido que sale no haga espuma al agitarlo y esté libre de cualquier olor diferente del olor de HCl.

Finalmente lavar la columna con 200cm<sup>3</sup> de agua en contracorriente.

#### 5.4 Regeneración de la columna

Después del análisis de cada muestra y antes de comenzar el siguiente, se invierte el flujo de la columna con 250cm<sup>3</sup> de la solución de HCl 1 N; dejar el ácido actuando en la columna por un mínimo de 12 horas. Esta regeneración se recomienda para evitar la presencia de hongos en la columna debido al eluyente de KCl. Se completa la regeneración con un lavado, a contracorriente de 200cm<sup>3</sup> de agua.

#### 5.5 Calibración de la columna

Tomar  $1 \pm 0.05$ g de tripolifosfato de sodio, véase 3.2, colocar esta sal en un matraz volumétrico de 1 litro y disolverlo con agua y completar el volumen. Mezclar hasta disolución total.

Recibir en los matraces de 50cm<sup>3</sup> fracciones de 50cm<sup>3</sup> numerándolos en orden consecutivo del 1 al 20.

Las especies de fosfato se distribuyen como sigue:

Ortofosfato	Fracciones	1 al 5
Pirofosfato	Fracciones	6 al 10
Tripolifosfato	Fracciones	11 al 15
Trimetafosfato	Fracciones	16 al 20

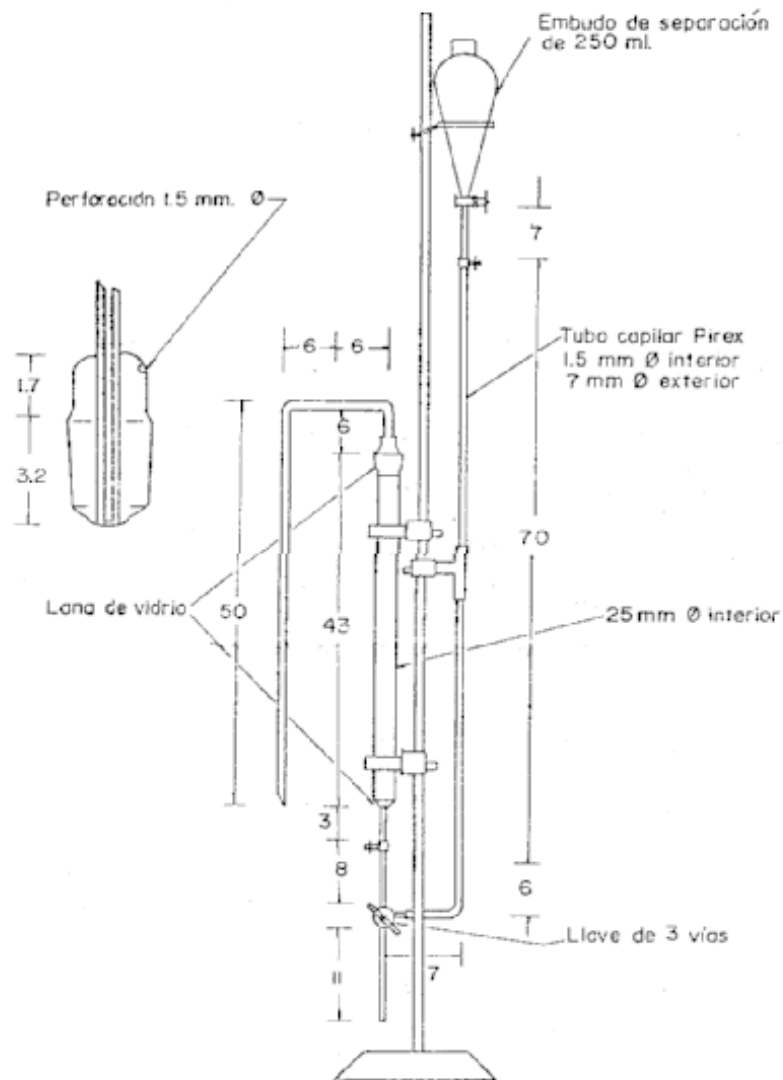


FIGURA 1 APARATO CROMATOGRAFICO A CONTRACORRIENTE



Cada fracción se obtiene del modo siguiente:

Transferir con una pipeta  $20\text{cm}^3$  de la solución de calibración en el embudo de separación, con la llave cerrada. Se abre esta llave y se deja que la solución fluya en la columna; ajustar este flujo de 4 a  $6\text{cm}^3$  por minuto. Cuando el embudo de separación se haya vaciado, se cierra la llave. Colocar un matraz de  $50\text{cm}^3$  en la salida superior de la columna y recibir la solución que fluya de ésta. Enjuagar el embudo de separación con  $25\text{cm}^3$  de eluyente A y drenarlo a la velocidad especificada. Tan pronto como se vacíe el embudo cerrar la llave y adicionar  $25\text{cm}^3$  del eluyente A y se recogen los  $50\text{cm}^3$  de eluado y el matraz se marca como fracción  $A_1$ , se repite esta operación con el eluyente A hasta completar las 5 fracciones de  $A_1$  hasta  $A_5$ .

Para la obtención de las fracciones de  $B_6$  a  $B_{10}$ , de  $C_{11}$  a  $C_{15}$  y de  $D_{16}$  a  $D_{20}$  se repite la operación anterior, marcando cada fracción con la letra y su índice correspondiente.

#### 5.6 Separación cromatográfica de las especies de fosfatos en la muestra.

Transferir con una pipeta  $20\text{cm}^3$  de la solución problema en el embudo de separación con la llave cerrada. Abrir la llave, dejar que la solución fluya a través de la columna; ajustar este flujo de 4 a  $6\text{cm}^3$  por minuto. Cerrar la llave del embudo de separación cuando se vacíe. Colocar un matraz de  $250\text{cm}^3$  en la salida superior de la columna. Enjuagar el embudo de separación con  $25\text{cm}^3$  del eluyente A y dejarlo drenar a la velocidad especificada. Cerrar la llave del embudo tan pronto como se vacíe y se adicionan  $225\text{cm}^3$  del eluyente A y recoger los  $250\text{cm}^3$  del eluado y marcarlo como fracción A.

Se repite esta operación con el eluyente B, C y D y en los matraces de  $250\text{cm}^3$  se recogen los eluados y se marcan con la letra respectiva.

#### 5.7 Determinación espectrofotométrica del contenido de $\text{P}_2\text{O}_5$ en los matraces numerados del 1 al 20

Transferir con una pipeta  $10.0\text{cm}^3$  de cada una de las 20 fracciones obtenidas en la calibración de la columna y pasarlos a sendos matraces volumétricos de  $250\text{cm}^3$ ; Agregar  $5\text{cm}^3$  de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 5 N y agitar hasta mezcla completa. Llevar los matraces con las fracciones obtenidas al baño de agua (4.11) equipado con los sujetadores para los matraces (4.12) durante media hora. Sacar los matraces del baño, dejar enfriar hasta temperatura ambiente y agregar a cada uno, con una pipeta,  $2.0\text{cm}^3$  de solución de milidato de amonio; agitar para mezclar bien. Agregar con una pipeta,  $2\text{cm}^3$  de solución de hidrazina y agitar para mezclar bien. Se regresan los matraces al baño de agua (4.11 y 4.12) y se dejan 30 minutos. Pasado este tiempo se enfrían a la temperatura ambiente. Para acelerar el enfriamiento se puede emplear un baño de hielo y al final se deben dejar unos 10 minutos sobre la mesa para que alcancen la temperatura ambiente. Completar el volumen de cada matraz con agua, dejar reposar otros 15 minutos. Poner en celdas del espectrofotómetro las soluciones de cada matraz; éstas deben tener una diferenciación para localizar las muestras. Ajustar el espectrofotómetro a una longitud de onda de  $660\text{nm}$ ; Se pone en cero el aparato con una solución que no contenga  $\text{P}_2\text{O}_5$ ; a la cual se le ha tratado como a las muestras, se lee la

absorbancia de cada solución tanto del blanco como de las soluciones y hacer las anotaciones correspondientes.

Se debe tener especial cuidado que no haya burbujas de aire en las celdas con las soluciones.

### 5.8 Curva de calibración

Una vez determinadas las absorbancias de cada una de las 20 fracciones se hacen curvas de calibración para cada especie de fosfatos del modo siguiente:

Es un sistema de ejes coordenados en el que las ordenadas sean las absorbancias y las abscisas los microgramos de  $P_2O_5$ , se grafican los valores que corresponden a las cuatro especies de fosfatos del producto de referencia (ver 3.2).

Este mismo procedimiento debe seguirse para la determinación cromatográfica de  $P_2O_5$  contenido en los matraces A, B, C y D en el inciso 5.6. La cantidad de muestra debe ser la misma que se tomó para la curva de calibración.

5.9 Se recomienda verificar el contenido total de  $P_2O_5$  en la muestra con el fin de comprobar la exactitud de las determinaciones cromatográficas. Esta verificación puede hacerse por los métodos colorimétricos, de dos puntos y el método de Quimociac que se describe en Apéndice A.

## 6 CALCULOS

6.1 Calcular el factor F por medio de la fórmula siguiente:

$$F = \frac{\mu\text{g de } P_2O_5}{A}$$

Donde:

A = Es la absorbancia en la curva de calibración para 100  $\mu$  g de  $P_2O_5$ .

6.2 Los cálculos para determinar la composición del tripolifosfato de sodio en sus varias especies se hacen empleando las fórmulas siguientes:

fórmulas generales:

$$\mu\text{g P}_2\text{O}_5 = A_o F$$

$$\% \text{P}_2\text{O}_5 = \frac{(\mu\text{g P}_2\text{O}_5) V_2/A_2 \cdot 10^{-4}}{M \frac{A_1}{V_1}}$$

En las que:

- A<sub>o</sub> = Absorbancia de la muestra.
- F = Factor calculado de la curva de calibración.
- M = Masa de la muestra, en g.
- V<sub>1</sub> = Volumen de la solución de la muestra o del patrón.
- A<sub>1</sub> = Alícuota de la solución de la muestra o del patrón.
- V<sub>2</sub> = Volumen de la fracción eluída.
- A<sub>2</sub> = Alícuota de la fracción eluída.

Estas fórmulas se aplican para cada una de las fracciones A, B, C y D obtenidas según el inciso 5.6 y para convertir el contenido de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> a las especies de fosfatos se emplean las conversiones siguientes:

Fracción A	% Na <sub>2</sub> H PO <sub>4</sub>	= 2,000 (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
Fracción B	% Na <sub>4</sub> P <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	= 1,873 (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
Fracción C	% Na <sub>5</sub> P <sub>3</sub> O <sub>10</sub>	= 1,727 (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
Fracción D	% Na <sub>3</sub> P <sub>3</sub> O <sub>9</sub>	= 1,437 (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )

## 7 INFORME

Se debe informar la composición porcentual de la muestra por cada una de las especies que contiene.

### APENDICE A

#### A.1 Determinación del contenido de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> por el método de Quimociac

##### A 1.1 Preparación de la solución para el análisis

De la solución preparada de acuerdo con el inciso 5.5, se toman 40cm<sup>3</sup> en un vaso de precipitados de 400cm<sup>3</sup>.

## A 1.2 Materiales y reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado reactivo.

Reactivo Quimociac.

Disolver 70g de molibdato de sodio dihidratado en 150cm<sup>3</sup> de agua destilada.

Disolver 60g de ácido cítrico en una mezcla de 85cm<sup>3</sup> de HNO<sub>3</sub> concentrado y 150cm<sup>3</sup> de agua y enfriar la solución. Se mezclan estas dos soluciones sin dejar de agitar.

Disolver 35g de quinolina sintética en una mezcla de 35cm<sup>3</sup> de HNO<sub>3</sub> y 100cm<sup>3</sup> de agua, agitando constantemente.

Mezclar las soluciones unidas de molibdato y cítrico con esta última, lentamente y dejar reposar por 24 horas. Después de haber dejado reposar la solución final se filtra y al filtrado se le agregan 200cm<sup>3</sup> de acetona y se completa el volumen a 1000cm<sup>3</sup> con agua. Mezclar perfectamente y guardar en frasco de polietileno. Rotular como reactivo Quimociac.

## A1.3 Aparatos y equipo

Estufa de circulación forzada capaz de mantener una temperatura de 473 - 483K (200 – 210°C).

### A.1.4 Determinación de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> total

Al vaso que contiene los 40cm<sup>3</sup> de la solución de la muestra agregue 100cm<sup>3</sup> de H<sub>2</sub>O y 25cm<sup>3</sup> de HNO<sub>3</sub> concentrado y hervir 10 minutos en una parrilla, enfriar y aforar a 500cm<sup>3</sup> con agua destilada mezclando perfectamente.

A 1.4.1 De la solución de la muestra aforada a 500cm<sup>3</sup> tomar una alícuota de 20cm<sup>3</sup> medida con pipeta o bureta en un vaso de precipitados de 400cm<sup>3</sup> y diluir con 100cm<sup>3</sup> de agua.

NOTA: La alícuota debe contener no más de 25mg de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

A 1.4.2 Calentar el vaso de precipitados en una parrilla hasta que se inicie la ebullición y mientras está hirviendo, agregar con una pipeta 50cm<sup>3</sup> de reactivo "Quimociac". La pipeta se usa con objeto de que la adición sea a una velocidad constante no con el objeto de agregar una cantidad exacta de reactivo.

A .1.4.3 Una vez agregado el reactivo, cubrir el vaso con un vidrio de reloj y hervir por espacio de un minuto. Una vez transcurrida la ebullición, enfriar a temperatura ambiente en un baño de agua fría mezclando ocasionalmente mientras se enfría.

A.1.4.4 Filtrar a través de un crisol de Shoot previamente tarado, limpio y secado a 473 - 483K (200 – 210°C) y lavar el precipitado 5 veces con agua destilada.

A.1.4.5 Secar en la estufa a 473 – 483K (200 – 210°C) por 20 minutos enfriar en un desecador hasta masa constante y pesar en la balanza analítica.

A.1.4.6 Cálculos

$$P_2O_5 \% = \frac{\text{masa del precipitado} \times 0.032074 \times 100}{M}$$

M = Masa de la muestra en la alícuota tomada para el análisis.

La cantidad de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> en el patrón y en la muestra debe coincidir en los décimos de 1%. En caso contrario investigar y corregir los errores en que se haya incurrido. También debe haber coincidencia en el contenido de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> determinado por el método cromatográfico y por los métodos de verificación recomendados.

## 8 BIBLIOGRAFIA

Analytical procedures - Phosphate species.- Procter & Gamble de México, S.A.1982.

Ensayo de tripolifosfato de sodio por cromatografía Ionica.- Industrias Resistol, S.A. 1982.

Procedimiento Estandar de Análisis 23 PEA - 22 - 2B, 1974.

## 9 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

No existe Norma Internacional sobre este tema.

Naucalpan de Juárez, Edo. De México. , Noviembre 7, 1983

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.



LIC. HECTOR VICENTE BAYARDO MORENO.

Fecha de aprobación y publicación: Noviembre 14, 1983