



**SECRETARIA DE COMERCIO**

**Y**

**FOMENTO INDUSTRIAL**

**NORMA MEXICANA**

**NMX-K-486-1986**

**PRODUCTOS PARA EL ASEO - TRIPOLIFOSFATO DE SODIO**

*PRODUCTS FOR CLEANING - SODIUM TRIPOLIPHOSPHATE*

**DIRECCION GENERAL DE NORMAS**

## PREFACIO

En la elaboración de esta Norma participaron las Empresas siguientes:

- PROCTER AND GAMBLE DE MEXICO, S.A.
- CATALIZADORA INDUSTRIAL, S.A.
- POLIFOS, S.A.
- INDUSTRIAS QUIMICAS DE MEXICO, S.A.
- RESISTOL, S.A.
- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE  
TRANSFORMACION.- Departamento de Normas.

## INDICE

### Capítulo

1. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION
2. REFERENCIAS
3. DEFINICIONES
4. CLASIFICACION
5. ESPECIFICACIONES
6. MUESTREO
7. METODOS DE PRUEBA
8. MARCADO Y ENVASE
9. BIBLIOGRAFIA
10. CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

PRODUCTOS PARA EL ASEO - TRIPOLIFOSFATO DE SODIO

PRODUCTS FOR CLEANING - SODIUM TRIPOLIPHOSPHATE

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Oficial Mexicana especifica las características del tripolifosfato de sodio empleado como materia prima para la formulación de detergentes.

2 REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con las siguientes Normas Oficiales Mexicanas en vigor:

NOM-B-231 Industria siderúrgica.- Cribas de laboratorio para clasificación de materiales granulares- Especificaciones.

NOM-K-031 Sulfato neutro de sodio.

NOM-K-276 Método de prueba para la determinación del material insoluble en agua, en silicatos de sodio o potasio.

NOM-K-368 Muestreo para materiales pulverulentos o granulados.

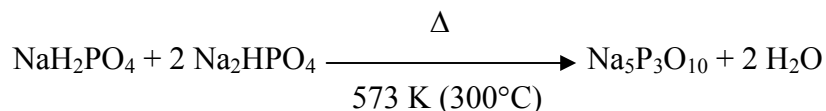
NOM-K-473 Productos para el aseo-Tripolifosfato de sodio - Determinación del contenido de fase I y II.

NOM-P-026 Determinación de pérdida por calcinación.

NOM-Q-031 Detergentes domésticos-Determinación del contenido de fosfato expresados como P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

3 DEFINICIONES

3.1 Tripolifosfato de sodio, Na<sub>5</sub>P<sub>3</sub>O<sub>10</sub>. Es la sal de sodio de uno de los ácidos del fósforo que resulta de la deshidratación por el calor, de una mezcla de fosfato mono y disódico, según la reacción química:



Esta sal se presenta en dos formas, una fácil y otra difícilmente hidratable.

### 3.2 Velocidad de hidratación

La velocidad de hidratación es una característica de cada una de las formas; es el cambio de temperatura por unidad de tiempo de una suspensión de tripolifosfato de sodio en glicerina, durante la hidratación de la misma.

## 4 CLASIFICACION

El tripolifosfato de sodio que comprende esta Norma incluye dos tipos con dos subtipos cada uno y un solo grado de calidad.

		Subtipos
Tipo 1	Polvo	(a) Tripolifosfato prehumedecido (b) Tripolifosfato sin prehumedecer (anhidro)
Tipo 2	Granulado	

## 5 ESPECIFICACIONES

5.1 El tripolifosfato que comprende esta Norma debe cumplir con las especificaciones siguientes:

TABLA 1.- (a) Tripolifosfato prehumectado

Especificaciones	Mínimo	Máximo	Método de Prueba
Pureza en (%)	92	--	Por diferencia
Pérdidas por ignición a 773 K (500°C) en (%)	--	0.6	NMX-P-026
Volátiles a 378 K (105°C) en (%)	0.3	0.5	NMX-P-026
Nota 1: Tomar lectura en el primer paso de pérdidas por ignición.			
Insoluble en agua en (%)	--	(* 0.25 (**) 1.5	NMX-K-276
Temperatura de hidratación (1) ROH <sub>1</sub> en K (°C)	(83) 356	--	NMX-K-473
ROH <sub>2</sub> en K (°C)	(90) 363	--	NMX-K-473
Volátiles a 423 K (150°C) en (%)	--	0.5	inciso 7.3
contenido de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> en (%)	56	58	NMX-Q-031 ó inciso 7.9
Impurezas			
Metafosfato de sodio en (%)	--	2.0	NMX-Q-031
Pirofosfato de sodio en (%)	4.0	5.0	NMX-Q-031
ortofosfato de sodio en (%)	0.0	2.0	NMX-Q-031
Sulfato de sodio en (%)	0.0	2.0	NMX-K-031
Arsénico (ppm)	--	50	inciso 7.8
Fierro (ppm) como Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	--	50	inciso 7.6
Contenido de forma 1 en (%)	0.0	10	NMX-K-473
pH en solución al 1 (%)	9.2	10.0	inciso 7.4
Granulometría:	Sobre criba M 0.5 (Malla 35), máximo 2% a través de criba M 0.150 (Malla 100), mínimo 80% sobre criba F 0.075 (Malla 200), 0% a través de criba F 0.053 (Malla 270), mínimo 45%.		
Para tripolifosfato Tipo 2	Sobre criba M 0.850 (Malla 20), máximo 1% a través de criba M 0.150 (Malla 100), máximo 10 %		
Color: Blanco			
Olor: Inodoro			

(\*) Para proceso a partir de ácido fosfónico.

(\*\*) Para proceso a partir de roca fosfórica.

(1) Se realiza una lectura que es (ROH<sub>1</sub>) después de un minuto; se realiza una segunda lectura después de 5 min, que es (ROH<sub>2</sub>). La diferencia de ROH<sub>2</sub>-ROH<sub>1</sub> debe ser mayor o igual a 2 K (25°C).

TABLA 1 (B) Tripolifosfato sin prehumectar (anhidro)

ESPECIFICACIONES	Mínimo	Máximo	Método de Prueba
Pureza en (%)	92	--	Por diferencia
Pérdidas por ignición a 773 K (500°C) en (%)	---	0.6	NMX-P-026
Volátiles a 378 K(105°C) en (%)	0.3	0.5	NMX-P-026
Nota 2: Tomar la lectura en el primer paso de pérdidas por ignición.			
Insoluble en agua en (%)	--	(*) 0.25 (**) 1.5	NMX-K-276
Volátiles a 423 K (150°C) en (%)	--	0.5	inciso 7.3
Contenido de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> en %	56	58	NMX-Q-031 alternativo 7.
<b>Impurezas</b>			
Metafosfato de sodio en (%)	--	2.0	NMX-Q-031
Pirofosfato de sodio en (%)	4.0	5.0	NMX-Q-031
ortofosfato de sodio en (%)	0.0	2.0	NMX-Q-031
sulfato de sodio en (%)	0.0	(*) 2.0 (**) 2.5	NMX-K-031
Arsénico en ppm.	--	50	inciso 7.8
Hierro en ppm.	--	150	inciso 7.6
contenido de forma 1 en (%)	10	12	NMX-K-473
pH en solución al 1 (%)	9.2	10.0	inciso 7.4
granulometría:	sobre criba M 0.5 (Malla 35), máximo 2 % a través de criba M 0.150 (Malla 100), mínimo 80% sobre criba F 0.075 (Malla 200), 0% a través de criba F 0.053 (Malla 270), mínimo 45%.		
Para tripolifosfato Tipo 2	Sobre criba M 0.850 (Malla 20), máximo 1% a través de criba M 0.150 (Malla 100), máximo 10%.		
Color: Blanco			
Olor: Inodoro			

(\*) Para proceso a partir de ácido fosfórico.

(\*\*) Para proceso a partir de roca fosfórica.

## 6 MUESTREO

Las muestras para efectuar las pruebas correspondientes a las especificaciones, se deben de tomar de común acuerdo entre el vendedor y el comprador; en caso contrario se recomienda emplear el procedimiento que se indica en la NOM-K-368, (véase capítulo 2, Referencias).

## 7 METODOS DE PRUEBA

Los métodos de prueba para verificar las especificaciones de los tripolifosfatos de sodio, se indican en el capítulo 2, Referencias y en los siguientes:

Nota 3: Los reactivos utilizados en los métodos de prueba deben ser de grado analítico.

### 7.1 Determinación de la pureza

Esta evaluación se hace determinando las impurezas, evaluadas éstas; la pureza se determina por diferencia, con la siguiente ecuación:

$$\% \text{ de pureza} = 100 - \text{impurezas.}$$

### 7.2 Pérdidas por ignición

#### 7.2.1 Procedimiento

Colocar una masa de aproximadamente 1.0 g ó 5.0 g de fosfato anhidro cristalino en un crisol de platino o porcelana llevado previamente a masa constante. La masa de la muestra debe determinarse con una aproximación de  $\pm 0.0002$  g. Calentar el crisol hasta 378 K (105°C) por dos horas, dejar enfriar en un desecador y pesar., después colocarlo en una mufla fría, elevar la temperatura de 723 a 773 K (450 a 500°C) verificándola con un pirómetro.

La muestra no debe fundirse. Calentar hasta mantener una masa constante, enfriando antes de determinar la masa de la muestra en un desecador conteniendo anhídrita.

#### 7.2.2 Cálculos

$$\% \text{ P.i} = \frac{M_1 - M_2}{M_0} \times 100$$

En donde:

P.i = Pérdida por ignición, en porcentaje.



$M_0$  = Masa de la muestra, en gramos.

$M_1$  = Masa del crisol con muestra seca, en gramos.

$M_2$  = Masa del crisol con residuo, en gramos.

### 7.3 Determinación de volátiles a 423 K (150°C)

#### 7.3.1 Equipo

Estufa capaz de mantener una temperatura de  $423 \pm 2$  K ( $150 \pm 2^\circ\text{C}$ ).

Plato de vidrio: El plato debe ser poco profundo de aproximadamente 4 cm, y de 6 a 7 cm de diámetro.

Desecador: Conteniendo desecante activo.

Balanza analítica.

#### 7.3.2 Procedimiento

Determinar la masa de una muestra de alrededor de 5 g con aproximación de 0.01 g, para fosfato granular o de 0.001 g de fosfato en polvo, extender la muestra cuidadosamente hasta cerca del borde del plato; secar en la estufa a 378 K (105°C) por 3 h. Enfriar en un desecador y determinar su masa.

Anotar las pérdidas en masa con aproximación de 0.01 g para fosfato granular o de 0.001 g para fosfato en polvo.

#### 7.3.3 Cálculos

$$\% \text{ de humedad} = \frac{\text{(Pérdida de masa en g)}}{\text{Masa de la muestra en g}} \times 100$$

Reportar con aproximación de 0.1 % para granular y 0.01 % para polvo.

### 7.4 Método electrométrico para la determinación de pH

#### 7.4.1 Principio

Un electrodo de medición (vidrio) y un electrodo de referencia (Calomel) son sumergidos en una solución muestra a una temperatura; la diferencia de potencial generado es

directamente proporcional al pH y es medida con un potenciómetro, leyendo directamente en su escala.

El pH es proporcional al  $\log(1/H^+)$ , donde el  $H^+$  es la concentración del ion hidrógeno:

pH - 7.0, indica neutralidad.

pH - mayor de 7.0, indica alcalinidad

pH - menor de 7.0, indica acidez

#### 7.4.2 Reactivos

7.4.2.1 Agua destilada, neutra y libre de  $CO_2$  la cual se obtiene ya sea hirviendo el agua por lo menos 15 min y enfriando rápidamente mientras se pasa una corriente de nitrógeno y aire, libre de  $CO_2$ , o prolongando el paso de los gases anteriores a través de un disco ranurado a temperatura ambiente. El agua destilada se deposita en un matraz que debe tener un tapón de vidrio o hule con un tubo protector de  $CO_2$ , de asbesto sódico (ascarita) o cal sódica.

7.4.2.2 Agua destilada deionizada; neutra y libre de  $CO_2$ , ésta puede ser sustituida por agua destilada libre de  $CO_2$  o neutra con pH de 6.5-7.0 a 298 K (25°C). Remover con una resina, intercambiando iones y protegiendo el agua del  $CO_2$  de la misma manera que se protege el agua destilada para laboratorios.

Nota 4: Se puede utilizar tanto el procedimiento 7.4.2.1 ó 7.4.2.2.

#### Solución Buffer

Utilizada para cubrir la escala de pH, por ejemplo: 4, 7, 9 y 10. La solución Buffer estándar debe tener una exactitud de  $\pm 0.02$  del valor especificado de pH. La solución Buffer con pH igual a 8 y superior, se guarda en recipientes de plástico inertes (por ejemplo: polietileno y poliestireno), o recubiertos de vidrio con material alcalino resistente, por ejemplo cera parafínica o recipientes de vidrio.

#### 7.4.3 Aparatos y equipo

##### 7.4.3.1 Potenciómetro

##### 7.4.3.2 Electrodo

El sistema de electrodos debe ser compatible con el potenciómetro. Por lo tanto se recomienda que los electrodos de vidrio y de referencia así como el termocompensador sean de la misma marca que el potenciómetro.

Electrodo de vidrio.

Los objetivos generales del electrodo de vidrio tipo bulbo con membrana, con elementos internos plata-cloruro de plata, es satisfactorio para las mediciones en los límites de 0-11.

Electrodo de referencia.

Un electrodo de Calomel con una fibra o junta de cerámica es preferible para temperaturas normales. Los electrodos de plata-cloruro de plata son necesarios para mediciones de pH a altas temperaturas.

#### 7.4.3.3 Termocompensador (Opcional)

Es un elemento sensitivo cuyos cambios en la resistencia varían con la temperatura. Puede efectuar correcciones de temperaturas continuas o automáticas durante las mediciones de pH y elimina la necesidad del ajuste manual de la temperatura antes de las lecturas.

7.4.3.4 Matraz Erlenmeyer de 125 y 250 cm<sup>3</sup> con tapón de vidrio.

7.4.3.5 Vaso de precipitados de 250 cm<sup>3</sup>.

7.4.3.6 Agitador mecánico: Manipulado con aire o electrónicamente con regulador de velocidad.

7.4.3.7 Papel absorbente tipo facial o equivalente.

7.4.3.8 Condensador de aire de enfriamiento de 9 mm de diámetro y 75 cm de longitud con conexión 2/40.

#### 7.4.4 Procedimiento

Colocar el medidor de pH en la solución Buffer. Es recomendable que se lean las instrucciones de operación del fabricante del medidor. Revisar las lecturas hechas de pH de la solución al menos dos veces. Se usan soluciones Buffer para temperaturas ya especificadas, a menos que se emplee el termocompensador.

Ajustar la temperatura de la solución muestra de 298-303 K (25 a 30°C) a menos que se emplee el termocompensador. La solución debe cubrir los extremos de los electrodos. Hacer todas las lecturas en un intervalo de 298-303 K (25-30°C).

Colocar los electrodos en su posición y comenzar a agitar; evitar la incorporación de aire.

Conectar el medidor en la función de "lectura" y continuar agitando suavemente por un minuto antes de tomar la lectura de pH. Evitar errores de paralaje, haciendo coincidir la aguja con la imagen de la misma en el espejo.

Después de la determinación de pH se lavan los electrodos con agua destilada hasta que estén limpios de la solución: secar el exceso de agua con papel absorbente limpio. No frote los electrodos con el papel absorbente.

Colocar el electrodo de vidrio en una solución Buffer pH-4 y el electrodo de referencia en una solución saturada de KCl hasta su próximo uso.

## 7.5 Velocidad de hidratación

### 7.5.1 Principio

El cambio de temperatura generado como resultado de la adición de tripolifosfato de sodio a una solución de sulfato de sodio y agua, puede ser graficado con respecto al tiempo. La forma e inclinación de la curva resultante se relaciona con el efecto del tripolifosfato de sodio en el procesamiento de gránulos sintéticos. El ensaye de la velocidad de hidratación es usada para evaluar el tripolifosfato de sodio.

### 7.5.2 Aparatos y equipo

7.5.2.1 Registrador de Milivolts, con carta de 30 cm aproximadamente. Los artículos siguientes (a, b, y c) son equipos auxiliares para el registrador:

- a) Carta de papel para registrador de 250 mm con cero a la derecha.
- b) Interruptor de 7 pasos. Instalando en lugar de la conexión.
- c) Motor para manejo de carta. Velocidad de 1.5 cm/min aproximadamente.

7.5.2.2 Resistencia térmica para suministro de energía

7.5.2.3 Sonda para resistencia térmica

7.5.2.4 Botella de vacío: De medio litro con boca ancha

7.5.2.5 Propela: Con 3 hojas de acero inoxidable de 5 cm de diámetro

7.5.2.6 Agitador: Con eje y propela

7.5.2.7 Tapón de hule para botella de vacío. Con diámetro de 12.5 cm y 0.35 cm de espesor con agujero en el centro de 1 cm aproximadamente para colocar el eje del agitador y un pequeño orificio de 2.5 cm a un lado del centro para colocar la resistencia térmica.

7.5.2.8 Tacómetro: Cualquier tipo que pueda hacer mediciones de velocidad de 900 rpm

7.5.2.9 Termómetro: De 343-373 K (70 a 100°C) con divisiones de 0.1 K

7.5.2.10 Embudo para agregar materiales secos

7.5.2.11 Anillo estándar y tornillos (los necesarios)

7.5.2.12 Control de velocidad para agitador

7.5.2.13 Termómetro digital (Equipo Opcional)

7.5.3 Reactivos

Agua destilada (normal para laboratorio).

Sulfato de sodio anhidro.

Nota: La temperatura del cuarto y la muestra debe estar entre 295-302 K (22-29°C)

7.5.4 Preparación del aparato

Insertar el eje de la propela a través del orificio central en el tapón de hule y en el mezclador. Insertar la sonda de la resistencia térmica a través de la pequeña abertura en el tapón de hule. La posición de la propela estará centrada en la botella de vacío de 0.35 a 0.7 cm de la boca de la botella. La posición de la resistencia será tal que estará sobre la propela 0.3 cm y sobre la periferia de la hoja. Cuando la botella de vacío está en posición, el tapón de hule se coloca en la parte superior de la botella. Marcar la posición del tornillo y colocar en la botella de vacío que puede ser fácilmente retornado al mismo lugar.

7.5.5 Calibración

Registrador - Resistencia térmica

Conectar a la corriente y colocar la velocidad de la carta a 1.5 cm por un minuto. Permitir que el registrador se caliente por 5 min. Después de esto colocar el graficador en la lectura de 50 de la carta y ajustar a cero. Colocar la resistencia térmica en la posición de calibración y ajustar con el botón para hacer que en el registrador se lea 50. Pasar el interruptor de resistencia a la posición "espacio" y ajustar con el botón para calibrar y se lea 150.

Continuar este ajuste de calibración hasta que el interruptor de las posiciones de "calibración" se lean 150 y 50 respectivamente. En esta calibración de la resistencia, 50 corresponden a 353 K (80°C) y 150 corresponde a 363 K (90°C). Cada 10 divisiones en la carta es igual a 1K (1°C). Revisar la calibración antes de comenzar.

Registrador de temperatura contra termómetro

Al menos una vez por semana se debe revisar el registrador de temperatura comparándolo con un termómetro.

Reemplazar la botella de vacío por un vaso de precipitado de un litro y colocar un mechero debajo del vaso como una fuente de calor, llenar el vaso de 2/3 a 3/4 con agua. La posición del termómetro debe ser hasta el nivel indicado y la posición de la resistencia térmica sólo debe ser sumergida una pequeña parte del extremo hasta la mitad del nivel del bulbo. Colocar el mezclador listo para agitar el agua, ajustar y agitar con fuerza evitando adicionar aire al agua, pasar el botón a la posición "lectura" y liberar el graficador. Ajustar el mechero hasta que la temperatura del agua aumente aproximadamente a 0.5 K/min (0.5°C/min). Para 353 K (80°C) verificar la lectura del termómetro y cada grado hasta llegar a 363 K (90°C), jalar el registrador de papel hasta la línea horizontal que ha sido registrada. Para 363 K (90°C) apagar el mechero y permitir que baje la temperatura, marcar los 363 K (90°C) y cada grado hasta llegar a 353 K (80°C).

Las lecturas corregidas del termómetro deben coincidir con las lecturas del registrador de la resistencia térmica dentro de 0.1 K (0.1°C) para todos los puntos entre 353-363-353 K (80-90-80°C). Si los puntos no coinciden, el termómetro tendrá una falla en la columna de mercurio o la batería de la resistencia térmica necesitará que se reemplace.

#### Velocidad del agitador

Ajustar la velocidad del agitador a  $900 \pm 15$  rpm con el matraz de vacío en su lugar y sin muestra. Revisar la calibración del agitador antes de cada corrida.

#### 7.5.6 Procedimiento

Pesar  $50 \pm 0.1$  g de sulfato de sodio anhidro.

Calentar la botella de vacío y 250 cm<sup>3</sup> de agua destilada colocados en un cilindro hasta ebullición. Medir 200 cm<sup>3</sup> calentando el agua destilada en el cilindro. Verter en la botella de vacío. Conectar a la resistencia térmica en la posición "lectura". Liberar el registrador y girar el botón hasta "registro".

Transferir el sulfato de sodio y agregar rápidamente a la botella de vacío mientras la temperatura del agua está alrededor de 356 K (83°C).

Tomar  $150 \pm 0.5$  g de la muestra a ensayar e introducirla. Cuando el registrador intercepte la línea 50 en la carta 353 K (80°C) agregar la muestra al matraz de vacío tan rápido como sea posible. La adición de la muestra debe ser hecha en 5 segundos o menos.

Revisar y ajustar el tapón de hule del matraz para dar un flujo rápido. El agitador no debe ser más grande en aproximadamente 0.15 cm. Ajustar el agitador y la sonda. Permitir que el registrador corra por lo menos 5 min después de la adición de la muestra. La curva generada es la curva de velocidad de hidratación para esta muestra. Determinar la temperatura hasta cerca de 0.1 K (0.1°C) para un minuto y a intervalos de 5 min desde la hora de la adición de la muestra.

## 7.6 Determinación de fierro como $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , usando ortofenantrolina.

### 7.6.1 Principio

Los reactivos ferrosos con ortofenantrolina dan un complejo coloreado con una absorción máxima de 510 nm. El fierro total se determina actualmente de cualquier compuesto de fierro reducido con hidroxilamina antes de la aparición del color. Una respuesta lineal se obtiene para un nivel aproximado de 250  $\mu\text{g}$  de fierro. La absorción molar del complejo es aproximadamente 10-4. Obtener también una absorbancia del rango de 0.5 para un nivel de 2 ppm usando una muestra de 50  $\text{cm}^3$ , un volumen final de 100  $\text{cm}^3$  y una celda de 2.5 cm para la lectura del espectrofotometro.

El cloruro de sodio no interfiere con la reacción colorante y la intensidad del complejo de ortofenantrolina de fierro que es independiente del pH entre 2 y 9.

El cloro en altos niveles ha sido problemático usando el método del tiocianato en antiguos análisis de fierro.

### 7.6.2 Reactivos

Agua destilada (conteniendo menos de 0.02 ppm de fierro).

Sulfato de amonio y fierro.

Hidroxilamina - ácido clorhídrico.

Permanganato de potasio.

Acetato de amonio.

Acido clorhídrico concentrado.

Acido sulfúrico concentrado.

Acido nítrico concentrado.

Ortofenantrolina.

#### 7.6.2.1 Reactivos en solución

7.6.2.1.1 Permanganato de potasio 1.0 N. Disolver  $31.61 \pm 0.05\text{g}$  de  $\text{KMnO}_4$  en un litro de agua destilada y colocar en una botella ámbar por dos semanas. Filtrar en un crisol Gooch, que tenga una capa de asbesto como elemento filtrante y colocar el filtrado en una botella ámbar con tapón de vidrio. Para una solución 0.1 N pesar  $3.16 \pm 0.05 \text{ g}$  y disolver en un litro de agua destilada.

#### 7.6.2.1.2 Solución madre de fierro (1000 ppm)

Preparación. Pesar  $0.7020 \pm 0.0005$  g de  $(\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O})$  en un vidrio de reloj previamente llevado a masa constante; pasar el polvo a un vaso de precipitado de  $100 \text{ cm}^3$  y diluir hasta aproximadamente  $50 \text{ cm}^3$  con agua destilada. Agregar  $20 \text{ cm}^3$  de ácido sulfúrico concentrado, calentar suavemente y agregar con goteo  $\text{KMnO}_4$  0.1 N hasta que todo el fierro se oxide (cuando el color amarillo oscuro cambie a rojo por exceso de  $\text{KMnO}_4$ ).

Transferir a un matraz volumétrico de  $100 \text{ cm}^3$  y aforar con agua destilada.

Puede usarse una solución de referencia con 1000 ppm de fierro para el caso de absorción atómica.

#### 7.6.2.1.3 Solución estándar de fierro, $10 \text{ mg/cm}^3$

Tomar  $10 \text{ cm}^3$  de la solución madre de fierro con 1000 ppm y pasar a un matraz volumétrico de un litro; diluir hasta el aforo con agua destilada.

#### 7.6.2.1.4 Hidroxilamina- ácido clorhídrico, al 10 %

Disolver  $5.00 \pm 0.01$  g de hidroxilamina - ácido clorhídrico, en  $50 \text{ cm}^3$  de agua destilada y pasarla a una botella ámbar ; prepárese dos días antes de su uso.

#### 7.6.2.1.5 Ortofenantrolina, 0.4 % en alcohol al 20%

Disolver  $0.40 \pm 0.01$  g de ortofenantrolina monohidratada en  $20 \text{ cm}^3$  de alcohol 3 A y agregar  $80 \text{ cm}^3$  de agua destilada.

Acetato de amonio 6 N. Disolver  $460.0 \pm 0.1$  g de acetato de amonio en un litro de agua destilada. Filtrar con papel filtro antes de usarse.

### 7.6.3 Aparatos

Espectrofotómetro.

Pipetas.

Tubos separadores de  $125 \text{ cm}^3$ .

Platillo.

Vidrio de reloj.

Celdas espectrofotométricas.



Papel filtro.

#### 7.6.4 Calibración

Construir una curva de calibración (absorbancia contra  $\mu\text{g}$  de Fe) por pipeteo de muestras de 0 a 25  $\text{cm}^3$  de solución estándar de fierro con 10  $\mu\text{g}/\text{cm}^3$  en matraces volumétricos de 100  $\text{cm}^3$  (se recomiendan alícuotas de 0, 5, 10, 20 y 25  $\text{cm}^3$  para cubrir un intervalo de 0 a 25  $\mu\text{g}$ ). A cada matraz se le agregan 2  $\text{cm}^3$  de ácido clorhídrico concentrado y suficiente agua destilada para dar un volumen de 50  $\text{cm}^3$  de solución hidroxilamina - ácido clorhídrico y un  $\text{cm}^3$  de ortofenantrolina como indicador. Diluir hasta cerca de 90  $\text{cm}^3$  de agua destilada y agregar 10  $\text{cm}^3$  de acetato de amonio 6 N. Aforar y mezclar fuertemente, dejar reposar la solución por 15 min (pero no más de 2 h) antes de determinar la absorbancia de la solución en una celda de 2.5 cm a 510 nm.

#### 7.6.5 Cálculos

$$\text{ppm Fe} = \frac{\mu\text{g de fierro en la alícuota analizada}}{\text{g de muestra en la alícuota}}$$

$\text{ppm Fe, como Fe}_2\text{O}_3 = \text{ppm Fe} \times 1.430$

NOTA 6: La aceptabilidad de un lote de agua destilada para usarse en este procedimiento tiene una absorbancia de 0.005 ó menos. Las lecturas son hechas en una celda de 2.5 cm con 510 nm para el agua destilada.

### 7.7 Método de análisis de cribas

#### 7.7.1 Principio

Una muestra aparentemente fina se mezcla y transfiere a un grupo de cribas cuya abertura va en orden descendiente y se agita por medio de un vibrador mecánico por un período de tiempo específico. La cantidad de la muestra que permanece en cada grupo se determina su masa y calcula como un porcentaje de la muestra total.

Este procedimiento es aplicable a materiales secos, granulados, gruesos o finos.

#### 7.7.2 Aparatos

Agitador mecánico o vibrador mecánico (Ro - tap).

Cribas.- Clasificación de acuerdo a las Normas Mexicanas (véase capítulo 2, Referencias).

### 7.7.3 Procedimiento

Se requieren cribas las cuales deben estar acomodadas en el orden correcto, las cribas con las dimensiones más grandes se colocan en la parte superior.

Después de mezclar la muestra, vaciar a un recipiente el material suficiente para la prueba en un vaso de tamaño apropiado y masa conocida. Transferir a la criba superior.

Colocar las cribas acopladas en el agitador o vibrador por el tiempo requerido. Filtrar cuidadosamente el material que permanece en las distintas cribas sobre un vidrio de reloj previamente llevado a masa constante y pesar con precisión.

### 7.7.4 Cálculos

$$\frac{(\text{Masa de residuo en cada criba}) \times 100}{\text{Masa de la muestra}} = \% \text{ de residuo en la criba}$$

Reportar los resultados como se indica en la siguiente tabla:

Criba	No. de malla (ASTM)	% retenido
M 1. 70	12	—
M 0. 850	20	—
M 0. 425	40	—
M 0. 250	60	—
M 0. 180	80	—
F 0. 150	100	—
F 0. 075	200	—
F 0. 053	270	—
F 0. 045	325	—
		100 %

Este método esta diseñado para dar resultados sobre materiales finos.

NOTA 7: Para detergentes sintéticos o jabones en forma granulada, polvo aerosol usar  $100 \pm 0.1$  g de muestra y vibrar por 10 min.

NOTA 8: Para otros materiales, sugerir 50 g de muestra a menos que el material sea ligero y blando, en tal caso puede hacerse una reducción. No usar menos de 25 g.

NOTA 9: Generalmente es suficiente un período de vibración de 10 min; algunos materiales pueden requerir más tiempo. Si esto es requerido, vibrar por 10 min y pesar directamente. Retornar el material pasándolo a la criba respectiva y vibrar por 5 min más. Si más de 1 g de material que ha sido agitado pasa a través de las cribas más finas, repetir este procedimiento hasta que la cantidad retenida en las cribas respectivas permanezca constante (dentro de 1.0 g).

NOTA 10: Cuando se usen cribas más finas de la criba M 0.150 (No. de Malla100), generalmente es necesario filtrar el material a través de la criba con un cepillo suave. Evitar ruptura de partículas por el frotado. (Algunos materiales tales como ácido bórico no pueden pasar a través de las cribas. Se debe frotar con un cepillo suave evitando que las partículas se quiebren).

## 7.8 Determinación de arsénico como $\text{As}_2\text{O}_3$ (ppm)

### 7.8.1 Principio

El arsénico es transformado a arseniuro volátil ( $\text{AsH}_3$ ); las formas del arsénico se colorean de rojo con dietilditiocarbamato de plata. Es aplicable este método para muestras que contengan de 0 a 100 ppm.

### 7.8.2 Aparatos

Espectrofotómetro.

Celdas para Espectrofotómetro.

Algodón absorbente (precaución: no use algodón sintético).

Bureta de 10 y 25  $\text{cm}^3$ .

Matraz volumétrico de 100, 500 y 1000  $\text{cm}^3$ .

Pipetas de 5, 10 y 50  $\text{cm}^3$ .

Matraz dispersante de 10 y 5  $\text{cm}^3$ .

Probeta.

Pinzas.

Baño de agua a 298 K (25°C) con un tubo de soporte exterior.

Vaso de precipitados de 50  $\text{cm}^3$ .

Tubos de ensaye.

### 7.8.3 Aparato generador

Pipeta Pasteur.

Tubo de hule.

Matraz generador.

Tapón de hule con un orificio.

Tubo de vidrio.

Escobilla.

#### 7.8.4 Reactivos

Sílice.

Trióxido de arsénico.

Yoduro de potasio.

Cloruro estañoso.

Zinc metálico.

Hidróxido de sodio granular.

Acido clorhídrico concentrado.

Dietilditiocarbamato de plata (Ddte de plata).

Piridina.

Acetato de plomo.

Agua deionizada.

#### 7.8.5 Preparación de las soluciones

Yoduro de potasio al 15%: Determinar la masa de 15 g de KI pasar a un matraz volumétrico de 100 cm<sup>3</sup> y aforar con agua deionizada.

Acetato de plomo al 10%: Determinar la masa de 10 g de acetato de plomo pasar a un matraz volumétrico de 100 cm<sup>3</sup> y aforar con agua deionizada.

Cloruro estañoso: Determinar la masa de 40 g de cloruro estañoso; agregar 100 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico concentrado y agitar hasta disolver.

Solución absorbente: Disolver 1.0000 ± 0.0002 g de Ddte de plata en 200 cm<sup>3</sup> de piridina. Transferir a una botella ámbar. Cuando exista precipitación en la solución se debe preparar una solución nueva.

### 7.8.6 Preparación de la curva de calibración

Solución valorada 1.

Determinar la masa de 1.326 g de trióxido de arsénico.

Pasar a un matraz volumétrico de 1000 cm<sup>3</sup> con agua deionizada.

Determinar la masa de 4.00 g de hidróxido de sodio granular dentro de un vaso de precipitados de 50 cm<sup>3</sup>. Agregar 10 cm<sup>3</sup> de agua deionizada y disolver.

Transferir la solución contenida en el vaso de precipitados al matraz de 1000 cm<sup>3</sup>.

Aforar hasta 1000 cm<sup>3</sup> y agitar.

Solución valorada 2.

Tomar 5 cm<sup>3</sup> con una pipeta del matraz de 1000 cm<sup>3</sup> y vaciar a un matraz volumétrico de 500 cm<sup>3</sup>.

Aforar a 500 cm<sup>3</sup> y mezclar.

Solución valorada 3 (1 cm<sup>3</sup> = 1 µg As).

Tomar 50 cm<sup>3</sup> con pipeta del matraz de 500 cm<sup>3</sup> y colocarlo en otro matraz volumétrico de 500 cm<sup>3</sup>, aforar y mezclar.

Agregar con una bureta 0, 2, 5, 8 y 10 cm<sup>3</sup> de la solución valorada 3 a una serie de matraces generadores.

Agregar con una probeta agua deionizada hasta completar un volumen de 35 cm<sup>3</sup> a cada matraz generador.

Proceder como sigue en 7.8.7.

### 7.8.7 Preparación de la muestra

Determinar la masa de 1.8 a 2.2 g de muestra y transferir a un matraz generador seco y limpio.

Agregar 35 cm<sup>3</sup> de agua deionizada al matraz generador.

Correr un blanco con cada porción de muestra.

### 7.8.8 Procedimiento

Agregar 10 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico concentrado a cada matraz de la serie y agitar.

Agregar 5 cm<sup>3</sup> de solución de K1 y agitar.

Agregar, agitando, gotas de solución de cloruro estañoso hasta que el color amarillo desaparezca.

Agregar 9 gotas más de solución de cloruro estañoso y agitar.

Dejar reposar durante 15 minutos.

Empacar el tubo limpiador como se muestra en la figura 1 insertando en el una bola de algodón seca; después insertar una segunda bola de algodón humedecida con solución de acetato de plomo y finalmente una tercera bola de algodón seca.

Con una pipeta tome 4 cm<sup>3</sup> de solución de dietilditiocarbamato (Ddtc) de plata y vaciar en el tubo absorbedor.

Agregar de 3 a 4 gotas de antiespumante.

Llenar una cápsula con zinc y sellar la (ver figura 1).

Al final de los 15 min, agregar la cápsula al matraz generador.

Sellar el matraz con el tapón; colóquelo en el baño de agua, insertando el extremo de la pipeta Pasteur dentro del líquido absorbente.

Dejar evolucionar el proceso por 30 minutos.

Quitar el tubo absorbedor; transferir el contenido a un recipiente limpio y seco.

Leer la absorbancia de la muestra a 535 nm contra el blanco.

Prepara una curva de calibración.

Comprobar la curva de calibración con cada matraz de dietilditiocarbamato de plata.

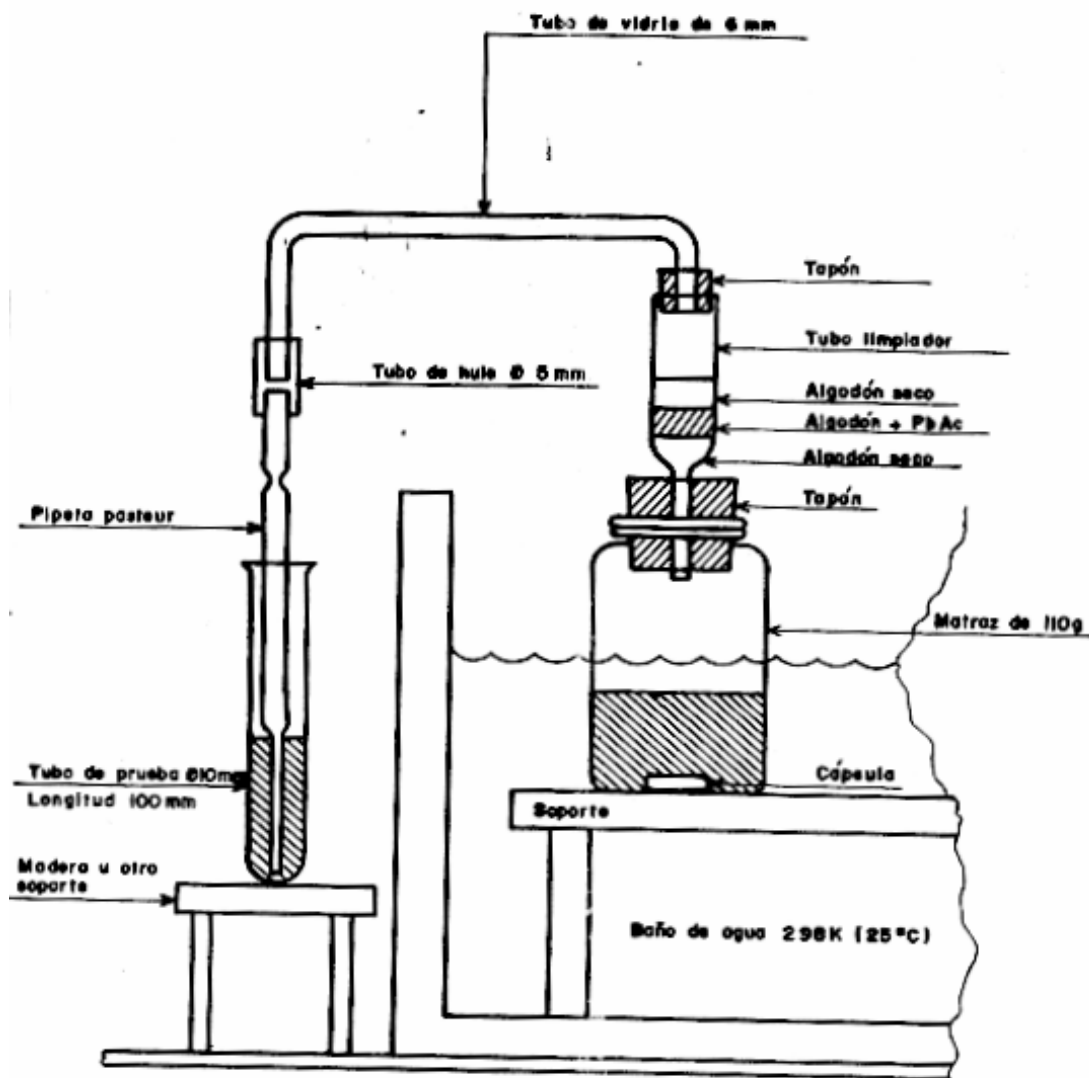
Leer los µg de la muestra en la curva de calibración.

#### 7.8.9 Cálculos

$$\text{ppm As} = \frac{\text{ms As de la curva}}{\text{masa de la muestra}}$$

$$\text{ppm As}_2\text{O}_3 = \text{ppm As} \times 1.32$$

FIGURA 1 APARATO GENERADOR



7.8.10 Precauciones

7.8.10.1 El arsénico utilizado para las soluciones estándar se debe manejar con cuidado

7.8.10.2 Evitar derrames y lavarse las manos inmediatamente después de su uso

7.9 Determinación de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (Método alternativo), véase inciso siguiente

### 7.9.1 Objetivo

Determinar el contenido el pentóxido de fósforo ( $P_2O_5$ ) en muestras de tripolifosfato de sodio (prehumectado o sin prehumectar) utilizando el reactivo "quimociac".

### 7.9.2 Equipo y reactivos

- Matraz volumétrico de 250 cm<sup>3</sup>.
- Probeta graduada de 100 cm<sup>3</sup>.
- Plato caliente.
- Pipeta de 25 cm<sup>3</sup>.
- Vidrio de reloj.
- Agitador de vidrio.
- Crisol gooch.
- Horno que alcance 523 K (250°C).
- Desecador.
- Balanza analítica con precisión de 0.0001 g.
- Acido nítrico.
- Agua destilada.
- Reactivo quimociac.

### 7.9.3 Procedimiento

#### 7.9.3.1 Reactivo "quimociac"

Disolver 70 g de molibdato de sodio dihidratado en 150 cm<sup>3</sup> de agua destilada en un vaso de precipitados de 250 cm<sup>3</sup>.

En un vaso de precipitados de 1000 cm<sup>3</sup> se vierten 150 cm<sup>3</sup> de agua destilada; luego, agregar con lentitud 85 cm<sup>3</sup> de ácido nítrico; después de esto se disuelven 60 g de ácido cítrico. Dejar enfriar.

Gradualmente a esta última solución se le agrega la solución de molibdato con agitación suave (1).



Colocar 100 cm<sup>3</sup> de agua destilada en un vaso de precipitados de 250 cm<sup>3</sup> añadir 35 cm<sup>3</sup> y después 5 cm<sup>3</sup> de quinolina sintética.

Añadir esta solución a la primera (1).

Mezclar la solución y dejar reposar por 24 horas.

Filtrar la solución a través de un embudo buchner con disco filtro de fibra de vidrio en un matraz de 400 cm<sup>3</sup> con vacío.

Vaciar el filtrado a un matraz volumétrico de 100 cm<sup>3</sup>.

Enjuagar el matraz anterior y vaciar al matraz volumétrico.

Añadir 280 cm<sup>3</sup> de acetona al matraz volumétrico.

Aforar y vaciar la solución dentro de una botella de polietileno y tapar.

NOTA 10: El reactivo "quimociac" contiene acetona y es inflamable. Mantener lejos del fuego y de cubiertas que hiervan. Mantener lejos de ácido perclórico humectante.

#### 7.9.3.2 Procedimiento a la muestra

Colocar  $1.0 \pm 0.0001$  g de muestra en un matraz volumétrico de 500 cm<sup>3</sup> y añadir 100 cm<sup>3</sup> de agua destilada y 25 cm<sup>3</sup> de ácido nítrico.

Después de disolver la muestra, hervir la solución por aproximadamente 30 min en un plato caliente (conversión a ortofosfato).

Enfriar la solución y aforar a 500 cm<sup>3</sup>

Después de mezclar la solución pasar 10 cm<sup>3</sup> de la misma pipeta volumétrica a un matraz Erlenmeyer; añadir 100 cm<sup>3</sup> de agua destilada.

Añadir 50 cm<sup>3</sup> de solución "quimociac"

Tapar el matraz con vidrio de reloj y calentar en un plato caliente por 1 min. (Precaución: véase Nota 10).

Enfriar a temperatura ambiente; agitar de vez en vez con agitador de vidrio.

A un crisol gooch se le calcula su masa en estado seco en un balanza analítica con precisión de 0.0001 g usando pinzas para manejarlo.

Filtrar en el crisol gooch toda la solución enfriada, lavar el crisol por 5 veces con 25 cm<sup>3</sup> de agua destilada.

Colocar el crisol con el residuo en un horno a 523 K (250°C) por 30 min, enfriar el crisol en el desecador, utilizar pinzas para manejar el crisol.

Calcular la masa del crisol y el residuo en balanza analítica con la misma precisión anterior.

#### 7.9.4 Cálculos

$$\% \text{P}_2\text{O}_5 = \frac{(M_2 - M_1) 0.032075}{M_0} \times 100$$

En donde:

$M_0$  = Masa de la muestra, en gramos.

$M_1$  = Masa del crisol, en gramos.

$M_2$  = Masa del crisol con residuo, en gramos.

0.032075 = Factor gravimétrico.

## 8 MARCADO Y ENVASE

### 8.1 Mercado

Los envases deben marcarse con los datos siguientes:

- Nombre del producto.
- Nombre del fabricante.
- Contenido neto en kg.
- La Leyenda "HECHO EN MEXICO".

### 8.2 Envase

El tripolifosfato de sodio que comprende esta Norma se envasa en sacos de papel, plástico, de papel y plástico de triple capa, o se agrega a granel en carros tolva.

## 9 BIBLIOGRAFIA

- Velocidad de hidratación Libro VII, Boletín 1.1, No. 52261, febrero 5, 1971.

- Determinación electrométrica del pH. Método 310-012, Boletín 3, noviembre 16, 1979.
- Pérdidas por ignición. Libro VII, Boletín 1.2 No. 52261, enero 15, 1972.
- Determinación de volátiles. Libro VII, Boletín 1.1 No. 52261, febrero 5, 1971.
- Determinación de hierro como  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (ppm) con ortofenantrolina. Libro XII, Boletín 3, No. 1630.0-1641.1, septiembre 8, 1975.
- Determinación de arsénico como  $\text{As}_2\text{O}_3$  (ppm). Libro XII Boletín 1, No. 1573, octubre 14, 1974.
- Análisis de cribas. Método de laboratorio SPI 2255-7, noviembre 8, 1984.

#### 10 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

No se puede establecer concordancia por no existir referencia al momento de la elaboración de la misma.

México, D.F., Julio 15, 1986  
LA DIRECTORA GENERAL DE NORMAS



LIC. CONSUELO SAEZ PUEYO.  
Fecha de aprobación y publicación: Julio 15, 1986  
Esta Norma cancela a la: NOM-K-486-1982