NORMA PARA DETERMINACIÓN DE LA ESTABILIDAD DE LA EMULSIÓN DE CONCENTRADOS EMULSIONABLES

NORMA TÉCNICA OBLIGATORIA NICARAGÜENSE N°. NTON 02-007 98

Publicada en La Gaceta Diario Oficial N°. 191 del 7 de octubre de 1999

La Norma Técnica Nicaragüense 02-007 98 ha sido preparada por el Comité Técnico de Norma de PREPARACIÓN Y PRESENTACIÓN DE NORMAS y en su estudio participaron las siguientes personas:

Esta Norma ha sido aprobada por la Comisión Nacional de Normalización Técnica y Calidad en sesión efectuada el día 19 de Febrero de 1998. A partir de la publicación de esta Norma, la numeración de las Normas Técnicas anteriores quedan anuladas y las subsiguientes deberán continuar con el numeral que inicia con la presente Norma.

1. OBJETO

Esta norma tiene por objeto establecer el método para la determinación de la estabilidad de la emulsión de los plaguicidas y coadyuvantes que se presentan en forma de concentrados emulsionables.

2. DEFINICIONES

2.1 Concentrado Emulsionable. Es una formulación líquida de una sola fase que posee propiedades de formar una emulsión, cuando se mezcla con agua.

2.2 Emulsión. Es el sistema homogéneo formado por la dispersión de pequeños glóbulos de un líquido en otro.

2.3 Grado de Estabilidad de la Emulsión. Es la medida de separación de crema, aceite o agua a intervalos definidos de tiempo.

2.4 Separación de Crema. Es la formación de una zona de aspecto cremoso en la parte superior o en el fondo de la emulsión, y que contiene una mayor proporción de la fase dispersa que el resto de la emulsión.

2.5 Separación de Agua. Es la aparición de una zona visiblemente transparente y generalmente incolora.

2.6 Separación de Aceite. Es la aparición de una parte de producto de aspecto oleoso que tiene lugar cuando la emulsión se rompe parcial o totalmente.

2.7 Agua Normalizada. Agua 342 mg/kg de dureza total como Carbonato de Calcio ($CaCO_3$).

Fuente: http://www.leybook.com/doc/1933

2.8 Agua Desionizada.

2.9 Agua Destilada.

3. MÉTODO

3.1 Este método es aplicable para productos emulsionables con los cuales se hace una dilución en agua 342 mg/kg de dureza total como Carbonato de Calcio ($CaCO_3$) para formar una emulsión.

El método consiste en medir el sedimento o la crema producida al separarse el formulado del agua, de acuerdo con la estabilidad de la emulsión, es decir, en la medida en que la separación del formulado es mayor, la estabilidad de la emulsión es menor, separándose hacia abajo, de acuerdo con la densidad del formulado.

4. MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

4.1 Para la realización de la determinación de la estabilidad de la emulsión de concentrados emulsionables se pueden utilizar los utensilios que se especifican en este Capítulo, los cuales deben estar limpios secos y exentos de olores extraños.

a) Probetas de 100 ml de capacidad, con tapón esmerilado, divisiones de un milímetro, que permita apreciar ±0.50 ml, con diámetro de 3 cm aproximadamente, con una altura de la escala de 0 a 100 ml de 23 cm a 25 cm y con espacio libre por encima de la marca de los 100 ml entre 3 y 5 cm.

b) Pipetas volumétricas de 5 ml

c) Frascos erlenmeyer de 500 ml

d) Matraces volumétricas de 1 L

e) Vaso de precipitados de 1000 ml

f) Medidor de pH

g) Lámpara de luz fluorescente, para leer separaciones

h) Baño maría que regule a 30 ± 1°C

i) Balanza de Laboratorio con sensibilidad de 0.1 mg

j) Agua 342 mg/kg de dureza total expresada como Carbonato de Calcio ($CaCO_3$).

Fuente: http://www.leybook.com/doc/1933

- Carbonato de calcio, con una riqueza no menor del 99%. Calentar durante dos horas a 400°C antes de pesar.

- Oxido de magnesio, con una riqueza no menor de 99%. Secar durante dos horas a 105°C antes de pesar.

- Solución amoniacal, aproximadamente 1 N.

- Ácido clorhídrico, soluciones 0.1 N y 1 N.

- Hidróxido sódico 0.1 N

-Rojo de metilo, al 0.1%

Solución A. Para proceder a la preparación del reactivo agua 342 mg/kg de dureza total como Carbonato de Calcio ($CaCO_3$) se hará de la siguiente forma:

Solución de Ca 0.04M. Pesar cuidadosamente 4.0 g de Carbonato de Calcio ($CaCO_3$) y transferir a un erlenmeyer de 500 ml con un mínimo de agua destilada. Colocar un pequeño embudo de filtración en la boca del frasco y añadir lentamente HCl 1N (82.0 ml medidos con una bureta y agitar el contenido). Cuando se ha disuelto todo el Carbonato de Calcio ($CaCO_3$) diluir aproximadamente a 400 ml con agua destilada y hervir para eliminar el exceso de CO. Enfriar la solución, añadir rojo de metilo (2 gotas) y neutralizar hasta un color naranja intermedio con NH_4 OH 1N (añadir gota a gota). Transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1 litro y aforar con agua destilada. Cuando 1 ml de esta solución se diluye en 1000 ml produce una solución que tiene una dure 4mg/kg expresada como ($CaCO_3$).

Solución B. Solución de Mg 0.04 M. Pesar con exactitud, óxido de magnesio (1.613 g) y transferir a un erlenmeyer con un mínimo de agua destilada, poner un pequeño embudo en la boca de un erlenmeyer y añadir lentamente ácido clorhídrico (82 ml de una solución 1N).

Calentar, lentamente, hasta disolver y cuando todo el óxido de magnesio esté en solución, diluir aproximadamente a 400 ml con agua destilada y hervir para eliminar el dióxido de carbono.

Enfriar, añadir una solución de rojo de metilo (dos gotas) y neutralizar hasta color naranja con la solución amoniacal.

Transferir cuantitativamente a un matraz aforado de 1000 ml enrasar con agua destilada, mezclar y almacenar en un frasco de polietileno 1ml de esta solución, cuando se diluye hasta 1000 ml, da un agua que contiene 4 p.p.m. de dureza, expresada como Carbonato de Calcio.

Fuente: http://www.leybook.com/doc/1933

Preparación: Llevar 68.5 ml de solución A y 17.0 ml de solución B a un vaso de precipitados de 1.000 ml y diluir a 800 ml aproximadamente de agua desionizada. Usando un pH - metro, ajustar la solución a pH. 6 a 7, añadiendo gota a gota hidróxido de sodio 0.1 N. Transferir la solución cuantitativamente a un matraz aforado de 1.000 ml enrasar con agua desionizada.

El pH después del ajuste deberá estar próximo a 6.5 lo que permite cualquier ligera variación durante el almacenamiento. Usar agua desionizada.

5. PROCEDIMIENTO

Para la determinación de las propiedades físicas se deben tener en cuenta el procedimiento del método para la estabilidad y para la espontaneidad.

5.1 Procedimiento del Método para la Estabilidad

Se mezcla un volumen de concentrado emulsionable (5ml) con agua normalizada para llevar a un volumen final de 100 ml de emulsión acuosa. La estabilidad se determina en un Baño María a temperatura constante, el resultado es en términos de la cantidad de aceite libre o crema, los cuales se forman mientras la emulsión se deja reposar sin vibraciones o movimientos mecánicos que modifiquen la estabilidad esperada en lapsos de tiempo de un total de 24 horas en los que se analiza visualmente.

5.2 Procedimiento del Método para la Espontaneidad

5.2.1 En una probeta de 100 ml, se vierten 95 ml de agua 342 mg/kg de dureza como carbonato de calcio ($CaCO_3$) y se coloca en el baño de agua a 30 ±1ºC procurando que se encuentre libre de vibración durante una hora, para que el agua de la probeta tenga la temperatura deseada al momento de iniciar la prueba.

5.2.2 Verter suavemente desde la boca de la probeta, 5 ml de la muestra, sobre la superficie del agua y de tal manera que el flujo caiga sobre el centro del líquido en el tiempo aproximado de 5 segundos, observándose su espontaneidad.

5.2.3 Tapar la probeta, invertirla en ángulo de 180° aproximadamente 10 veces, a fin de agitar convenientemente la emulsión y colocarla de nuevo en el baño de agua a la temperatura anteriormente indicada.

5.2.4 A los 30 y 120 minutos, observar a contraposición de la luz fuerte, si hay separación de crema y aceite y clarificación, y se anotan los volúmenes de crema, aceite y agua. A las 24 horas se invierte la probeta una vez y se deja en descanso en el baño de agua durante otros 30 minutos más y se anota la separación de crema, agua y aceite.

Fuente: http://www.leybook.com/doc/1933

5.2.5 Los análisis se realizarán por duplicado y se calculará el promedio de los resultados.

6. TOLERANCIAS

Para los fines de esta norma se considera la emulsión estable cuando cumple con los siguientes requisitos:

6.1 En lo que se refiere a cremado en reposo en el desarrollo del análisis, los límites son:

6.2 Durante el proceso de análisis (24.5 horas), no debe de presentarse en ningún momento separación de agua.

6.3 Si en cualquiera de los tiempos establecidos el cremado o el aceite sobrepasan los límites señalados, se considera que la emulsión no es estable y que por ello no cumple con la norma de calidad.

7. REFERENCIAS

Para la redacción de esta norma se ha tomado en cuenta las siguientes referencias:

a) Collaboratives International Pesticides Analyitical Council. Cipac Handbock. Heffers Printers Ltd. England, MT-36 y MT-18. Ed 1970.

b) Compendio Legal A Plaguicidas para uso en la Agricultura de Centroamérica y Panamá. Proyecto FAO TCP/RLA/4453, 1995.

c) Instituto Interamericano de Cooperación para la Agricultura (IICA). Manual de Métodos Analíticos de Formulaciones de Plaguicidas. México, D.F.1988

d) Método Oficial de Análisis. Tomo III. Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación, Madrid, 1994.

e) Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación Manual sobre el Empleo de las Especificaciones de la FAO para Productos Destinados a la Protección de las Plantas. Roma, 1971.

Fuente: http://www.leybook.com/doc/1933