

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
1107-85**

**PLAGUICIDAS.
DETERMINACION DEL
CONTENIDO DE AGUA.**

(2^{da.} REVISION)



COVENIN
1107-82

NORMA
VENEZOLANA

PROLOGO

Esta norma sustituye en su totalidad a la Norma Venezolana COVENIN 1107-82 PLAGUICIDAS. DETERMINACION DEL CONTENIDO DE AGUA, la cual ha sido ratificada en todo su ámbito técnico.

PLAGUICIDAS
DETERMINACION DEL
CONTENIDO DE AGUA

(2^a REVISION)



TRAMITE

COMITE TECNICO CT2: PLAGUICIDAS

PRESIDENTE: DR. MAURO FERNANDEZ

VICEPRESIDENTE: DR. CARLOS RODRIGUEZ C.

SECRETARIO: IRMA ZUBILLAGA

SUBCOMITE TECNICO CT2/SCI: ESPECIFICACIONES Y METODOS DE ANALISIS

COORDINADORA: ISABEL TOLEDO

PARTICIPANTES

ENTIDAD

REPRESENTANTES

FENCO

RAMON NOGUERA

PLANTAGRO CAPSA

OLAF FELDEN

AFAQUIMA

ELIO HERNANDEZ

M.S.A.S.

JESUS JIMENEZ
ADA PASEK DE LA CRUZ
KENIA CASTILLO
NANCY RODRIGUEZ

FONAIAP

JESUS SALAZAR

M.A.C.

JOSEFINA BALDIZAN
RUBEN RODRIGUEZ

FUNDACION CIEPE

JOSE A. ROJO

CERAS JOHNSON

OSWALDO GALIAN

FUSAGRI

JOSE A. MUÑOZ

INICA

ANTONIO CABELLU

M.A.R.N.R.

GUSTAVO VERA

U.C.L.A.

BORIS COTUA

U.C.V FAC. VETERINARIA

RAUL SILVESTRI

CIBA GEIGY

MIREYA TALLAVO

BAYER

RAFAEL SALCEDO

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 10-03-82

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 10-12-85

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 988-79 Plaguicidas. Toma y preparación de muestras.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

2.1 Esta norma establece el método para la determinación del contenido de agua en los plaguicidas.

2.2 Esta norma no es aplicable en presencia de: ácido ascórbico, sales de hidrazinas y de hidrazinas sustituidas, carbonatos y bicarbonatos alcalinos, sulfitos y pirosulfitos alcalinos, ácido bórico, peróxido, aminas, sales cúpricas, sales férricas, óxidos e hidróxidos metálicos, arsenito y arseniato de sodio, tetraborato de sodio, tiosulfato de sodio, cloruro estannoso, aldehidos, mercaptanos, amoníaco y cetonas.

3 PRINCIPIO DE ENSAYO

Se basa en la propiedad que tiene el reactivo de Karl Fischer de cambiar de color castaño oscuro a amarillo, debido a que el anhídrido sulfuroso reduce al yodo en presencia de agua.

4 EQUIPO

4.1 Aparato de Karl-Fischer, el cual consta de: (ver dibujo anexo).

4.1.1 Un recipiente de reacción de al menos 60 ml de capacidad de trabajo, provisto de un cierre hermético que permita introducir el extremo inferior de una bureta y tubos para la entrada y salida del nitrógeno.

4.1.2 Un frasco que contenga reactivo de Karl-Fischer.

4.1.3 Dos electrodos de alambre de platino completamente sellados dentro del fondo del recipiente de reacción.

4.1.4 Una tubuladura lateral cerrada herméticamente con un tapón que permita introducir la muestra.

4.2 Bureta automática de 25 ml de capacidad.

4.3 Frasco lavador con gel de sílice o cualquier otros deshidratante.

4.4 Circuito eléctrico que contenga una pila de 1.5 V de corriente continua.

- 4.5 Un divisor de potencial que proporcione 300 mV.
- 4.6 Un galvanómetro con una sensibilidad tal que la deflexión a escala completa se obtenga cuando pase una intensidad de corriente de no más de 100 μ A.
- 4.6.1 El galvanómetro debe estar en serie con el recipiente de reacción o en una posición "Shunt". En el primer caso del galvanómetro de una posición cero en el punto final y en el segundo caso una lectura positiva.
- 4.7 Interruptor
- 4.8 Pipetas volumétricas de 5 - 10 y 20 ml.
- 4.9 Matraz de 1500 ml
- 4.10 Cilindro graduado de 1000 ml
- 4.11 Balanza analítica
- 4.12 Balón aforado de 100 ml

5 REACTIVOS

5.1 ALCOHOL METILICO ANHIDRO (Ver nota 1).

NOTA 1. Si el alcohol metílico no está completamente anhidro, se seca por destilación o por fraccionamiento en columna sobre limaduras de magnesio y una pequeña cantidad de yodo o por fraccionamiento a través de una columna de 1,5 m recibiendo el destilado rápidamente protegido de la humedad atmosférica por un tubo de seguridad. El metanol secado de esta manera no debe contener más de 0,03% de agua.

5.2 SOLUCION PATRON DE AGUA Y METANOL PREPARADA DE LA SIGUIENTE MANERA:

5.2.1 Se seca en la estufa un balón de 100 ml de capacidad y se deja enfriar en un desecador. Se llena parcialmente el balón con metanol anhidro y se agregan aproximadamente 0,5 g de agua destilada, pesada en balanza analítica al 0,001 g. Se lleva a la marca con metanol y se mezcla por agitación. Esta solución se debe preparar inmediatamente antes de usarla.

5.3 Piridina, la cual debe destilarse antes de su uso recogiendo, en un recipiente protegido de la humedad por un tubo de seguridad la fracción que destila entre 114°C y 116°C a presión de 760 mm de mercurio.

5.4 Nitrógeno seco (suministrado en un cilindro a presión) ver nota 2.

NOTA 2. El nitrógeno se hace pasar a través de un tubo que contenga gel de sílice o cualquier otro deshidratante eficiente.

5.5 Reactivo de Karl-Fischer con un equivalente de agua entre 3,0 y 4,0 mg/ml, preparado de la siguiente manera:

5.5.3 Se le coloca al matraz un tapón de caucho provisto de 2 tubos de vidrio, uno de entrada que debe llegar hasta cerca del fondo del recipiente y otro de salida (protegido por un tubo de seguridad) que debe llegar hasta cerca del cuello del matraz.

5.5.4 Se pesa el conjunto y se enfría en agua con hielo.

5.5.5 Se conecta el tubo de entrada con una fuente de suministro de anhídrido sulfuroso (grado refrigeración) y se permite que el gas penetre a la mezcla con agitación continua hasta que la masa total del matraz con su contenido aumente más o menos 40 g.

5.5.6 Se quitan el tapón de caucho y los tubos de vidrio y se agregan 90 g de yodo.

5.5.7 Se coloca de nuevo el tapón de vidrio y se agita hasta que el yodo se disuelva totalmente.

5.5.8 Se deja reposar durante 24 h y se transfiere a un recipiente para su almacenamiento.

5.5.9 Determinación del equivalente de agua del reactivo de Karl-Fischer.

a) Se introduce en el recipiente de reacción a través de la tubuladura lateral por medio de un pipeta, 10 ml de metanol anhidro.

b) Se abre la entrada de la corriente de nitrógeno, lo suficiente para producir una agitación adecuada en el seno del líquido, se cierra el circuito electrónico y se valora con reactivo de Fischer, hasta obtener una fuerte desviación del galvanómetro que perdura sobre la lectura media de la escala por lo menos 30 s, no teniendo en cuenta los volúmenes de reactivos usados hasta ese momento.

c) Se saca del recipiente de reacción casi toda la solución previamente valorada, dejando lo suficiente para cubrir la llave de vaciado. Esta operación tiene como objeto eliminar toda la humedad en el recipiente de reacción.

d) Se transfiere al recipiente de reacción 10 ml más de metanol y se valora como anteriormente con el reactivo de Karl-Fischer, anotando el volumen de reactivo utilizado, se le agregan al recipiente de reacción 10 ml de solución patrón de agua y metanol y se valora de nuevo con reactivo de Fischer, anotando el volumen de reactivo utilizado.

El equivalente de agua del reactivo de Fischer se calcula de la forma siguiente:

$$F = \frac{100 \text{ m}}{V_2 - V_1}$$

Siendo:

- F = El equivalente de agua del reactivo de Fischer en mg/ml
- m = El peso en gramos del agua añadida en la preparación de 100 ml de solución patrón de agua y metanol
- V₂ = El volumen, en ml de reactivo de Fischer utilizando en la valoración de la solución patrón de agua y metanol.
- V₁ = El volumen en ml de reactivo de Fischer utilizando en la valoración de metanol solo.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 MUESTRAS LIQUIDAS

- 6.1.1 Se le añaden al recipiente de reacción 10 ml de metanol anhidro.
- 6.1.2 Se abre la entrada para una corriente lenta de nitrógeno, suficiente para producir una agitación adecuada, se conecta la corriente eléctrica y se valora con reactivo de Fischer como en 5.5.9 no teniendo en cuenta esta valoración.
- 6.1.3 Inmediatamente se añade un volumen de muestra tomada según la norma COVENIN 988 que contenga entre 60 mg y 80 mg de agua (cantidad suficiente para dar una valoración de aproximadamente 20 ml de reactivo) y se valora con reactivo de Fischer.

6.2 MUESTRAS SOLIDAS

- 6.2.1 Se prepara una solución de la muestra según la norma COVENIN 988 en metanol anhidro, tomando todas las precauciones para evitar la contaminación con la humedad atmosférica (ver nota 3).
- 6.2.2 Se transfiere una alícuota de esta solución que contenga entre 60 mg y 80 mg de agua (cantidad suficiente para dar una valoración de aproximadamente 20 ml de reactivo) al recipiente de reacción a través de la tubuladura lateral por medio de una pipeta.
- 6.2.3 Se valora esta solución con el reactivo de Fischer tal como se escribe en 6.1.
- 6.2.4 Paralelamente se lleva a cabo la valoración de un blanco con un volumen de metanol anhidro igual al contenido en la alícuota de la muestra.

NOTA 3: Cuando la muestra no es soluble en metanol, puede utilizarse otro disolvente adecuado, como piridina, mezcla de benceno y metanol, previamente secado.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

Los resultados se expresan como porcentaje en peso de humedad presente en el plaguicida.

7.1 MUESTRAS LIQUIDAS

El contenido de humedad se calcula de la forma siguiente:

$$H = \frac{F \times A}{10V \times S}$$

Siendo:

H = Contenido de la humedad en % (p/p)

F = Equivalente de agua del reactivo de Fischer

A = Volumen del reactivo de Fischer usado en la valoración de la muestra en mililitros.

V = Volumen de la muestra tomada, en mililitros

S = Peso específico de la muestra a la temperatura ambiente.

7.1.1 Para los propósitos de este cálculo el peso específico de la muestra puede ser tomado a 15,5°C, 20°C ó 25°C.

7.2 MUESTRAS SOLIDAS

El contenido de la humedad se calcula en la forma siguiente:

$$H = \frac{F (A_1 - A_2)}{10 P_1}$$

Siendo:

H = Contenido de la humedad en % (p/p)

F = Equivalente de agua del reactivo de Fischer

A₁ = Volumen del reactivo de Fischer utilizado en la valoración de la alícuota, en mililitros.

A₂ = Volumen del reactivo de Fischer utilizado en la valoración del blanco, en mililitros

P₁ = Peso de la muestra contenida en la alícuota valorada, en gramos.

8 INFORME

Debe indicar:

- 8.1 Ensayo realizado de acuerdo a la Norma COVENIN 1107
- 8.2 Fecha del ensayo
- 8.3 Nombre del producto y/o cualquier otra identificación que lo caracterice
- 8.4 Nombre del fabricante
- 8.5 Contenido de humedad en porcentaje
- 8.6 Nombre del laboratorio en que se efectuó el ensayo
- 8.7 Nombre del analista.

9 RELACION CON OTRAS NORMAS

COPANT 499-1973 "Plaguicidas. Método de determinación de la humedad".

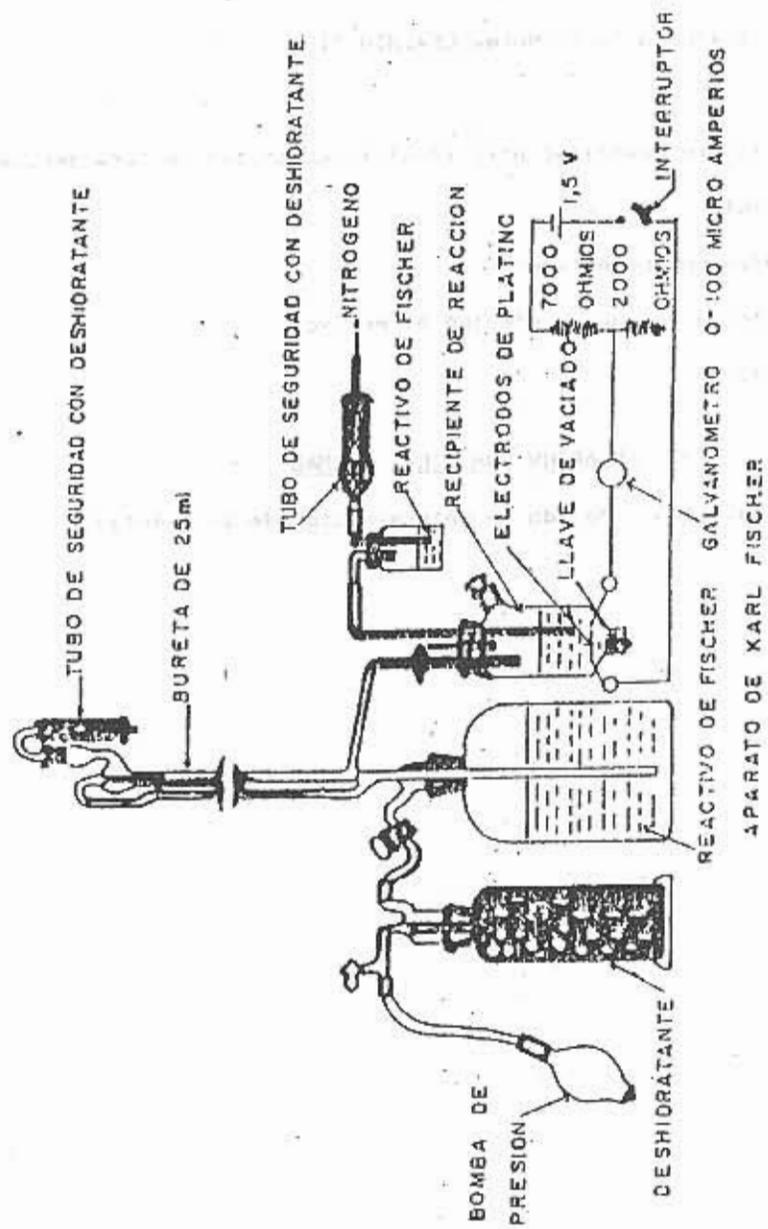


FIGURA 1

COVENIN
1107-85

CATEGORIA
C

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575. 41. 11 Fax: 574. 13. 12
CARACAS

publicación de:



CDU: 632.95 : 543.062.81

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS .
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

ISBN 980 - 6019 - 50. 4
