

MINISTERIO DE ECONOMIA

Apruébase la Norma Guatemalteca Obligatoria de Métodos de Análisis para la Revisión de Plaguicidas, Determinación de la Acidez Libre.

ACUERDO GUBERNATIVO No. 903-98

Guatemala, 8 de diciembre de 1998.

El Presidente de la República,

CONSIDERANDO:

Que corresponde a la Comisión Guatemalteca de Normas (COGUANOR) estudiar, elaborar, adoptar y proponer al Organismo Ejecutivo, por conducto del Ministerio de Economía, la aprobación de normas que se consideren de utilidad para el país y contribuyan al desarrollo industrial, estableciendo principios de equidad en las relaciones entre productores y consumidores.

CONSIDERANDO:

Que el Consejo Directivo de la Comisión Guatemalteca de Normas, convocó en su oportunidad a los sectores públicos y privados involucrados en la producción y comercialización de plaguicidas, así como otras entidades relacionadas con el tema a efecto de que se pronunciaran sobre la propuesta de norma que establece los métodos para determinar la acidez libre en los plaguicidas.

CONSIDERANDO:

Que consultados sectores interesados y técnicos en la materia, emitieron opiniones las cuales fueron conocidas por el Consejo Directivo de la Comisión Guatemalteca de Normas y habiéndose sometido a estudio, ese Cuerpo Colegiado, en el punto sexto, acta 6-98, de fecha 14 de mayo de mil novecientos noventa y ocho, se emitió la resolución número 6-98, en la que adopta la norma COGUANOR NGO 44 048 h13 1a. Revisión PLAGUICIDAS. Determinación de la acidez libre. Estando satisfechos todos los requisitos necesarios para la adopción de esta norma, es procedente acordar su aprobación en forma legal

POR TANTO:

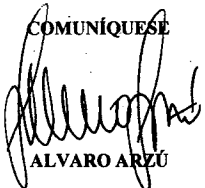

En el ejercicio de las funciones que le confiere el Artículo 183, inciso e) de la constitución Política de la República de Guatemala y con base en los Artículos 2º, literal b) y 6º del Decreto 1523 del Congreso de la República, Ley de Creación de la Comisión Guatemalteca de Normas (COGUANOR).

ACUERDA:



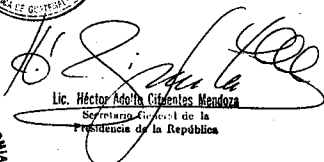

ARTÍCULO 1º. Aprobar la Norma Guatemalteca Obligatoria de Métodos de Análisis siguiente: **COGUANOR NGO 44 048 h13 1a. Revisión PLAGUICIDAS. Determinación de la acidez libre.** Adoptada por la Comisión Guatemalteca de Normas en el punto sexto, acta 6-98, de fecha 14 de mayo de mil novecientos noventa y ocho, resolución número 6-98.

ARTÍCULO 2º. El registro oficial de la norma indicada queda a cargo de la Comisión Guatemalteca de Normas (COGUANOR).

ARTÍCULO 3º. El presente acuerdo y texto de la norma (Anexo 1) que se aprueba empezará a regir ocho (8) días después de su publicación íntegra en el Diario Oficial.

COMUNIQUESE

 ALVARO ARZÚ


MINISTERIO DE ECONOMÍA


 JUAN JOSÉ SERRA CASTILLO


 Lic. Héctor Melba Cifuentes Mendoza
 Secretario General de la Presidencia de la República


PLAGUICIDAS Determinación de la acidez libre.	COGUANOR NGO 44 048 h13 1a. Revisión
--------------------------------------------------	--------------------------------------------

La presente norma constituye la Primera Revisión a la Norma COGUANOR NGO 44 048 h13 PLAGUICIDAS. Determinación de la acidez libre, publicada en el Diario Oficial del 7 de junio de 1983, a la cual sustituye.

1. OBJETO

Esta norma tiene por objeto establecer los métodos para determinar la acidez libre en los plaguicidas.

1.1 Los métodos que se describen en la presente norma son los siguientes:

- a) Método volumétrico; y
- b) Método electrométrico.

2. NORMAS COGUANOR A CONSULTAR

COGUANOR NGO 4 010 Sistema Internacional de Unidades (SI).

3. METODO VOLUMETRICO PARA DETERMINAR LA ACIDEZ LIBRE

3.1 Reactivos o materiales. Todos los reactivos deben ser de calidad analítica reconocida. El agua debe ser destilada o de pureza equivalente.

3.1.1 Acetona.

3.1.2 Solución 0.02 N de hidróxido de sodio, debidamente valorada.

3.1.3 Solución indicadora al 0.1% de rojo de metilo, rojo fenol o azul de bromotimol.

3.1.4 Solución 0.02 N de ácido clorhídrico, debidamente valorada.

3.2 Aparatos.

3.2.1 Balanza analítica de precisión, que aprecie 0.1 mg.

3.2.2 Erlenmeyer, de 250 mL.

3.2.3 Probetas, de 50 mL y 100 mL.

3.2.4 Hornilla de plancha eléctrica.

3.2.5 Bureta, de 25 mL.

3.2.6 Embudo Buchner, acoplado a un frasco para filtración al vacío.

3.2.7 Embudo separador.

3.2.8 Pesafiltros.

3.2.9 Instrumental de laboratorio.

3.3 Procedimiento. Dependiendo de la clase de producto, se procede como se indica a continuación.

3.3.1 Materiales técnicos solubles en agua.

- a) En el erlenmeyer de 250 mL se pesa una muestra de 10 g con una desviación de ± 0.1 g, luego se agregan 25 mL de acetona y se mezcla; si es necesario, se calienta suavemente para efectuar la disolución completa. Se enfría y se agregan 75 mL de agua destilada.
- b) Se añaden 2 ó 3 gotas de solución indicadora de rojo de metilo, rojo fenol o azul de bromotimol, eligiendo el que de acuerdo con el color del producto, permita observar mejor el viraje del indicador y se valora inmediatamente con la solución 0.02 N de hidróxido de sodio.
- c) Paralelamente se lleva a cabo una prueba en blanco usando 25 mL de acetona diluida con 75 mL de agua destilada, sin emplear muestra.

Nota 1. La solución de la prueba en blanco puede ser alcalina, en cuyo caso debe ser titulada con la solución de HCl.

d) Esta determinación se efectúa en duplicado.

3.3.2 Polvos mojables, polvos para espolvoreo y gránulos dispersables.

- a) En el erlenmeyer de 250 mL se pesa una muestra de 10 g con una desviación de ± 0.1 g, luego se agregan 25 mL de acetona, se mezcla y se calienta para disolver los ingredientes activos. Se enfría, se agregan 75 mL de agua destilada y se filtra.

Nota 2. En reemplazo de la filtración puede centrifugarse la suspensión durante 10 min decantando el líquido sobrenadante, para efectuar en él la titulación.

- b) Al filtrado o al líquido decantado, se le agregan 2 ó 3 gotas de solución indicadora de rojo de metilo, rojo fenol o azul de bromotimol y se valora inmediatamente con la solución 0.02 N de hidróxido de sodio.

- c) Paralelamente se lleva a cabo una prueba en blanco usando 25 mL de acetona diluida con 75 mL de agua destilada, sin emplear muestra.

Nota 3. La solución de la prueba en blanco puede ser alcalina, en cuyo caso debe ser titulada con la solución de HCl.

d) Esta determinación se efectúa en duplicado.

3.3.3 Concentrados emulsionables, suspensión concentrada y concentrado soluble.

- a) En el erlenmeyer de 250 mL se pesa una muestra de 10 g con una desviación de ± 0.1 g, y se diluye con 100 mL de agua destilada.
- b) Se le añaden 2 ó 3 gotas de solución indicadora de rojo de metilo, rojo fenol o azul de bromotimol y se valora inmediatamente con la solución 0.02 N de hidróxido de sodio.
- c) Paralelamente se lleva a cabo una prueba en blanco usando 100 mL de agua destilada, sin emplear muestra.

Nota 4. La solución de la prueba en blanco puede ser alcalina, en cuyo caso debe ser titulada con la solución de HCl.

d) Esta determinación se efectúa en duplicado.

3.3.4 Determinación para materiales técnicos insolubles en agua.

- a) En el erlenmeyer de 250 mL se pesa una muestra de 10 g con una desviación de ± 0.1 g, se transfiere a un embudo separador utilizando 25 mL de acetona, se agregan 75 mL de agua destilada, recientemente hervida y enfriada, se agita en forma moderada y se deja separar la capa de material técnico.
- b) Tan pronto se haya separado, se descarta la capa del material técnico, se transfiere la capa acuosa al erlenmeyer, se enjuaga el embudo con varias porciones de agua destilada.

recientemente hervida y enfriada, usando un total de 10 mL, y se transfieren los enjuagues al erlenmeyer.

- c) Se agregan 20 mL de acetona para clarificar la solución, 5 gotas de solución indicadora de rojo de metilo y se titula inmediatamente con la solución de hidróxido de sodio, agregando ésta en porciones de 0.5 mL. Si el punto final es difícil de ver, se agregan 2 gotas de la solución en ensayo a una gota de indicador colocada en una cápsula pequeña de porcelana.

Nota 5. Cuando se usa agua destilada recientemente hervida y enfriada, y acetona redestilada, el valor del blanco podría ser despreciable.

Nota 6. La solución de la prueba en blanco puede ser alcalina, en cuyo caso debe ser titulada con la solución de HCl.

- d) Paralelamente se lleva a cabo una prueba en blanco usando 100 mL de agua destilada, sin emplear muestra.
- e) Esta determinación se efectúa en duplicado.

3.4 Expresión de los resultados.

3.4.1 La acidez libre se expresa en porcentaje en masa como ácido sulfúrico y se calcula de acuerdo a la fórmula siguiente:

$$Ac = \frac{0.4904 N (V - V_1)}{m}$$

En la que:

Ac = Acidez libre expresada como gramos de H₂SO₄ en 100 g de muestra.

V = Volumen de la solución de hidróxido de sodio gastado en la titulación de la muestra, en mililitros.

V₁ = Volumen de la solución de hidróxido de sodio gastado en la titulación del blanco, en mililitros. Cuando el blanco es alcalino véase 3.4.2.

N = Normalidad de la solución de hidróxido de sodio.

m = Masa de la muestra original, en gramos.

Nota 7. El método determina el contenido de ácidos minerales libres y no necesariamente todos los ácidos orgánicos libres.

3.4.2 Cuando la solución de la prueba en blanco es alcalina, se calcula la acidez libre como H₂SO₄ utilizando la siguiente ecuación:

$$Ac = \frac{4.904 (VN + V_1N_1)}{m}$$

En la que:

Ac = Acidez libre expresada como gramos de H₂SO₄ en 100 g de muestra.

V = Volumen de la solución de hidróxido de sodio gastado en la titulación de la muestra, en mililitros.

V₁ = Volumen de la solución de ácido clorhídrico gastado en la titulación del blanco, en mililitros.

N = Normalidad de la solución de hidróxido de sodio.

N₁ = Normalidad de la solución de ácido clorhídrico.

m = Masa de la muestra original, en gramos.

Nota 8. El método determina el contenido de ácidos minerales libres y no necesariamente todos los ácidos orgánicos libres.

3.4.3 **Repetibilidad.** La diferencia entre los resultados de dos determinaciones realizadas simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo analista, no deberá ser mayor del 5% del valor medio.

3.4.4 El resultado final será la media aritmética de las dos determinaciones, siempre que el requisito de repetibilidad se haya cumplido.

4. METODO ELECTROMETRICO PARA DETERMINAR LA ACIDEZ LIBRE

4.1 **Reactivos o materiales.** Todos los reactivos deben ser de calidad analítica reconocida. El agua debe ser destilada o de pureza equivalente.

4.1.1 **Solución amortiguadora (tampón).** Se prepara mezclando 100 mL de una solución 2 N de ácido acético con 100 mL de una solución 1 N de hidróxido de sodio y se lleva a un volumen de 1000 mL con agua desmineralizada.

4.1.2 **Acetona,** destilada.

4.1.3 **Solución de 0.02 N de hidróxido de sodio,** debidamente valorada.

4.2 Aparatos.

4.2.1 **Balanza analítica de precisión,** que aprecie 0.1 mg.

4.2.2 **Potenciómetro con electrodos de vidrio.**

4.2.3 **Probetas,** de 50 mL y 100 mL.

4.2.4 **Pipetas volumétricas,** de 5 mL y 10 mL;

4.2.5 **Vaso de precipitados,** de 250 mL; y

4.2.6 **Erlenmeyer,** de 200 mL.

4.2.7 **Crisol de vidrio con fondo de vidrio filtrante,** adaptado a un frasco para filtración al vacío, de 250 mL.

4.2.8 **Bureta,** de 25 mL;

4.2.9 **Instrumental de laboratorio.**

4.3 **Procedimiento.** Dependiendo de la clase de producto se procede como se indica a continuación.

4.3.1 Materiales técnicos.

a) En un vaso de precipitados se mezclan 50 mL de acetona con 5 mL de la solución amortiguadora y se determina el pH aparente de la mezcla a 20°C.

b) Se pesa una muestra de 10 g con una desviación de ± 0.1 g en un vaso de precipitados, luego se agregan 50 mL de acetona (véase nota), se disuelve la muestra, se agregan 5 mL de agua destilada y se titula electrométricamente con la solución 0.02 N de la solución NaOH hasta obtener el pH aparente de la mezcla acetona-solución amortiguadora a 20°C.

Nota 9. Algunos productos técnicos requieren más solvente para prevenir la precipitación durante la titulación; en tales casos, se deben usar 100 mL de acetona y 10 mL de agua.

c) Esta determinación se efectúa en duplicado.

4.3.2 Polvos mojables, polvos para espolvoreo y gránulos dispersables.

a) En el erlenmeyer de 200 mL se pesa una muestra de 10 g con una desviación de ± 0.1 g, se agregan 75 mL de acetona y se agita durante 5 min.

b) Se filtra la suspensión a través del crisol de vidrio con fondo de vidrio filtrante recibiendo el filtrado en el frasco para filtración al vacío; se lava el erlenmeyer y el crisol de vidrio con 4 porciones de acetona de 5 mL cada una, recibiendo los lavados en el mismo frasco para filtración.

c) Se transfieren a un vaso de precipitados los extractos combinados de acetona, se lava el frasco para filtración con 5 mL de acetona y se transfiere el lavado al vaso de precipitados.

d) Se agregan 10 mL de agua destilada y se titula electrométricamente con la solución de

e) hidróxido de sodio hasta obtener el pH aparente de la mezcla acetona-solución amortiguadora a 20°C.

c) Esta determinación se efectúa en duplicado.

4.3.3 Concentrados emulsionables, suspensión concentrada y concentrado soluble.

a) En un vaso de precipitados se pesa una muestra de 10 g con una desviación de ± 0.1 g, se agregan 50 mL de acetona y se agita para que se disuelva la muestra.

b) Se agregan 5 mL de agua destilada y se titula electrométricamente con la solución de hidróxido de sodio hasta obtener el pH aparente de la mezcla acetona-solución amortiguadora a 20°C.

c) Esta determinación se efectúa en duplicado.

4.4 Expresión de resultados.

4.4.1 **Expresión de la acidez.** La acidez libre se expresa en porcentaje en masa como ácido sulfúrico y se calcula de acuerdo a la fórmula siguiente:

$$Ac = \frac{4.904 VN}{m}$$

En la que:

Ac = Acidez libre expresada como gramos de H₂SO₄ en 100 g de muestra.

V = Volumen de la solución de hidróxido de sodio gastado en la titulación de la muestra, en mililitros.

N = Normalidad de la solución de hidróxido de sodio

m = Masa de la muestra original, en gramos.

4.4.2 **Repetibilidad.** La diferencia entre los resultados de dos determinaciones realizadas simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo analista, no deberá ser mayor de 5% del valor medio.

4.4.3 El resultado final será la media aritmética de las dos determinaciones, siempre que el requisito de repetibilidad se haya cumplido.

5. INFORME DE LOS ENSAYOS

En el informe de cada ensayo debe indicarse lo siguiente:

5.1 El método usado y el resultado obtenido en cada determinación, así como la media aritmética de las determinaciones.

5.2 Cualquier condición no especificada en esta norma, o señalada como opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido en el resultado.

5.3 Todos los detalles necesarios que permitan la completa identificación de la muestra.

6. CORRESPONDENCIA

Para la redacción de la presente norma se tuvo en cuenta:

a) Norma de la "Comisión Guatemalteca de Normas, COGUANOR NGO 44 048 h13, PLAGUICIDAS. Determinación de la acidez libre. Guatemala 1983-06-07.

b) Los métodos MT 31.1 y MT 31.2 descritos en "CIPAC Handbook, volumen 1, Analysis of Technical and Formulated Pesticides, of the Collaborative International Pesticides, Analytical Council Limited", 1970.

c) Literatura Técnica.