

MINISTERIO DE ECONOMÍA
RAMO DE ECONOMIA

ACUERDO N° 645

San Salvador, 31 de Mayo 2004.

EL ORGANO EJECUTIVO EN EL RAMO DE ECONOMIA,

Vista la solicitud del Ingeniero CARLOS ROBERTO OCHOA CORDOVA, Director Ejecutivo del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, CONACYT, contraída a que se apruebe la NORMA SALVADOREÑA OBLIGATORIA: DETERGENTES SINTETICOS EN POLVO PARA USO DOMESTICO. NSO.71.36.01:04

CONSIDERANDO:

- I- Que la Junta Directiva de la citada Institución, ha adoptado la Norma antes relacionada, mediante el punto Número CINCO, LITERAL "C", del Acta Número CUATROCIENTOS CINCUENTA Y CUATRO, de la Sesión celebrada el Veintiuno de de Abril del año dos mil cuatro.

POR TANTO:

De conformidad al Artículo 36 Inciso Tercero de la Ley del CONSEJO NACIONAL DE CIENCIA Y TECNOLOGIA.

ACUERDA:

- 1) Apruébase la Norma Salvadoreña Obligatoria: DETERGENTES SINTETICOS EN POLVO PARA USO DOMESTICO. NSO.71.36.01:04 DE Acuerdo a los siguientes términos:



NSO 71.36.01:04

DETERGENTES SINTETICOS EN POLVO PARA USO DOMESTICO.

CORRESPONDENCIA: Esta norma es una adaptación equivalente a la Norma COGUANOR NGO 30 017:95 1ª revisión, Mayo 1995

ICS 71.100.40

Editada por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, CONACYT, Colonia Médica, Avenida Dr. Emilio Alvarez, Pasaje Dr. Guillermo Rodríguez Pacas, # 51, San Salvador, El Salvador, Centro América. Teléfonos:226- 2800, 225- 6222; Fax. 225-6255; e-mail:info@conacyt.gob.sv.

Derechos Reservados

INFORME

Los Comités Técnicos de Normalización del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, CONACYT, son los organismos encargados de realizar el estudio de las normas. Están integrados por representantes de la Empresa Privada, Gobierno, Organismo de Protección al Consumidor y Académico Universitario.

Con el fin de garantizar un consenso nacional e internacional, los proyectos elaborados por los Comités se someten a un período de consulta pública durante el cual puede formular observaciones cualquier persona.

El estudio elaborado fue aprobado como NSO 71.36.01:04 DETERGENTES SINTETICOS EN POLVO PARA USO DOMESTICO, por el Comité Técnico de Normalización 36 Productos de Limpieza y Sanitización. La oficialización de la norma conlleva la ratificación por Junta Directiva y el Acuerdo Ejecutivo del Ministerio de Economía.

Esta norma está sujeta a permanente revisión con el objeto de que responda en todo momento a las necesidades y exigencias de la técnica moderna. Las solicitudes fundadas para su revisión merecerán la mayor atención del organismo técnico del Consejo: Departamento de Normalización, Metrología y Certificación de la Calidad.

MIEMBROS PARTICIPANTES DEL COMITÉ 36

NOMBRE	ENTIDAD
Milagro de Romero	INQUIFAR
Roberto Iglesias	UNILEVER DE CENTROAMÉRICA S.A. DE C.V.
Rodrigo Alejandro Pineda	SERVICIOS Y PRODUCTOS INDUSTRIALES S.A.- SEPINSA
Ana Cecilia Monterrosa Fernández	Universidad de El Salvador. Fac. de Química y Farmacia
René Rodríguez Soriano	Universidad de El Salvador. Fac. de Química y Farmacia
Nancy Carolina Castro	Junta de Vigilancia de la Profesión de Química y Farmacia
Yolanda Castillo de Guevara	Junta de Vigilancia de la Profesión de Química y Farmacia
José Luis Campos	DPC
Sara Aida Sandoval	Ministerio del Ambiente y Recursos Naturales
Silvia de Rodríguez	COQUINSA-DUISA
Evelyn Xiomara Castillo	CONACYT

1. OBJETO

La presente norma tiene por objeto establecer las características y especificaciones que debe cumplir el detergente sintético en polvo para uso doméstico, formulado para ser utilizado en el lavado de ropa y telas, producido en el país o en el extranjero.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

La presente norma se aplica a productos conocidos como detergentes de uso doméstico, que tengan la composición química definido en el numeral 3.2

3. DEFINICIONES

3.1 Detergentes: son agentes limpiadores o composiciones limpiadoras que manifiestan su actividad en solución; siendo una mezcla de varios componentes cada uno de los cuales realizan una función específica para que actúen en las condiciones de lavado.

3.2 Detergente sintético en polvo: es el producto en escamas o granos grandes y pesados y/o perlas finas y huecas de densidad extremadamente bajas. Consiste de una mezcla de materiales tales como: agentes surfactantes o tensioactivos, reguladores e inhibidores de espuma, materiales de relleno y otros aditivos, los cuales le imparten características especiales en relación a su acción de lavado.

3.3 Detergente concentrado: es el que tiene una concentración mayor de ingrediente activo y/o aditivos que la de detergentes tradicional/normal.

3.4 Detergente doméstico: es el detergente en polvo que se formula para el lavado de ropa y telas a nivel domiciliario.

3.5 Agente surfactante (tensioactivo o ingrediente activo): son agentes de limpieza cuya acción depende del poder que tienen para hacer variar la tensión superficial y la de interfase.

3.5.1 Surfactante catiónico: es el ingrediente activo que produce partículas con carga positiva, en solución.

3.5.2 Surfactante aniónico: es el ingrediente activo que produce partículas con carga negativa, en solución.

3.5.3 Surfactante no iónico: es el ingrediente activo que produce partículas eléctricamente neutras, en solución.

3.5.4 Surfactante anfotérico: es el ingrediente activo que produce partículas, unas con carga positiva y otras con carga negativa, de tal manera que la carga de la molécula completa varía según el pH del medio.

3.6 Agente dispersante: es el material que aumenta la estabilidad de una suspensión de partículas en un medio líquido.

3.7 Agente productor de espuma: es el material que aumenta la estabilidad de una suspensión de burbujas de gas en un medio líquido.

3.8 Aditivos para detergentes: son los materiales que al ser agregados al detergente sintético, le imparten determinadas propiedades bajo las condiciones de uso.

Nota 1. Algunos aditivos para detergentes son; agentes que evitan la resedimentación,; inhibidores de la corrosión, agentes dispersantes, agente productor de espuma, hidrótopos, etc., véase el capítulo 5.

3.9 Material de relleno: materiales incorporados a la sustancia de detergentes para posibilitar su procesamiento, manejo, dosificación y estabilidad.

3.10 Taza: para los propósitos de esta norma, es una medida de volumen equivalente a 240 ml.

3.11 Hidrótopos: son agentes que mejoran la solubilidad en agua de aquellas sustancias que de por sí son poco solubles en la misma.

3.12 Envase

3.12.1 Envase primario: es todo recipiente que tiene contacto directo con el producto, con la misión específica de protegerlo de su deterioro, contaminación o adulteración y de facilitar su manipuleo.

Nota 2. También se designa simplemente como “envase”.

3.12.2 Envase secundario: es todo recipiente que tiene contacto con uno o más envases primarios, con el objeto de protegerlos y facilitar su comercialización hasta llegar al consumidor final. El envase secundario usualmente es usado para agrupar en una sola unidad de expendio, varios envases primarios

Nota 3. El envase secundario también se designa como “empaque”

3.12.3 Envase terciario: es todo recipiente utilizado para facilitar la manipulación y proteger el envase secundario, contra los daños físicos y agentes exteriores durante su almacenamiento y transporte; estos recipientes se utilizan durante la distribución del producto y normalmente no llegan al usuario final.

Nota 4. El envase terciario también se designa como “embalaje”

3.13 Lote: es una cantidad determinada de producto, que ha sido elaborada bajo condiciones de producción uniformes y que se identifica con un mismo código o clave de producción que se conoce como número de lote.

4. CLASIFICACION Y DESIGNACION

4.1 CLASIFICACION

Los detergentes sintéticos en polvo se clasificarán de la siguiente manera:

4.1.1 De acuerdo a su concentración de ingrediente(s) activo (s) en:

- a) Detergente tradicional/normal, y
- b) Detergente concentrado.

4.2 DESIGNACION

Los productos se designarán de la siguiente manera: “Detergentes, detergente en polvo y/o detergente sintético en polvo”, indicando o no si es concentrado.

5. CARACTERISTICAS Y ESPECIFICACIONES

5.1 Características y requisitos generales, para los detergentes sintéticos en polvo, de uso doméstico.

5.1.1 El producto deberá solubilizarse en agua.

5.1.2 Los fabricantes deberán colocar la fecha de vencimiento de sus productos en el empaque primario y esta deberá garantizar a los consumidores que el producto, siempre y cuando haya sido almacenado en condiciones normales de temperatura ambiente y humedad, mantenga estables sus condiciones en cuanto a no desarrollar olores desagradables y en mantener su olor perfumado característico.

5.1.3 El detergente deberá ser adecuado para el lavado a mano o en lavadoras automáticas y no automáticas, bien sea en agua dura o blanda, de acuerdo a las indicaciones para su uso.

5.1.4 El detergente podrá colorearse con la condición de que el o sus colores no cambien apreciablemente durante el almacenamiento adecuado en su envase original a temperatura ambiente. Además, no deberá transferir el o sus colores a la ropa o telas cuando se usa de acuerdo a las instrucciones del fabricante.

5.2 Características químicas: el detergente sintético en polvo para uso doméstico, deberá cumplir con los requisitos químicos indicados en la tabla 1

Tabla 1. Requisitos químicos para el detergente sintético en polvo, para uso doméstico

Características Químicas	Tradicional/Normal	Concentrado
Ingrediente Activo Aniónico Total en % masa	15% min.	20% min
Fosfatos expresados como P_2O_5 en % masa	23% max	29% max
pH en solución al 0.1% m/v, 25 °C		
– Mínimo	6	6
– Máximo	11	11
Biodegradabilidad del ingrediente activo en % masa	90% min	90% min

5.3 Composición Química¹⁾

a) Agentes Surfactantes

- Aniónicos
- Catiónicos
- No-Iónicos
- Anfotéricos

b) Secuestrantes, dispersantes/alcalinizantes

c) Enzimas

d) Blanqueadores, abrillantadores ópticos

f) Formadores de espuma

g) Hidrótopos

h) Perfume

i) Colorante

j) Material de relleno

¹⁾ Composición química general

6. MUESTREO

6.1 Durante la extracción, preparación, almacenaje y manejo de las muestras se deben observar las precauciones siguientes:

6.1.1 Las muestras deben tomarse en un lugar protegido y no expuesto a la luz solar, a la lluvia, al aire húmedo, al polvo o al hollín.

6.1.2 Los instrumentos de muestreo se deben limpiar y secar antes y después de su uso.

6.1.3 Se deben tomar precauciones para proteger el producto que se esta muestreando, las muestras, los instrumentos de muestreo y los recipientes para guardar las muestras, contra cualquier posible contaminación.

6.1.4 Las muestras se deben de colocar en recipientes de material inerte, limpios y secos, los cuales deben ser de tamaño apropiado para que llenen casi completamente de muestra, teniendo la precaución de que esta no quede apretada o se derrame según sea el caso.

6.1.5 Cada recipiente se debe sellar después de llenado, luego debe rotularse con información completa sobre la muestra y el muestreo; dicha información debe incluir lo siguiente: fecha y lugar de muestreo, numero de código o lote; lugar de fabricación, nombre del fabricante, nombre de la persona que tomo la muestra y cualquier otra información importante.

6.1.6 Las muestras deben almacenarse protegidas de la luz solar y de manera que la temperatura del material no varíe considerablemente con respecto a la temperatura ambiente.

6.2 MUESTRA GLOBAL

Si el envío o el embarque que esta siendo motivo de transacción comercial esta constituido por un solo lote de fabricación, todos los envases que se extraigan en una operación de muestreo, constituyen la muestra global. Si los documentos que amparan el envío o embarque se declara que este consiste de envases de diferentes lotes de fabricación, estos se deben colocar separadamente y los envases que se extraigan de cada lote de fabricación constituyen muestras globales separadas.

6.3 NUMERO DE UNIDADES DE MUESTREO

6.3.1 El numero de envases primarios (n) que deben tomarse para efectuar los análisis, se indican en la tabla 2.

Tabla 2. Numero de Unidades de muestreo de envases primarios

Numero de envases primarios en el lote (N)	Numero de envases primarios a seleccionar (n)
5-10	2
11-300	4
301-800	6
801-2 000	8
2 001- 8 000	10
8 001-16 000	13
16 001- 40 000	16
40 001- 68 000	19
68 001-125 000	22

Tabla 3. Envases secundarios o terciarios que deben abrirse

Numero de envases secundarios o terciarios en el lote (N_i)	Numero de envases secundarios o terciarios que deben abrirse (n_i)
1-10	1
11-30	2
31-80	3
81-200	4
201-800	5

6.3.2 Si se requieren específicamente por parte del proveedor, del comprador o de una autoridad competente, se deberán extraer las muestras por duplicado, destinándose una serie de unidades de muestreo a la verificación de calidad correspondiente y la segunda serie quedará para casos de arbitraje, debidamente sellada en forma tal que no exista posibilidad de violación, en el laboratorio que realiza los ensayos y análisis o en un lugar previamente acordado por partes.

6.4 PROCEDIMIENTO OPERATORIO

6.4.1 Primero se hace una revisión del lote del producto, para ver si los envases cumplen con los requisitos para el rotulado (véase capítulo 8).

6.4.2 La selección de envases primarios de un lote se debe hacer al azar y de manera que se tengan unidades de todas las partes del lote; para realizar la selección se numeran las unidades 1,2,3... n, comenzando por cualquier unidad y en el orden que se desee y cada enésima unidad constituirá la unidad de muestreo a seleccionar (n); véase tabla 2.

6.4.3 La selección de envases secundarios o terciarios de un lote se debe de hacer al azar y de manera que se tengan unidades de todas las partes del lote; para realizar la selección se numeran las unidades 1,2,3... n_1 , comenzando por cualquier unidad y el orden que se desee y cada enésima subuno unidad constituirá la unidad de muestreo a seleccionar. El valor de (n_1) resulta de dividir el tamaño del lote (N_1), entre el numero de unidades de muestreo a seleccionar (n_1); véase cuadro 3.

6.4.4 Cuando el lote esta constituido por determinado numero de envases primarios contenidos en envases secundarios o terciarios, la secuencia a seguir en el muestreo para obtener el valor de (n), deberá ser de la siguiente:

- a) Según el numero de envases secundarios o terciarios (N_1), en el lote, se encuentra el valor de (n_1) en el cuadro 3; y
- b) Según el numero total de envases primarios contenidos en los envases que deben abrirse (n_1), se aplica el cuadro 2 para encontrar el valor de (n), en cuyo caso n_1 es igual a N .

6.5 PREPARACION DE LA MUESTRA

Para la verificación de los otros requisitos establecidos en el capítulo 5, se procede como se indica a continuación:

Se ensaya el contenido de cada uno de los envases, si este fuera igual o menor de 1 kg; si no fuera este el caso, se reduce el contenido de cada envase a 1 kg empleando el procedimiento de conos y cuarteos. Las muestras individuales así preparadas se guardan en recipientes herméticos.

6.6 CRITERIO DE ACEPTACION

Un lote se considera aceptable si las muestras analizadas satisfacen los requisitos especificados en la presente norma.

7. METODO DE ENSAYO

Los métodos de ensayo que se usan para la verificación de la calidad de estos productos son los que se establecen a continuación:

7.1 DETERMINACION DEL CONTENIDO DE INGREDIENTES ACTIVOS DE SUPERFICIE ANIONICOS

7.1.1 Principio o fundamento

Este método consiste en aislar el sulfonato de alkilarilo o el sulfato de alkilgraso, por extracción, con alcohol etílico para eliminar las sales inorgánicas, eliminando la materia no

sulfonable con éter de petróleo de la materia soluble en alcohol, debiendo corregir el resultado obtenido de contenido de materia activa por efecto del cloruro de sodio presente y determinando el ingrediente activo relacionando las masas obtenidas. La caracterización del agente de superficie es usada para normalizar el reactivo catiónico, el cual es usado para titular el agente aniónico de superficie.

7.1.2 INTERFERENCIAS

Con excepción del picrato, perclorato, tiocianato, nitrato, dicromato y cromato, los aniones inorgánicos comunes y los orgánicos de bajo peso molecular, no interfieren en este análisis. Puesto que la titulación catiónica se efectúa bajo condiciones ácidas, el jabón no interfiere. Sin embargo, el jabón no debe estar presente en el agente aniónico de superficie, caracterizado tal como se establece en el inciso 6.4 y 6.5 de la presente Norma.

7.1.3 REACTIVOS Y MATERIALES

7.1.3.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua, debe entenderse agua destilada.

- Solución de nitrato de plata 0.2 N.
- Acido nítrico concentrado (densidad relativa 1.42).
- Acido nítrico (1:1 y 1:4), en volumen; la solución de ácido nítrico (1:1) debe tener 0.3% de NaNO_2 antes de la dilución.
- Solución de sulfato de sodio anhidro; solución con 50g de Na_2SO_4 , 10cm³ de azul de metileno, 6.6cm³ de H_2SO_4 .
- Alcohol etílico de 96°G.L. Alcohol recién hervido; el alcohol no debe neutralizarse. El alcohol redestilado debe usarse si la absorción del álcali es mayor de 0.2cm³ de solución de NaOH, 0.1 N por 100cm³ de alcohol.
- Solución de azul de metileno (3.0g/L).
- Cloroformo.
- Bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB), Solución de CTAB 0.005M ó 1.8g/L.
- Eter de petróleo con un punto de ebullición entre 303 y 308K (30 y 35°C).

- Acido sulfúrico concentrado, (densidad relativa = 1.84).
- Acetona.
- Solución indicadora de anaranjado de metilo.
- n-butanol.

7.1.3.2 MATERIALES

- Material común de laboratorio.
- Microbureta de 10 cm³.

7.1.4 APARATOS Y EQUIPO

- Cilindros de extracción de 100 cm³, con tapones de vidrio.
- Parrilla eléctrica.
- Estufa.
- Balanza analítica.
- Medidor de pH (Potenciómetro).
- Electrodo de Calomel, de referencia, saturado.
- Electrodo de plata, de 1 mm de diámetro por 120 mm de largo.
- Agitador mecánico.

7.1.5 PROCEDIMIENTO

7.1.5.1 Separación de la materia soluble en alcohol

Determinar la masa de la muestra tal como se establece en la Tabla 4, con una precisión de 0.1 mg y transferirlos a un vaso de precipitados de 600 cm³.

Tabla 4. Tamaño de muestra.

% de ingrediente activo	masa de la muestra, en g.
10 a 25	30
25 a 40	15
40 a 60	10
60 a 80	7
Arriba de 80	5.5

- a) Añadir de 300 a 350 cm³ de alcohol caliente recién hervido. Tapar con un vidrio de reloj y calentar en un baño de vapor durante 2 horas, como mínimo, agitando frecuentemente para dispersar los sólidos y romper los grumos. Preparar un crisol Gooch o filtro de fibra de vidrio; insertar a un frasco de vacío de 1000 cm³ (1).
- b) Decantar la solución de alcohol y filtrar rápidamente a través del filtro, reteniendo lo más que se pueda el residuo en el vaso. Añadir 50 cm³ de alcohol caliente al residuo en el vaso. Calentar a ebullición en una parrilla eléctrica, deshaciendo los grumos del residuo. Decantar una vez más el alcohol presente y filtrar en el filtro usado anteriormente. Repetir la operación con 50cm³ de alcohol.
- c) Evaporar el alcohol presente en el residuo del vaso por medio de un baño de vapor agitando frecuentemente. Disolver el residuo en el vaso con 10 cm³ de agua caliente, con ayuda de calentamiento con baño de vapor.
- d) Diluir la solución con 200 cm³ de alcohol cliente; llevar a ebullición en un baño de vapor y filtrar. Transferir el precipitado al filtro con la ayuda de alcohol caliente y un gendarme. Lavar el vaso y residuo con alcohol caliente 3 ó 4 veces. Para muestras que se preparan para la Parte I (véase inciso 6.4) de la caracterización del agente superficial aniónico, continuar como se indica en el inciso 6.1.6. Para muestras que se preparan para uso eventual en la Parte II (véase inciso 6.5) de la caracterización de agentes superficiales aniónicos, continuar de acuerdo con la separación del sulfonato libre de aceite, como se establece en el inciso 6.2.
- f) Transferir el filtrado a un vaso de precipitado de 1000 cm³. Lavar el matraz de filtración con alcohol y 10 cm³ de agua, seguido de un lavado con alcohol. Evaporar el filtrado hasta un volumen aproximado de 400 cm³ y transferirlo a un matraz volumétrico de 1000 cm³. Diluir con agua hasta la marca del aforo. Designe como solución I y reserve para su uso en la Parte I (véase inciso 6.4) de la caracterización del agente aniónico de superficie (surfactante). Proseguir como se establece en el inciso 6.3.

7.1.5.2 Separación del aceite libre no sulfonado

- a) Transferir cuantitativamente la solución alcohólica a un vaso de precipitados de 1000 cm^3 y concentrar a 100 cm^3 en un baño de vapor o baño de agua caliente. Transferir cuantitativamente a un embudo de separación de 500 cm^3 , enjuagando el vaso con 100 cm^3 de agua, en varias porciones, añadiendo el agua del lavado al embudo de separación hasta formar un volumen de 200 cm^3 .
- b) Hacer la extracción de la solución alcohólica acuosa con 3 porciones al 50 cm^3 de éter de petróleo, usando embudos de separación diferentes en cada extracción.

Reunir los extractos de éter y lavar con porciones de 3 a 50 cm^3 de solución al 50% de alcohol etílico, en agua. Añadir los lavados del etanol acuoso a la solución extraída de alcohol acuoso. Eliminar los extractos de éter.

Transferir cuantitativamente la solución alcohólica acuosa, exenta de aceite, a un vaso de precipitados de 1000 cm^3 , enjuagando el embudo de separación con pequeñas porciones de agua. Calentar la solución a reducir el volumen a 400 cm^3 en un baño de agua a una temperatura de 313 a 323 K (40 a 50 °C), dentro de una campana de extracción para que se eliminen los vapores de éter de petróleo; al quedar la solución libre de éter, transferir la solución libre de aceite a un matraz volumétrico de 1000 cm^3 . Designar como solución II y reservarla para su uso en la Parte II de la caracterización del agente aniónico de superficie (surfactante).

7.1.5.3 Determinación del contenido de cloruro de sodio

- a) Transferir con ayuda de una pipeta 100 cm^3 de solución I o II a un vaso de 400 cm^3 ; agregar unas gotas de indicador anaranjado de metilo; acidificar al vire usando HNO_3 (1:4); calentar ligeramente y agitar. Agregar 50 cm^3 de acetona.
- b) Limpiar el electrodo de plata en el HNO_3 (1:1) que contiene NaNO_2 . Colocar la celda de titulación con el electrodo de plata conectado a la terminal de arriba, y la celda saturada de calomel conectada a la terminal del fondo. Poner el medidor de pH en + mv. Iniciar la agitación y titular la solución potenciométricamente, como sigue:
- c) Añadir 0.5 cm^3 de solución AgNO_3 , 0.2 N y medir la fem. Si hay mucho cloruro presente, la fem debe estar en la escala de 100 mv.
- d) Añadir solución de AgNO_3 , 0.2 N, lentamente, en porciones de 2 a 3 cm^3 hasta que la fem alcance 200mv. Agitar perfectamente.
- f) Añadir solución de AgNO_3 , 0.2 N lentamente en porciones de 0.1 cm^3 dejando tiempo suficiente después de cada adición, para que la solución alcance equilibrio (60 a 80s). Medir la fem sin agitar en cada punto de 0.1 cm^3 .

- g) Calcular el punto final, por la tasa de método de cambio (Nota 1). El punto final está por lo general en la fluctuación de 260 a 270mv.

Nota 5.- Ejemplo: El método para determinar la tasa máxima de cambio es:

cm ³	fem	E	E'
21.2	210		
		10	
21.3	220		10
		20	
21.4	240		17*
		37	
21.5	277		12
		25	
21.6	302		

* Tasa máxima de cambio.

$$\text{Punto final de la titulación} = 21.4 + \frac{17}{17 + 12} \times 0.1 = 21.46 \text{ cm}^3$$

Preparar un blanco y restar el valor obtenido del calculado en el inciso 6.3.6.

- h) Calcular los gramos de cloruro de sodio presente en 250 cm³ de solución I o II con la siguiente ecuación:

$$A = \frac{B \times N \times 0.05845 \times 250}{100}$$

Donde:

A = NaCl presentes en 250 cm³ de la solución I o II, en g.

B = Solución de AgNO₃ 0.2 N requeridos en la titulación, en cm³.

N = Normalidad corregida de la solución de AgNO₃.

- i) Calcular los gramos de NaCl equivalente a sulfato de sodio, presente en 250 cm³ de solución I o II, con la siguiente ecuación:

$$C = \frac{A \times 71.03}{58.45}$$

Donde:

A = Gramos de NaCl presentes den 250 cm³ de la solución I o II.

C = Gramos de Na₂SO₄ equivalentes al NaCl presente en 250 cm³ de la solución I o II.

7.1.5.4 Caracterización del agente aniónico surfactante

PARTE 1: Determinación del agente surfactante, contenido de SO₃ y molaridad de la solución.

- a) Transferir con ayuda de una pipeta 250 cm³ de la solución I en cada uno de 2 vasos de precipitados de 250 cm³. Evaporar casi hasta sequedad en un baño de vapor o bajo una lámpara infrarroja. Transferir cuantitativamente la solución concentrada del vaso a un crisol de platino, previamente pesado (tarado), hasta masa constante.

Lavar el vaso con pequeñas cantidades de alcohol y agua para asegurar la transferencia completa al crisol.

- b) Evaporar el contenido del crisol hasta sequedad, en un baño de vapor o bajo un lámpara infrarroja, añadiendo pequeñas cantidades de alcohol para ayudar a la eliminación del agua.
- c) Calentar cuidadosamente el crisol y su contenido, colocándolo sobre un triángulo de cuarzo o porcelana, con una flama pequeña, hasta carbonizar la muestra y hasta que ya no se desprendan humos. Enfriar y agregar de 3 a 4 gotas de H₂SO₄ concentrado y calentar nuevamente con flama pequeña hasta que ya no se desprendan humos. El residuo debe ser gris o blanco; en el caso que sea oscuro, enfriar y agregar 1 cm³ de H₂SO₄ concentrado.
- d) Calentar lentamente con flama pequeña hasta evaporar el H₂SO₄. Colocar el crisol en un horno a 1073K (800°C) por 20 minutos. Transferir el crisol y su contenido a un desecador hasta lograr masa constante.
- e) Agregar de 3 a 4 gotas de H₂SO₄ concentrado; evaporar con flama pequeña y repetir nuevamente el calentamiento en el horno a 1073 K (800 °C) por 20 minutos. Transferir el crisol y su contenido a un desecador hasta lograr masa constante, de tal manera que

pesadas consecutivas no deben diferir en más de un mg. En caso de que esto no suceda, repetir el procedimiento descrito en este párrafo, haciendo las lecturas con aproximación al mg.

- f) Calcular la molaridad M_1 , de la solución I como se establece en la siguiente ecuación:

$$M_1 = \frac{D \times 80.07 \times 4}{71.03}$$

Donde:

D = Ceniza, en g (véase Nota 6).

- g) Calcular el porcentaje de trióxido de azufre (SO_3) en la muestra, con la siguiente ecuación:

$$\% \text{ de } SO_3 = \frac{(D \times 160.14 \times 1000)}{(E \times 142.06 \times 250)} \times 100$$

Donde:

D = Cenizas, en g (véase Nota 2).

E = Muestra empleada, en g.

Nota 6. El peso de ceniza se debe corregir por la presencia de NaCl, el cual se convierte a Na_2SO_4 de acuerdo con el inciso 6.3.8.

Nota 7.- Un análisis del azufre en el residuo seco de la solución I, puede efectuarse adicionalmente a la determinación del contenido de cenizas.

7.1.5.5 Caracterización del agente aniónico de superficie (surfactante)

PARTE II: Determinación del agente surfactante SO_3 y contenido de ingrediente activo, combinando peso y molaridad de la solución.

- a) Transferir, con ayuda de una pipeta, 250 cm^3 de la solución II en cada uno de 2 vasos de precipitados de 250 cm^3 . Evaporar casi hasta sequedad en un baño de vapor o bajo una lámpara infrarroja. Transferir cuantitativamente la solución concentrada del vaso a un crisol de platino previamente pesado (tarado), hasta masa constante. Lavar el vaso con pequeñas cantidades de alcohol y agua para asegurar la transferencia completa al crisol.

- b) Evaporar el contenido del crisol hasta sequedad, en un baño de vapor o bajo una lámpara infrarroja, añadiendo pequeñas cantidades de alcohol para ayudar a eliminar el agua.
- c) Secar el residuo hasta masa constante, con una precisión de 1mg, en una estufa de laboratorio a 873 K (600°C). Registrar el peso del ingrediente activo purificado con una precisión de 0.1mg.
- d) Calentar cuidadosamente el crisol y su contenido, colocándolo sobre un triángulo de cuarzo o porcelana, con una flama pequeña hasta carbonizar la muestra y hasta que no se desprenda humo. Enfriar y agregar de 3 a 4 gotas de H₂SO₄ concentrado y calentar nuevamente con flama pequeña hasta que ya no se desprendan humos. Evitar proyecciones. El residuo obtenido debe ser gris o blanco. En caso de que sea oscuro o con manchas oscuras, enfriar y agregar 1cm³ de H₂SO₄. A continuación colocar el crisol en una estufa a 1073 K (800 °C) durante 20 minutos. Transferir el crisol y su contenido a un desecador hasta lograr masa constante.
- e) Agregar de 3 a 4 gotas de H₂SO₄ concentrado; evaporar con flama pequeña hasta que ya no se desprendan humos y repetir nuevamente el calentamiento en el horno 1073K (800°C) por 20 minutos. Transferir el crisol y su contenido a un desecador hasta lograr masa constante, de tal manera, que pesadas consecutivas no difieran en más de 1mg. En caso de que esto no suceda, repetir el tratamiento descrito en este mismo párrafo, haciendo las lecturas con aproximación al mg.
- f) Calcular el porcentaje de ingrediente activo purificado en la muestra con la siguiente ecuación:

$$\% \text{ de ingrediente activo} = \frac{F \times 4}{E} \times 100$$

Donde:

F = Ingrediente activo purificado en la muestra, en g (véase Nota 8).

E = La muestra empleada, en g.

Nota 8. El peso de la ceniza se debe corregir por el NaCl presente, evaluando de acuerdo al inciso 6.3.7.

- g) Calcular el peso combinado de ingrediente activo tal como lo establece la siguiente ecuación:

$$\text{Peso combinado de ingrediente activo} = \frac{F}{G} \times 71.03$$

Donde:

F = Ingrediente activo purificado y seco, en g (véase Nota 8).

G = Ceniza, en g (véase Nota 6).

h) Calcular el porcentaje de SO₃ en la muestra, tal como se establece en la siguiente ecuación:

$$\% \text{ de SO}_3 = \frac{(G \times 160.14 \times 1000)}{(E \times 142.06 \times 250)} \times 100$$

Donde:

G = Cenizas, en g (véase Nota 6).

E = Muestra empleada, en g.

i) Cálculo de la molaridad M_{II} de la solución alcohólica acuosa, libre de aceite y sal.

$$M_{II} = \frac{(G \times 80.07 \times 4)}{71.03}$$

Donde:

G = Cenizas, en g (véase Nota 2).

Nota 9. Un análisis de azufre en el residuo seco de la solución II puede efectuarse adicionalmente a la determinación del contenido de cenizas.

7.1.5.6 Valoración del reactivo catiónico

a) Preparar una solución de 0.0045 a 0.0050 ± 0.00001M de surfactante aniónico caracterizado como sigue:

Con una pipeta, colocar en un vaso de precipitados de 250 cm³ la cantidad que se establece a continuación de la solución I o II.

$$H = \frac{250 \times 0.0045}{M_I \text{ o } M_{II}}$$

Donde:

H = Solución a usarse, en cm^3 .

M_I = Molaridad de la solución I.

M_{II} = Molaridad de la solución II.

- b) Calentar la solución en un baño de vapor para eliminar el etanol hasta tener un volumen aproximado de 10 cm^3 .
- c) Transferir el contenido del vaso a un matraz volumétrico de 250 cm^3 de n-butanol; mezclar y diluir hasta el aforo con agua; designar esta solución como solución III.
- d) Con una pipeta transferir alícuotas de 10 cm^3 de la solución III a 2 cilindros de extracción de 100 cm^3 . Agregar con una pipeta 25 cm^3 de la solución indicadora de azul de metileno y 15 cm^3 de cloroformo. Agregar 5 cm^3 de la solución de CTAB con una microbureta de 10 cm^3 .
- e) Agitar la mezcla; dejar que se separen las 2 capas y continuar con la titulación con la solución de CTAB. Agregar pequeñas cantidades de solución de CTAB, seguida de agitación vigorosa, hasta alcanzar el punto final de la titulación. El punto final de la titulación se alcanza cuando el color es el mismo en las dos capas. Hacer las comparaciones de color por medio de la luz reflejada, usando un fondo blanco. Dejar reposar el cilindro un minuto para observar las coloración de las capas.
- f) Se requieren de 15 a 20 cm^3 de CTAB para titular las soluciones aniónicas normales. En caso de que se necesite mayor o menor cantidad de solución CTAB, variar el volumen de la solución III para que el volumen de la solución titulante de CTAB caiga dentro del intervalo establecido.
- g) Calcular la molaridad M_{III} de la solución III mediante la siguiente ecuación:

$$M_{III} = \frac{M_I \text{ ó } M_{II} \times J}{250}$$

Donde:

J = Solución I ó II usada, en cm^3 .

M_I = Molaridad de la solución I.

M_{II} = Molaridad de la solución II.

- h) Calcular la molaridad M_{CTAB} de la solución de CTAB mediante la siguiente ecuación:

$$M_{\text{CTAB}} = \frac{(M_{\text{III}} \times L)}{P}$$

Donde:

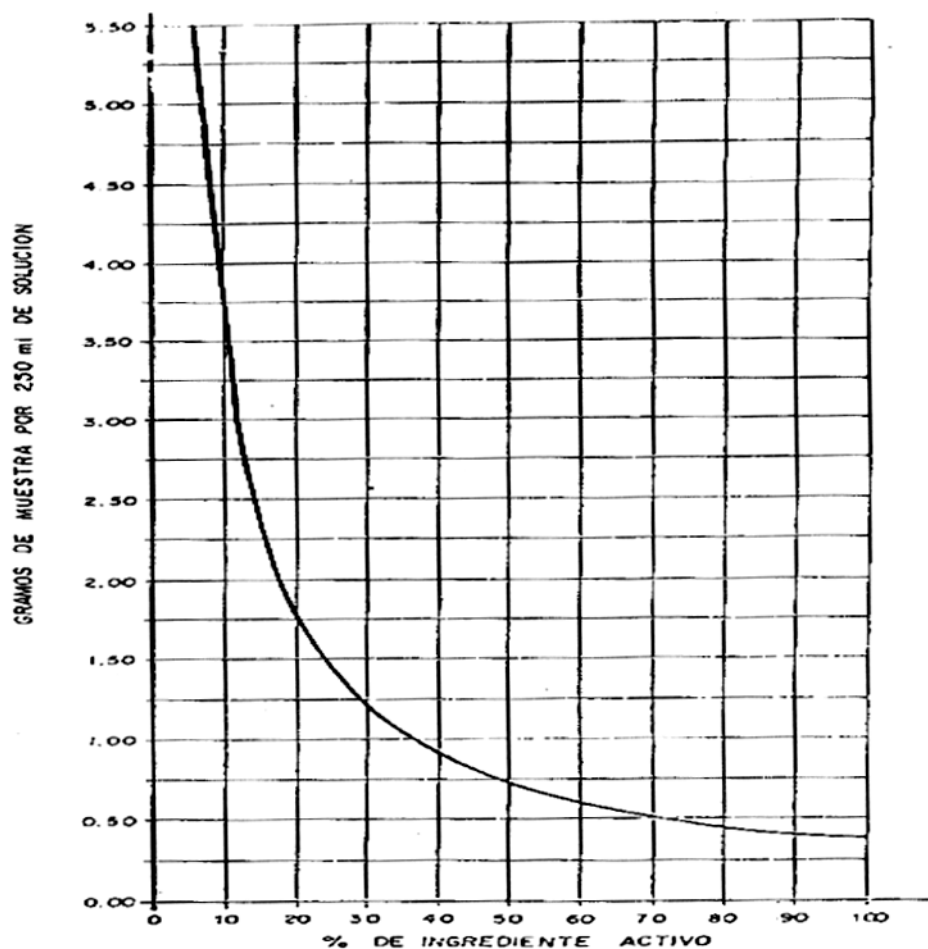
M_{III} = Molaridad de la solución III.

L = Solución III usada, en cm^3 .

P = Solución de CTAB empleada, en cm^3 .

7.1.5.7 Determinación cuantitativa del agente aniónico de superficie por medio de titulación catiónica

- a) Estimar el ingrediente activo de la muestra, tal y como se recibe, como diferencia obtenida de (Material insoluble en alcohol + contenido de materia volátil) ó por titulación.
- b) Preparar una solución al 6% en n-butanol, tal como se establece a continuación:
Disolver la muestra de tamaño determinado en la figura 1. (Peso combinado aproximado de 348), pesado con una precisión de 1mg en 100 cm^3 de agua en un vaso de precipitados de 250 cm^3 . Transferir a un matraz volumétrico de 250 cm^3 , enjuagando el vaso, y agregar los enjuagues al matraz. Agregar 15 cm^3 de n-butanol y diluir el contenido del matraz hasta el aforo y homogeneizar.
- c) Con una pipeta transferir alícuotas de 10 cm^3 a 2 cilindros de extracción de 100 cm^3 . Agregar los reactivos que se establecen en el inciso 6.6.4 y 6.6.5,procediendo a la titulación descrita en dichos párrafos.
- d) Se requieren de 8 a 10 cm^3 de solución de CTAB para realizar la titulación. Si el volumen es menor, se debe tomar una alícuota mayor de la solución de prueba y repetirse la titulación o agregarse de 1 a 2 cm^3 de la solución de prueba, al sistema de 2 fases y continuar simplemente la titulación al nuevo punto final. Si el volumen es mayor de 10 cm^3 debe hacerse otra preparación con una alícuota más pequeña.



- e) Calcular el porcentaje de trióxido de azufre (SO_3) con la siguiente ecuación:

$$\% \text{ de } \text{SO}_3 = \frac{A \times B \times 0.0801 \times 250}{C \times D} \times 100$$

Donde:

- A = Solución de CTAB requerida para la titulación de la muestra, en cm^3 .
 B = Molaridad de la solución de CTAB.
 C = Muestra usada, en g.
 D = Alícuota, en cm^3 .

- f) Cálculo del porcentaje de ingredientes activos con la siguiente ecuación:

$$\% \text{ de ingredientes activos} = \frac{A \times B}{80.01} \times 100$$

Donde:

A = % de SO_3 en la muestra (inciso 6.7.5).

B = Masa de la muestra.

7.2 DETERMINACION DEL CONTENIDO DE FOSFATOS (EXPRESADOS COMO P_2O_5)

7.2.1 Resumen del método

El método se basa en la conversión de los fosfatos como pentóxido de fósforo a la forma orto por hidrólisis ácida y titulación entre un pH de 4.3 a 8.8 ($\text{NaOH}=\text{P}_2\text{O}_5/2$) y se aplica a cualquier especie de fosfatos de metales alcalinos que no contengan iones que interfieran.

7.2.2 Reactivos y materiales

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua debe entenderse agua destilada.

- a) Hidróxido de sodio de concentración 0.5 ó 1.0 N, libre de carbonatos.
- b) Solución concentrada de hidróxido de sodio, de aproximadamente 50 % en peso, libre de carbonatos. Puede utilizarse una solución más diluida. Las soluciones de hidróxido de sodio deben protegerse de contaminación por dióxido de carbono.
- c) Ácido clorhídrico concentrado.
- d) Mezcla de indicador (opcional).
 - 32 cm^3 de anaranjado de metilo de una solución acuosa al 0.05 %.
 - 32 cm^3 de fenolftaleína de una solución de alcohol de 50 % con una concentración de 0.5 %.
 - 8 cm^3 de azul de timol de una solución acuosa al 0.04 %.
 - 4 cm^3 de azul de metileno de una solución acuosa al 0.10 %.
 - 24 cm^3 de alcohol de 95 %.

Los componentes individuales son estables indefinidamente.

La mezcla de indicadores debe prepararse por lo menos una vez cada semana.

En la práctica se utilizan 3 cm³ de la mezcla de indicadores en un volumen final de aproximadamente 250 cm³ de la solución que va a ser titulada. El punto de cambio de color bajo, se toma como el primer cambio del gris a un verde definido; el punto de cambio de color final es del rosa a un púrpura brillante.

7.2.3 Aparatos y equipo

- a) Medidor de pH, capaz de llevar a cabo titulaciones con una exactitud de ± 0.1 pH (aparato de titulación electrométrico, equipado con electrodo de vidrio y calomel). El aparato debe estandarizarse exactamente a un pH entre 4.0 y 8.0.
- b) Horno mufla, con un pirómetro adecuado y con controles para mantener la temperatura hasta 823 K (550°C).
- c) Agitador con motor de aire o eléctrico.
- d) Cápsula o crisol grande de porcelana o sílice.
- e) Matraz de 400 cm³.
- f) Material común de laboratorio.
- g) Soporte de titulación electrométrica.

7.2.4 Preparación de la muestra

- a) Los fosfatos de potasio o de sodio comerciales, no necesitan una preparación especial, excepto por su solución en agua destilada. Determinar la masa de una porción de muestra bien mezclada con exactitud de 0.001 g, transferirla directamente a un matraz de 400 cm³ y disolver con aproximadamente 100 cm³ de agua. Neutralizar con ácido clorhídrico concentrado utilizando papel indicador y añadir un exceso de 10 cm³. El tamaño de muestra óptima se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Muestra, en g} = \frac{280 \times N}{\% \text{ P}_2\text{O}_5 \text{ esperado}}$$

En donde:

N = Normalidad de la solución de NaOH que se usará en la titulación.

- b) Se pueden analizar detergentes sintéticos con sulfatos utilizando la porción insoluble al alcohol, pero el siguiente procedimiento es más rápido y exacto.

Determinar la masa de una muestra, de un tamaño escogido utilizando la fórmula dada anteriormente (pero que no exceda de 10 g) con una exactitud de 0.001 g. Colocar la muestra en una cápsula de porcelana o sílice o en un crisol grande y calcinar cuidadosamente utilizando un mechero de gas hasta que la mayoría de la materia combustible volátil es calcinada. Transferir después a una mufla, operada a una temperatura no mayor de 823 K (550°C), durante 10 a 15 minutos. El residuo calcinado no es necesario que éste libre de carbón y usualmente es de un color grisáceo. Enfriar y añadir con cuidado 10 cm³ de HCl concentrado. Evaporar a sequedad, disolver con 50 cm³ de agua destilada, 10 cm³ de HCl concentrado y transferir a un matraz de 400 cm³.

7.2.5 Procedimiento

- a) Cubrir con un vidrio de reloj y hervir la solución anterior, (la cual debe tener un volumen aproximado de 100 cm³ y un exceso de 10 cm³ de HCl concentrado), durante 30 minutos como mínimo y 60 minutos como máximo, en presencia de fosfatos del tipo cristalino. Enfriar a temperatura ambiente 293 K - 303 K (20°C - 30°C).
- b) Diluir hasta un volumen de 200 cm³, colocar en un soporte de titulación electrométrica y neutralizar a un pH de 4.3. La mayor parte de la neutralización puede hacerse utilizando la solución de NaOH al 50 %, pero el ajuste final debe hacerse con la solución de NaOH al 50 %, pero el ajuste final debe hacerse con la solución estandar de NaOH que se utilizará en la titulación (0.5 ó 1.0 N); enfriar nuevamente, si es necesario, para mantener una temperatura abajo de 303 K (30°C). Titular cuidadosamente al punto superior final de pH 8.8 registrando la titulación entre los puntos finales como "T" ("T" = diferencia entre los volúmenes de la solución de NaOH gastados en las dos titulaciones).

7.2.6 Cálculos y resultados

El % en masa de los fosfatos expresados como pentóxido de fósforo se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\% \text{ P}_2\text{O}_5 \text{ total} = \frac{T \times N \times 7.098}{M}$$

En donde:

N = Normalidad de NaOH;

T = Volumen en cm³ de NaOH utilizando en la titulación entre pH de 4.3 y 8.8.

M = Masa de la muestra en gramos.

7.2.7 Informe

El informe debe incluir:

- a) Identificación completa de la muestra.
- b) Referencia a este método.
- c) % en masa de P₂O₅ total.
- d) Fecha del análisis.

7.3 DETERMINACIÓN DEL pH**7.3.1 Reactivos y materiales**

- a) Soluciones reguladores de pH de 8 a 11.
- b) Agua destilada.

7.3.2 Aparatos y equipo

- a) Medidor de pH (potenciómetro).
- b) Material común de laboratorio.

7.3.3 Preparación de las soluciones acuosas de detergentes

Pesar 10.000 g $\pm$ 0.001 g de la muestra y transferir a un matraz volumétrico de un dm³ (litro). Llenar parcialmente el matraz con agua destilada y agitar hasta que la muestra se haya disuelto completamente. Ajustar la temperatura de la solución y la del agua destilada a 298 K $\pm$ 0.5 K (25°C $\pm$ 0.5°C) y llenar hasta la marca de calibración del matraz con agua destilada, tapar el matraz, mezclar completamente, dejar la solución en reposo a una temperatura de 298 K (25°C) durante dos horas antes de medir el pH.

7.3.4 Procedimiento

- a) Ajuste del medidor de pH
En un vaso de 250 cm³ colocar 100 cm³ de la solución reguladora. Introducir los electrodos y ajustar la aguja exactamente al valor que tenga la solución reguladora.
- b) Tomar una porción suficiente de la muestra para que los electrodos queden sumergidos y medir el pH de la solución.

7.4.1 Determinación de la biodegradabilidad del ingrediente activo en porcentaje masa

Se adopta en todas sus partes el Método Normal (Standard) de Prueba para Biodegradabilidad de Sulfonatos Alkilbencenos (Alkylbenzene Sulfonates) , correspondiente a la designación fija D 2667 de la ASTM . Ver Anexo 1 (Normativo).

8. ETIQUETADO, ENVASADO Y EMBALAJE

8.1 ENVASE PRIMARIO

Los envases primarios para el detergente sintético en polvo, deberán ser de naturaleza tal que no reaccionen con el producto, que eviten contaminación o humedecimiento, que no produzcan manchas en el producto y que sean suficientemente resistentes para soportar el manejo y transporte normales; adicionalmente deberán estar cerrados en forma adecuada.

8.2 ROTULO O ETIQUETA

Para los efectos de esta norma, los rótulos serán de papel o de cualquier otro material que pueda ser adherido a los envases primarios y/o secundarios o incluido en ellos, o bien, de impresión permanente sobre los mismos.

8.2.1 Las inscripciones deberán ser fácilmente legibles en condiciones de visión normal, redactadas en español y hechas en forma tal que no desaparezcan bajo condiciones de uso normal.

8.2.2 El rotulo deberá llevar como mínimo la información siguiente:

- a) La designación del producto (véase el numeral 4.2).
- b) Numero de unidad y contenido neto de cada unidad.
- c) La identificación del lote de fabricación y/o año, mes y día de envasado, al igual que la fecha de vencimiento.
- d) Nombre o razón social del productor o de la entidad bajo cuya marca se expende el producto, dirección o apartado postal.
- e) La expresión “Producto Centroamericano hecho en El Salvador por” o en el caso de productos de origen extranjero, se indicará el país de origen.
- f) El numero de Registro Sanitario.
- g) Cualquier otro dato o información que fuese requerido por las leyes o reglamentos que rijan en el país o que en el futuro dicten autoridades competentes.

8.3 EMBALAJE

El embalaje lo determinara de acuerdo a las regulaciones pertinentes.

9. APENDICE

9.1 NORMAS A CONSULTAR

Las siguientes normas contienen disposiciones que, mediante la referencia dentro de este texto, constituyen disposiciones de esta norma. En el momento de la publicación eran validas las ediciones indicadas. Todas las normas están sujetas a actualización; los participantes, mediante acuerdos en esta norma, deben investigar la posibilidad de aplicar la ultima versión de las normas mencionadas a continuación.

- Norma Técnica Colombiana NTC 985 1997-08-27 “Jabones y detergentes. Detergentes sintéticos en polvo para uso doméstico”.
- NMX-Q-002-1982 “Detergentes domésticos en polvo para uso doméstico”
- INEN 849-1982-02 “Agentes tensoactivos, detergente en polvo. Requisitos”
- NMX-Q-031-S-1980 Detergentes domésticos-Determinación del contenido de fosfatos (expresados como P_2O_3)
- NMX-Q-043-1986 Detergentes domésticos- determinación del contenido de ingredientes activos de superficie aniónicos.
- ASTM-D-1681-92 (Reapproved 1997) Standard Test Method for Synthetic Anionic Active Ingredient in Detergents by Cationic Titration procedure.

11. VIGILANCIA Y VERIFICACION

La vigilancia y verificación de la presente norma corresponde al Ministerio de Economía por medio de la Dirección General de Protección al Consumidor. El incumplimiento de esta norma está sujeta a la legislación correspondiente.

ANEXO 1 (NORMATIVO)

Método Normal (Standard) de Prueba para
Biodegradabilidad de Sulfonatos Alkilbencenos¹ (Alkylbenzene Sulfonates)

Este estándar se emite bajo la designación fija D2667; el número que sigue inmediatamente a la designación indica el año de la adopción original o, en caso de revisión, el año de la última revisión. Un número entre paréntesis indica el año de la última aprobación. Un símbolo exponente epsilon (ϵ) indica un cambio editorial desde la última revisión o reaprobación.

1. Alcance

- 1.1 Este método de prueba² cubre la determinación del grado de biodegradabilidad de los sulfonatos alquilbencenos. Sirve como un índice de la conveniencia del sulfonato para uso en general como surfactante (surfactant.)
- 1.2 En general, este método de prueba distingue entre sulfonatos en los cuales las cadenas del lado alquil son lineales, y aquellas en las que son ramificadas, ya que las que se mencionaron primero son más propensas a biodegradarse. Si se va a examinar el sulfonato alquilbenceno en productos completamente formulados, debe ser extraído usando el método dado en el Anexo A1. (Vea el Apéndice X1 por información.)
- 1.3 Este estándar no pretende indicar todos los puntos de seguridad, si los hay, asociados con su uso. Es pura responsabilidad del usuario de este estándar, establecer las prácticas apropiadas de seguridad y salud, y determinar la aplicabilidad de las limitaciones regulatorias antes de su uso. Hay Fichas de Seguridad (MSDS) disponibles para reactivos y materiales. Reviselas para determinar los riesgos antes de su uso.

2. Documentos de Referencia

- 2.1 *Estándares ASTM:*
D 1293 Métodos de Prueba para el pH del Agua³.
D 2330 Métodos de Prueba para Sustancias Activas al Azul de Metileno⁴.
E 1625 Métodos de Prueba para Determinar la Biodegradabilidad de Químicos Orgánicos en Masa (Sludge) Activada Semicontinua (SCAS)⁵.

3. Resumen del Método de Prueba

- 3.1 La muestra primeramente se somete a una prueba de presunción basada en un cultivo agitado. Cuando sea necesario, la muestra puede someterse a una prueba de confirmación basada en un tratamiento semicontinuo con masa (sludge) activada.
- 3.2 En la prueba de presunción, se inoculan microorganismos en un frasco que contiene un medio de crecimiento microbiano químicamente definido (medio basal) y el surfactante (surfactant) a ser probado. La aeración es llevada a cabo por agitación continua del frasco. Después de dos transferencias de adaptación,

- 3.3 En la prueba de confirmación, se usa una masa (sludge) activada obtenida de una planta de tratamiento de efluentes. La masa (sludge), el surfactante (surfactant) a ser probado, y un efluente sintético usado como fuente de energía para los microorganismos, se colocan todos en una cámara de aeración especialmente diseñada. La mezcla es ventilada por 23 horas, asentada, y se remueve el material superficial. La masa (sludge) restante en la cámara de aeración es entonces devuelta a su volumen con surfactante (surfactant) fresco y efluente sintético, y se repite el ciclo. La biodegradación es determinada por la reducción del contenido de surfactante (surfactant) durante cada ciclo.

4. Significado y uso

- 4.1 Este método de prueba se diseña para determinar si el sulfonato probado será lo suficientemente removido por los métodos usuales de tratamiento de efluentes para el producto a ser seguramente descargado al medio ambiente sin algún tratamiento futuro.
- 4.2 Si la reducción de surfactante (surfactant) en la prueba de presunción es igual o excede al 90%, se considera que el material es adecuadamente biodegradable sin prueba alguna futura.
- 4.3 Si la reducción de surfactante (surfactant) en la prueba de presunción está entre el 80 y el 90%, el material debe someterse a la prueba de confirmación.
- 4.4 Si la reducción de surfactante (surfactant) en la prueba de presunción está abajo del 80%, se considera que el material es inadecuadamente biodegradable.
- 4.5 Si es necesario efectuar la prueba de confirmación, la reducción de surfactante (surfactant) en la prueba debe ser al menos del 90% para que el material se considere adecuadamente biodegradable.
- 4.6 Se puede encontrar un ejemplo de información en ambas pruebas en el Apéndice X4.

5. Aparatos

- 5.1 *Máquina agitadora* – Un agitador reciproco operando a aproximadamente 128 carreras de 51 a 101.6 mm (2 a 4 pulg.) / min., o un agitador giratorio operando de 225 a 250 revoluciones / min., con una amplitud de 25 a 51 mm (1 a 2 pulg.) (Se pueden utilizar otros agitadores si se puede demostrar una aeración equivalente.)

del Sulfonato Alkilbenceno y Sulfonato Alkilo Lineal" por el Comité sobre Métodos de Prueba de Biodegradación de la Asociación de Jabones y Detergentes. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, Vol 42, 1995, página 986

³ Libro Anual de Estándares ASTM, Vol 11 01

⁴ Libro Anual de Estándares ASTM, Vol 11 02

⁵ Libro Anual de Estándares ASTM, Vol 11 05

¹ Este método de prueba esta bajo la jurisdicción de ASTM Comité E-47, los Efectos Biológicos y el Destino Ambiental son responsabilidad directa del Subcomité E 47 06 de Destino Ambiental de Sustancias Químicas. Edición actual aprobada el 10 Oct. 1995, publicada en Dec 1995. Publicada originalmente como D 2667 – 67 T. Última edición previa D 2667 – 89.

² Este método de prueba se basa en "Un Procedimiento y Estándares para la Determinación de la Biodegradabilidad

6. Reactivos y Materiales

6.1 *Pureza del Agua* – Ya sea agua destilada o desionizada puede ser usada en esta prueba. Debe estar libre de materiales bacteriostáticos. El agua derivada de condensado de vapor en muchos casos contendrá aminas, las cuales son inhibitorias para el crecimiento microbiano.

6.2 Medio basal:

6.2.1 La composición del medio basal debe ser como sigue:

NH ₄ Cl	3.0 g
K ₂ HPO ₄	1.0 g
MgSO ₄ ·7H ₂ O	0.25 g
KCL	0.25 g
FeSO ₄ ·7H ₂ O	0.002 g
Extracto de levadura	0.30 g
Agua	1.0 L

6.2.2 El medio basal puede ser preparado disolviendo secuencialmente el NH₄Cl, K₂HPO₄, KCl, FeSO₄ en aproximadamente 800 mL de agua ajustando el pH a 7.2 ± 0.2 con una solución diluida de ácido hidroclicorídrico o hidróxido de sodio. El extracto de levadura y el MgSO₄ disueltos en 200 mL de agua son entonces añadidos revolviendo con la primera solución. Alternativamente, el medio puede ser preparado usando soluciones adecuadas de un caldo de las sales, pero el pH debe ser ajustado antes que se añada el MgSO₄. En cualquier caso, el extracto de levadura debe ser añadido en forma seca inmediatamente antes de usarse. Es importante usar el medio basal inmediatamente después de su preparación para evitar el crecimiento de bacterias. El medio basal debe ser añadido a uno de los siguientes frascos ***** : 500 mL en un frasco de 1-L, 1000 mL en un frasco de 2-L, y 1500 mL en un frasco de 4-L.

NOTA 1 – Los frascos de 1 y 2 L son más adecuados para un agitador giratorio y el frasco de 4 L para un agitador recíproco.

NOTA 2 – El pH del medio debe ser revisado antes de su uso y ajustado a un pH de 6.8 a 7.2 si es necesario.

6.2.3 Los frascos deben ser tapados con tapones de algodón o su equivalente para reducir la contaminación y evaporación.

6.3 Cultivo Microbiano:

6.3.1 *Fuente* – La inoculación microbiana puede ser obtenida de cualquiera de las siguientes fuentes:

6.3.1.1 Fuentes Naturales (suelo, agua de río / lago, efluentes, masa (sludge) activada, efluente secundario, etc.)

6.3.1.2 Cultivos de laboratorio (masa (sludge) activada, descargas a ríos, etc.)

6.3.2 *Almacenamiento de Cultivos* – Si se desea, el cultivo puede ser almacenado como un cultivo de frasco de agitación por transferencias semanales en el medio basal añadiendo 10 mg/L de sulfonato alquil lineal (LAS, por sus siglas en Inglés)⁶.

⁶ LAS puede ser obtenido en EPA, División de Aseguramiento de Calidad del Laboratorio de Apoyo y Monitoreo Ambiental, Cincinnati, OH 45268.

Por cada transferencia semanal use 1 mL de cultivo semanal (7 días) por cada 100 mL de medio fresco.

7. Estandarización

7.1 Como un control en el cultivo y usando condiciones de prueba, el proceso total es invalidado si el resultado con una muestra de referencia de sulfonato alquil lineal⁶ es menor que el 90% de remoción según lo medido por pérdida de sustancia activa de azul de metileno (MBAS por sus siglas en Inglés.)

8. Procedimiento

8.1 *Adición de surfactante (surfactant) al Medio Basal:*

8.1.1 Añada 10 mg/L de surfactante (surfactant)⁷ (base activa) a los frascos que contengan el medio basal. Si se usan soluciones de caldo de surfactante (surfactant), se debe confirmar la estabilidad durante el almacenamiento.

8.1.2 Use un frasco por cada surfactante (surfactant) siendo probado, además de un frasco de control para LAS,⁶ control adicional si se desea (vea la Nota 3), y un frasco puro conteniendo todos los componentes del medio basal pero sin surfactante (surfactant.)

NOTA 3 – Una muestra de referencia LAS que cumple con los estándares de biodegradabilidad de ambas pruebas de presunción y confirmación está disponible en la Agencia de Protección Ambiental (EPA por sus siglas en Inglés.) Esta muestra es un compuesto de varios productos comercialmente disponibles, y que se cree ser típica (desde un punto de vista estándar de biodegradabilidad) de surfactantes (surfactant) LAS en uso comercial. Se sugiere que una prueba de control se lleve a cabo usando este material, cuando se quiera determinar la biodegradabilidad de un surfactante (surfactant.) Los valores de biodegradación para los estándares EPA LAS se determinan en la información adicional de EPA. Un análisis más completo y reciente puede ser encontrado en el Apéndice X2.

NOTA 4 – La falta de obtener repetidamente los valores de biodegradación prescritos para el control de surfactante (surfactant) (LAS) indica que las condiciones no son favorables para la actividad microbiana normal o que existen problemas analíticos. Estos problemas deben ser investigados por un microbiólogo experimentado o por un químico analítico.

8.2 *Inoculación* – Usando el cultivo descrito en 6.3, inocule los frascos. Use el mismo cultivo para todos los frascos incluyendo el de control y el puro. Use 1 mL de inoculación por cada 100 mL de medio basal en el frasco.

8.3 *Incubación* – Coloque los frascos que contienen el medio basal, surfactante (surfactant), e inoculación en una máquina de agitación que producirá una aeración y mezcla aceptable para la biodegradación. Mantenga la temperatura del contenido del frasco a $25 \pm 3^\circ \text{C}$, y mida, y, si es necesario, ajuste el pH del medio al principio de cada periodo de incubación a un pH de 6 a 8.

⁷ La información de apoyo sugiere que las concentraciones en exceso de 10 mg/L podrían ser inhibitorias para los microorganismos en el cultivo de agitación. Información disponible de la Central ASTM:

- 8.4 *Adaptación* (Aclimatación) – Antes de iniciar la prueba de biodegradación, haga dos transferencias de climatización de 72 h., del frasco en 8.3 de acuerdo al siguiente dibujo ilustrativo describiendo la secuencia comprendida en 8.2, 8.3, y 8.4.

- 8.5 *Análisis* (Vea el Método de Prueba D 2330):

NOTA 5 – Es importante seguir exactamente el Método de Prueba D 2330 ya que se sabe que elimina los efectos de los iones de interferencia que podrían estar presentes.

- 8.5.1 Para seguir el curso de la biodegradación, remueva las muestras de los frascos de agitación para su análisis. Las muestras deben ser tomadas durante la prueba de ocho días a la hora cero (inmediatamente después de la inoculación y mezcla del contenido del frasco) y en los días siete y ocho. Las muestras a la hora cero de las dos transferencias adaptivas son las más adecuadas para asegurar la concentración inicial apropiada. A menos que los análisis se lleven a cabo inmediatamente, se debe añadir 1 mL de formaldehído / 100 mL de muestra para la preservación de ésta (hora cero o 7 u 8 días.) Cuando se usa un preservante, añádalo a todas las muestras, incluyendo a la muestra pura, y almacene todas las muestras a 4°C.
- 8.5.2 Debido a que el resultado analítico de la muestra pura es usado para corregir los resultados de los otros frascos, use el mismo tamaño de muestra (o factor de dilución) para la muestra pura así como para las otras muestras.

9. Cálculo

- 9.1 Calcule la concentración neta de surfactante (surfactant) sustrayendo los valores de la muestra pura analizada de los valores analizados para los otros frascos.
- 9.2 Calcule el porcentaje de remoción de la reducción en la concentración de surfactante (surfactant) como sigue:

$$\text{Porcentaje de remoción (Día } x) = \frac{[(S_0 - B_0) - (S_x - B_x)]}{(S_0 - B_0)} \times 100 \quad (1)$$

donde:

S_0 y S_x = análisis de cultivos de prueba de surfactante, y
 B_0 y B_x = análisis de cultivos puros, en los Días 0 y x ,
 expresados como concentraciones de MBAS, mg/L.

- 9.3 El resultado de la prueba debe ser calculado como el promedio de las remociones de los días siete y ocho.

10. Precisión y Prejuicio

- 10.1 *Resumen* – Se utilizaron análisis estadísticos para determinar la reproducibilidad de los métodos y el mejor estimado del porcentaje real de remoción. Usando estas estadísticas para cada surfactante (surfactant), se calcularon los límites de confiabilidad

alrededor del porcentaje real de remoción y los límites inferiores de tolerancia para resultados individuales.

10.2 Enfoque estadístico utilizado:

- 10.2.1 Se llevaron a cabo tres experimentos cooperativos durante un periodo de 15 meses. Cada experimento fue diseñado para proveer unidades réplica en cada operación y operaciones réplica para cada laboratorio. Además, en el primer experimento, se obtuvieron análisis réplica para cada unidad. De esta manera se investigaron cuatro niveles o fuentes de variabilidad: laboratorio – laboratorio, operación – operación entre laboratorios, unidad – unidad entre operaciones, y análisis – análisis entre unidades.
- 10.2.2 Debido a que todos los laboratorios participantes no tenían las instalaciones para conducir todo el esquema de prueba, el análisis estadístico fue llevado a cabo reconociendo los diversos números de grados de libertad en el diseño experimental. Los resultados de las pruebas en cada nivel de variabilidad fueron promediados para ceder el promedio al próximo nivel superior; por ejemplo, el medio más importante es el promedio de los recursos del laboratorio y no el promedio de operaciones individuales o recursos de la unidad. Se cree que cualquier pérdida mínima en la precisión de los límites de confianza es de menor importancia que influenciar indebidamente los resultados cuando unos cuantos laboratorios entregan una proporción mayor de las determinaciones.
- 10.2.3 Se observó del primer conjunto de informaciones que la variabilidad aumentó cuando los porcentajes de remoción disminuyeron, y que la distribución de los resultados se inclinó hacia el porcentaje menor de los valores de remoción. Como un paso de estabilización de la variable, la transformación de la raíz cuadrada atribuida a Yates y discutida por Barlett⁵ fue aplicada a la información antes del análisis. La transformación usada fue:

$$X = (100 - Y + Z) \quad (2)$$

Donde:

Y = valor del porcentaje de remoción observado, y
 Z = valor menor.

Debido a que todos los cálculos fueron hechos por computadora, se exploró un rango de valores Z de 0 a 2.0. Se encontró que $Z = 0.1$ estabilizó exitosamente la variación. En estado transformado, se encontró que la población se aproximó a la normalidad.

- 10.2.4 Después de la transformación, se determinaron los medios y se llevó a cabo un análisis de la variación para estimar los componentes de variación para las fuentes listadas anteriormente. Usando estas estadísticas, se calcularon los límites de confiabilidad alrededor del porcentaje de remoción verdadero y los límites inferiores de tolerancia para resultados individuales.

⁵ Barlett, M. S., "El Uso de La Transformación," *Biométricos*, Vol 3, No. 1, Marzo 1947, pag 39-52

10.3 Resultados:

Unidad – unidad	0.0120	97	0.0033	36
Total para una determinación sencilla	0.2633	31 ^A	0.2503	20 ^A

^A Medio armónico

10.3.1 *Componentes de la Variación* – Durante trabajos anteriores, el análisis de los componentes de variación indicados no necesitaron un duplicado de análisis y solo se hicieron análisis sencillos por el resto del estudio. Considerando las otras fuentes de variabilidad, las variaciones de laboratorio-laboratorio fueron significativamente mayores que las variaciones entre operaciones en el mismo laboratorio. La Tabla 1 resume la importancia relativa de las fuentes de variabilidad. Esta información son variables agrupadas de los cinco materiales LAS.

10.3.2 *Límites de Confianza y Tolerancia* – La Tabla 2 presenta los medios y límites obtenidos. El límite inferior de tolerancia es aquel valor superior al 95.0% de los resultados de determinaciones simples que se espera que caigan (con el 95% de confianza.)

**PRUEBA DE CONFIRMACIÓN
(MASA (SLUDGE) ACTIVADA SEMICONTINUA)**

11. Aparatos

11.1 Cámaras de Aeración (Ver Fig. 1):

11.1.1 *Construcción* – Use tubos de metacrilato de metilo (methyl metacrylate) de diámetro interno de 83 mm (3 ¼ pulg.) Adelgace el extremo inferior a 30° de la vertical hasta un hemisferio de 13 mm (½ pulg.) en el fondo. Deje en el fondo un agujero de 25.4 mm (1 pulg.) de diámetro para insertar el tubo de ventilación (entrega de aire) 25.4 mm arriba de la unión de la pared adelgazada y la vertical. La medida total de la cámara de aeración debe ser al menos 600 mm (24 pulg.) Un agujero opcional de drenaje puede ser agregado en el nivel de 500 mL para facilitar el muestreo. Las unidades se dejan abiertas a la atmósfera. Se puede usar vidrio en ves de metacrilato de metilo.

11.1.2 *Montaje* – Monte las unidades perpendicularmente.

11.1.3 *Muestreo* – Haga el muestreo opcionalmente, por sifón, a través de la parte superior de la unidad, o por un tubo de drenaje en el nivel 500 mL.

Fuente de la variación	Frasco de agitación		Semicontinuo	
	Variación n	Grados de libertad	Variación n	Grados de libertad
Lab – lab	0.1928	14	0.2045	10
Operación – operación	0.0585	66	0.0425	39

TABLA 2 Precisión y Prejuicio de Surfactante Removido, Porcentaje

Muestra	Prueba del frasco de agitación					Prueba semicontinua				
	Medio	95% del límite de confianza	Límites de tolerancia inferior ^A	Número de labs.	Número de reps.	Medio	95% del límite de confianza	Límites de tolerancia inferior ^A	Número de labs.	Número de reps.
Compuesto LAS 1-1	93.5	92.1 a 94.8	86.8	11	52	97.4	95.9 a 98.6	92.3	7	27
LAS 3S	95.6	94.5 a 96.5	89.7	15	86	98.3	97.1 a 99.2	93.9	11	43
ABS Lot 3	21.5	14.0 a 29.0	0	13	43	58.2	46.5 a 69.9	9.4	12	12
Desconocidos:										
A	94.5	92.2 a 96.5	88.2	7	23	97.5	95.6 a 98.8	92.5	4	11
B	90.0	87.2 a 92.5	82.0	8	25	94.5	92.8 a 96.0	87.8	5	15
C	94.0	91.3 a 96.1	87.4	7	25	97.4	95.0 a 99.1	92.4	4	10

^A 95% de los resultados individuales caerán arriba de este valor (95% de confianza)

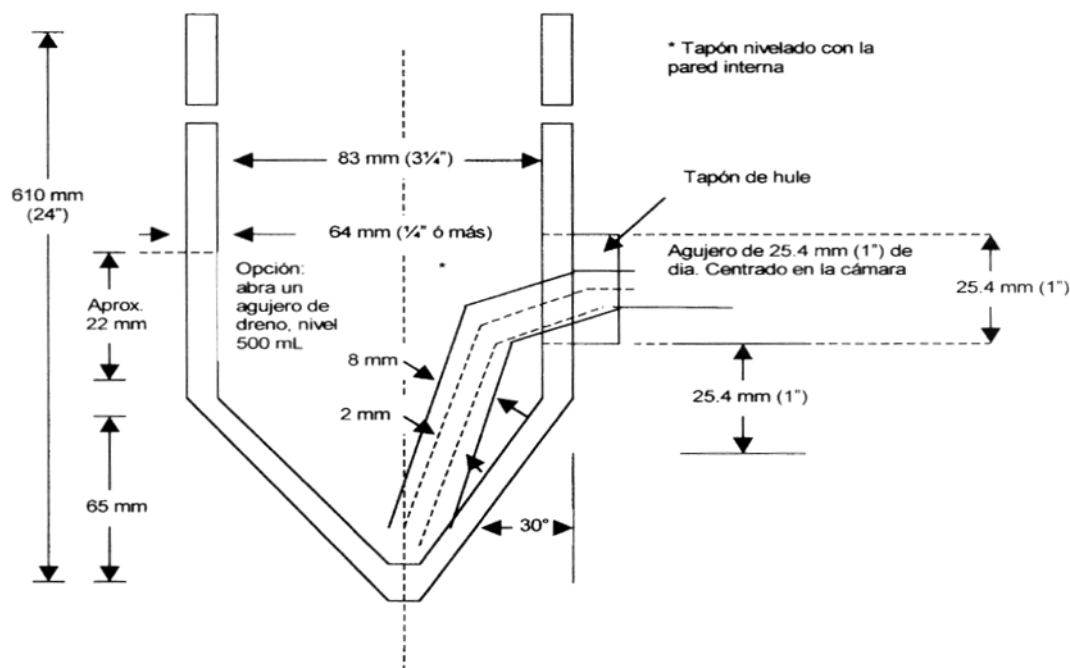
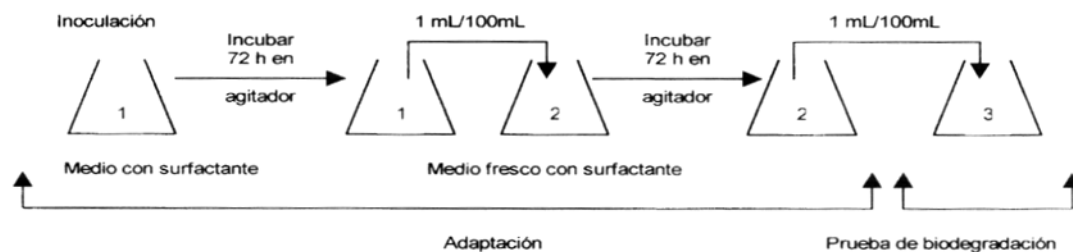


FIG. 1 Cámara de Aeración de Masa (Sludge) Activada Semicontinua



- 11.1.4 *Ventilación (Entrega de aire)* – Use un tubo capilar de diámetro externo de 8 mm y de 2 mm de diámetro interno. Coloque el extremo del capilar de 7 mm (¼") desde el fondo de la cámara de aeración.

12. Reactivos y Materiales

- 12.1 *Masa (Sludge) Activada* – Para pruebas iniciales, recoja la masa activada de una planta de efluentes que trata principalmente desperdicios domésticos. Ajuste los sólidos suspendidos diluyendo con agua del chorro de la ciudad, hasta 2500 mg/L para comenzar la prueba. Si se desea se puede usar masa aclimatada en el laboratorio (es decir, aclimatada al efluente sintético y según el horario de descarga.) Mantenga los sólidos suspendidos en la solución mezclada a 2500 ± 500 mg/L desechando sólidos según sea necesario en la prueba. Si los sólidos suspendidos en la solución mezclada caen debajo de 2500 mg/L, podría requerirse que se espese la masa. (Vea el Método de Prueba E 1625 para espesar los sólidos suspendidos en la solución mezclada.)
- 12.2 *Solución de Caldo de Efluente Sintético:*

Glucosa	13.0 g
Caldo de nutrientes	13.0 g
Extracto de carne	13.0 g
Fosfato de Hidrógeno Dipotasio	13.0 g
Sulfato de Amonio	2.5 g

Haga un litro con agua del chorro, disuelva calentando justamente abajo del punto de ebullición. Almacene en un refrigerador a menos de 7°C. Deseche la solución del caldo si aparece crecimiento biológico (turbidez a simple vista; confirme con un microscopio si lo desea.)

- 12.3 *Desespumante de Silicón (Silicon Defoamant)⁹*
- 12.4 *Aire Comprimido* – Filtre a través de lana cristalizada u otro medio adecuado para remover la contaminación (aceite, etc.)

13. Calibración y Estandarización

- 13.1 *Controles puros* – Con cada operación, mantenga una unidad pura lista para alimentar, así como con las otras unidades de prueba, pero sin surfactante. (los análisis de surfactante de efluentes de entrada y de salida de esta unidad se sustraen de las unidades de prueba.)
- 13.2 *Surfactante de Control Interno* – Con cada operación, incluya un LAS de alimentación de la unidad⁶ como control en la conveniencia de la masa y condiciones de operación.
- 13.3 *Validación:*
- 13.3.1 Para cada surfactante, el resultado no es válido si no se cumplen las condiciones o el nivel de operación (Vea 15.2.)
- 13.3.2 Como un control de las condiciones de la masa y de operación, los resultados de la operación total son invalidados si el resultado para LAS (Nota 3) no se cumple.

Se ha encontrado que es satisfactorio el Union Carbide's SAG 470.

14. Procedimiento

14.1 Cámara de Aeración:

- 14.1.1 *Volumen de Operación del Líquido* – 1500 mL.
- 14.1.2 *Volumen de Alimentación y del Efluente* – 1000 mL diarios de masa asentada y restos de líquido en la unidad después que se remueve el efluente.)
- 14.1.3 *Proporción de Aire* – Mantenga a 500 mL / min. (1 pié / h.)
- 14.1.4 *Temperatura* – Mantenga a $25 \pm 3^\circ\text{C}$.

14.2 *Aeración y Estabilización* – El periodo de aeración debe ser como promedio de 23 h / día con desviaciones individuales de no más de 1 h. El periodo de estabilización (asentamiento) debe ser al menos de ½ h.

14.3 *Desespumante* – Si hay demasiada espuma, use una mínima cantidad de desespumante de silicón para mantener la espuma dentro de la unidad.

14.4 *Cuidado de la Cámara* – Para prevenir la acumulación de sólidos y surfactante sobre el líquido, las paredes de la unidad deben ser limpiadas periódicamente. Mantenga un raspador o cepillo exclusivo para cada unidad para reducir la contaminación entre unidades. Exactamente después de la alimentación, raspe y lave los sólidos residuales que se adhieren a las paredes de la cámara, y raspe posteriormente si es necesario, pero no durante las últimas ocho horas del ciclo.

14.5 Rutina Diaria:

- 14.6.1 Si es necesario, remueva suficiente licor mezclado o espese la masa para mantener los sólidos suspendidos entre 2000 y 3000 mg/L.. (Vea 12.1.)
- 14.6.2 Detenga la aeración para dejar que se asiente por 30 min.
- 14.6.3 Lea el volumen de la masa asentada de 30 min. (Vea 14.10.) Este paso es opcional.
- 14.6.4 Remueva los 1000 mL. superiores (efluente) para análisis subsecuentes, dejando 500 mL. de masa asentada y licor en la cámara de aeración.
- 14.6.5 Reinicie la aeración.
- 14.6.6 Añada 1000 mL. de alimentación a la cámara; la composición de la alimentación es:

Glucosa, caldo de nutriente, extracto de carne de res, y fosfato	130	mg/L
cada uno		
Sulfato de Amonio	25	mg/L
Surfactante	20	mg/L
	(o cero para el	
puro)		

- 14.6.7 Cuando se necesita un análisis de efluente de entrada (Vea 14.7), combine los siguientes:

10 mL de solución de caldo de efluente sintético (12.2.)
20 mg de surfactante (si se usa una solución de caldo, se debe confirmar la estabilidad durante el almacenamiento.)
Agua del chorro para llevar hasta el volumen (1000 mL total.)

- 14.6.8 Cuando no se necesita un análisis de efluente de entrada, añada lo siguiente directamente a la cámara:

10 mL de solución de efluente de caldo sintético (Vea

- 12.2.)
20 mg de surfactante
Agua del chorro para llevar hasta el volumen (1000 mL total.)
- 14.6.9 Limpie las paredes de la cámara de aeración (Vea 14.4.)
- 14.6.10 Tome una muestra, si es requerido, para sólidos suspendidos (Vea 14.9) de 2 a 3 h después de la alimentación.
- 14.7 *Análisis de surfactante (MBAS)* (Vea el Método de Prueba D2330.)
- 14.7.1 *Muestras:*
- 14.7.1.1 Efluente de entrada para cada unidad, incluyendo la pura (Vea 14.6.7.)
- 14.7.1.2 Efluente no filtrado de cada unidad incluyendo la pura (14.6.4.)
- 14.7.2 *Frecuencia:*
- 14.7.2.1 *Efluente de Entrada* – Cada 5 días, no incluyendo el periodo de acumulación de incremento de surfactante (Vea 14.5.) Al menos de las muestras del efluente de entrada, deben caer dentro del periodo de "nivel de operación" (15.2.)
- 14.7.2.2 *Efluente* – Diariamente.
- 14.7.3 *Conservación de la muestra* – Debido a que el resultado analítico de la unidad pura se usa para convertir los resultados de las otras unidades, use el mismo tamaño de muestra (o factor de dilución) para la muestra pura así como para las otras muestras.}
- 14.8 *Análisis del pH del Efluente (Opcional)* – (Vea el Apéndice X3) Determine el pH en el efluente no filtrado.
- 14.9 *Análisis de Sólidos Suspendidos* – (Vea el Apéndice X3):
- 14.9.1 Obtenga una muestra del licor mezclado de 2 a 3 h después de la alimentación. Raspe las paredes dentro de 30 min. antes de extraer la muestra. Para remover la posible estratificación de la masa, aumente temporalmente el flujo de aire de 2 a 5 min. antes de extraer la muestra.
- 14.9.2 Obtenga muestras en intervalos de 3 a 4 días.
- 14.10 *Determinación del Índice de Volumen de la Masa (Opcional)* (Vea el Apéndice X3):
- 14.10.1 Determine en los mismos días que para los sólidos asentados.
- 14.10.2 Observe el volumen de la masa asentada en la unidad después de un periodo de 30 min. de asentamiento.
- 14.11 *Duración de la Prueba* – El mínimo de tiempo requerido para probar un surfactante nuevo es de 15 días, de la manera siguiente:
- 5 días para la acumulación del incremento de surfactante (Vea 14.5.)
3 días de equalización a 20 mg/L de surfactante
7 días de operación de nivel según se define a continuación (Vea 15.2.)

15. Cálculo

15.1 *Remoción del Surfactante:*

- 15.1.1 Calcule el porcentaje de remoción diario de surfactante comenzando con el cuarto día en el cual la alimentación de surfactante es de 20 mg/L:

$$\text{Remoción (Día } x, \% = [(S_i - S_o)/S_i] \times 100 \quad (3)$$

Donde:

S_i = promedio de 5 análisis de efluente de entrada corregidos sustrayendo los análisis de los efluentes de entrada puros, y

S_o = análisis del efluente menos el análisis del efluente puro para el día.

- 15.1.2 El resultado de la prueba es el porcentaje promedio de remoción en un periodo de 7 días de nivel de operación según se definió en 15.2.

- 15.2 *Operación del Nivel* – La operación del nivel es determinada separadamente para cada unidad y se define como un periodo de siete días durante el cual la diferencia en porcentaje de remoción en cualquiera de dos días consecutivos no es más del 5%, y la diferencia en promedio de porcentaje de remoción para los primeros tres días y el promedio para los últimos tres días no es más del 3%. A menos que los análisis se lleven a cabo inmediatamente, se debe añadir 1 mL de formaldehído / 100 mL de muestra para preservar cualquier muestra. Cuando se usa preservante, añádalo a todas las muestras, incluyendo la pura.

- 15.3 *Índice del Volumen de la Masa* (Nota 6):

Índice del volumen de la masa = volumen asentado en mL después de 30 min/sólidos suspendidos en mg/L X 667. (4)

NOTA 6 – Se usa el factor 667 ya que el volumen total siendo asentado es 1500 mL. Este cálculo da el mismo resultado que el método dado en el Apéndice X3.

16. Precisión y Prejuicio

- 16.1 Vea la Sección 10.

17. Palabras Clave

- 17.1 Sulfonato Alkilbenceno, Biodegradabilidad, Prueba de Confirmación, Prueba de Presunción, Masa Activada Semicontinua, Cultivo de Agitación.

ANEXOS
(Información Obligatoria)

A1. EXTRACCIÓN DE SULFONATO ALKILBENCENO (ABS) DE PRODUCTOS DETERGENTES

- A1.1 El método recomendado para la extracción de surfactante del producto se basa en la publicación de la Organización para la Cooperación Económica y Desarrollo (OECD por sus siglas en Inglés) "Contaminación por Detergentes – Determinación de la Biodegradabilidad de los Agentes Activos Superficiales Sintéticos de Amonio"¹⁰. Se especifica un gran rango de condiciones, dependiendo del producto involucrado, pero la proporción del producto:agua:isopropanol no es crítica, siempre que la fase acuosa contenga al menos 70 g de carbonato anhidro potasio (anhydrous potassium carbonate) por 100 mL durante todo el proceso de extracción. Esto asegura que la "extracción de sales" del isopropanol y ABS de la fase acuosa sea completa.
- A1.2 La recuperación de surfactante del producto debe exceder el 90% w/w, y es necesario determinar el contenido de surfactante aniónico del producto, si es desconocido. Este valor y la concentración de la solución de caldo de surfactante usado en las pruebas de biodegradabilidad pueden ser determinados por titulación con una solución estándar de la Hiamina (Hyamine) surfactante catiónica.
- A1.3 Las cantidades de producto, agua, e isopropanol usadas en la extracción, varían según el tipo de producto y el contenido de surfactante, y podrían necesitar ser establecidas en cada caso, pero el procedimiento general es dado a continuación.
- A1.4 La cantidad de la muestra en polvo usada debe ser suficiente para dar aproximadamente 1 g de surfactante. Se pesa en un vaso de precipitaciones (beaker) seco de 250 mL y el volumen apropiado de agua de grado de reactivo añadida para producir una pasta delgada. Se añadió un agitador magnético a la muestra que fue colocada en un plato de agitación. La velocidad del agitador es ajustada para que el líquido sea agitado sin salpicar. La masa de carbonato anhidro potasio se pesa en un vaso de precipitaciones (beaker) seco de 250 mL y se añade gradualmente al líquido agitado. La mezcla es agitada por 10 min., y luego se añadió una cantidad apropiada de isopropanol. La mezcla tiende a espesarse en esta etapa, y podría ser necesario aumentar la velocidad del agitador para evitar la separación de la fase orgánica. La viscosidad de la mezcla cae de nuevo después de algunos minutos, y en este punto es necesario reducir la velocidad del agitador para prevenir las salpicaduras.
- isopropanol. La mezcla se filtra en un filtro Whatman No. 541 usando un embudo Büchner y se lava con una porción extra de isopropanol. El filtrado es transferido cuidadosamente a un embudo de separación de 250 mL lavando el frasco Büchner con cantidades pequeñas de isopropanol.
- A1.5 Las fases son separadas, y el extracto alcohólico es transferido a un vaso de precipitaciones (beaker) pre pesado de 100mL. El embudo de separación se lava con isopropanol y lo lavado se añade al extracto. El extracto es evaporado hasta secarse en un baño de vapor, pasando delicadamente una corriente de nitrógeno sobre la superficie del líquido. El extracto se seca hasta un peso constante, es decir, hasta que dos pesos consecutivos difieran por menos de 0.1 g.
- A1.6 El contenido de ABS del extracto se determina por titulación difásica con una solución Hiamina estándar usando un indicador mezclado azul de dimidio de bromuro/disulfina (dimidium bromide/disulphine) (Vea Anexo 2), y el peso del surfactante extraído del producto es calculado. Este debe ser mayor que el 90% para asegurar que el material extraído es representativo del surfactante en el producto.
- A1.7 La cantidad de caldo del surfactante usado en las pruebas de biodegradabilidad se prepara disolviendo un peso adecuado de extracto en 1 L de agua de grado de reactivo, y el grado de surfactante es también determinado por titulación con Hiamina.

¹⁰ Publicaciones de L'OCDE, 2 rue Andre-Pascal, Paris-16e, No. 29.651, Depot
légal 2296 1972

A2. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ABS DEL PRODUCTO Y CONCENTRACIÓN DE ABS DE LA SOLUCIÓN DEL CALDO

A2.1 El procedimiento de titración usado para determinar el contenido de ABS del producto y la concentración de ABS en la solución del caldo es un método estándar usado para determinar los surfactantes aniónicos en soluciones acuosas.¹¹

Los surfactantes aniónicos son determinados por titración con soluciones estandarizadas del

surfactante catiónico, Hiamina 1622. Se usan una titración de dos fases (cloroformo / agua) y un sistema de indicador mezclado (es decir, azul de dimidio de bromuro/disulfina (dimidium bromide/disulphine).)

¹¹ Reid, V.W., Longman, G.F., y Heinerth, E., "La Determinación de Detergentes Aniónicos Activos por Titración de Indicador Mezclado de Dos Fases," Tenside, Enero 1967.

APÉNDICES (Información no obligatoria) X1. INFORMACIÓN DE LA EXTRACCIÓN

TABLA X1.1 Extracción de LAS de Productos Formulados – Método de Extracción de Isopropanol OECD^{A,B}

Producto	A	B	C ^C	D	E	F
Peso del producto, g	300	300	350	300	300	200
Volumen del agua, mL	1250	1250	...	1250	1250	1000
Peso del K ₂ CO ₃ , g	1050	1050	315	1050	1050	700
Volumen del isopropanol, 1°. Extracción, mL	2250	2250	525	2250	2250	1500
Volumen del isopropanol, 2°. Extracción, mL	750	750	175	750	750	500
Peso calculado de LAS, g	39.0	53.7	34.7	48.6	60.0	48.0
Peso de LAS recuperado, g	39.4	54.1	34.5	48.9	56.7	47.2
LAS recuperado, %	101.0	100.7	99.4	100.6	94.5	98.3

^A Junta Directiva del Medio Ambiente, Método Propuesto para la Determinación de la Biodegradabilidad de Surfactantes Usados en Detergentes Sintéticos, París 1976, Sección 5.1.2, pp. 20-23.

^B Resultados obtenidos con dos extracciones con IPA. Laboratorio de Prueba – Centro de Investigación del Agua, Medmenham, United Kingdom.

^C Producto líquido.

TABLA X1.2 Extracción de LAS de Productos Formulados – Método de Extracción de Isopropanol OECD^{A,B}

Producto	A ^C	B ^C	C ^C	D	E	G
Peso del producto, g	20	20	20	10	10	10
Volumen del agua, mL	...	...	...	50	50	50
Peso del K ₂ CO ₃ , g	14	14	14	35	35	35
Volumen del isopropanol, 1°. Extracción, mL	30	30	30	50	75	50
Volumen del isopropanol, 2°. Extracción, mL	...	...	...	...	...	...
Peso calculado de LAS, g	2.02	2.01	2.00	1.93	2.24	1.98
Peso de LAS recuperado, g	1.83	1.81	1.83	1.91	2.35	2.15
LAS recuperado, %	90.5	90.1	91.4	98.8	105.2	108.4

^A Junta Directiva del Medio Ambiente, Método Propuesto para la Determinación de la Biodegradabilidad de Surfactantes Usados en Detergentes Sintéticos, París 1976, Sección 5.1.2, pp. 20-23.

^B Resultados obtenidos con una sola extracción con IPA. Laboratorio de Prueba – Laboratorio Unilever Research Port Sunlight, Merseyside, United Kingdom.

^C Producto líquido.

TABLA X1.3 Extracción de LAS de Productos Formulados – Método de Extracción de Isopropanol OECD^{A,B}

Producto	A ^C	B	C	D
Peso del producto, g	350	300	200	200
Volumen del agua, mL	...	1500	1000	1000
Peso del K ₂ CO ₃ , g	315	1050	700	700
Volumen del isopropanol, 1°. Extracción, mL	525	2250	1500	1500
Volumen del isopropanol, 2°. Extracción, mL	175	750	500	500
Peso calculado de LAS, g	35.2	36.3	44.8	39.7
Peso de LAS recuperado, g	35.2	34.7	44.5	38.9
LAS recuperado, %	100.0	95.6	99.3	98.0

^A Junta Directiva del Medio Ambiente, Método Propuesto para la Determinación de la Biodegradabilidad de Surfactantes Usados en Detergentes Sintéticos, París 1976, Sección 5.1.2, pp. 20-23.

^B Resultados obtenidos con dos extracciones con IPA. Laboratorio de Prueba – Laboratorio Unilever Research Port Sunlight, Merseyside, United Kingdom.

^C Producto líquido.

X2. BIODEGRADACIÓN¹² E INFORMACIÓN ANALÍTICA¹³ EN SOLUCIONES DE REFERENCIA EPA LAS

TABLA X2.1 Resultados de Este Método de Prueba (Prueba de Presunción – Cultivo de Agitación) en EPA LAS Tanda 0990 de la Muestra de Referencia, Peso Molecular Promedio: 342, % de Activo 6.03.

Sustancia en Prueba	T_0 Concentración Medida, mg de activo / L	7 Día de Remoción, %	8 Día de Remoción, %	Promedio de Remoción, %
Solución de Referencia EPA LAS	25.46	97.3	96.3	96.8

TABLA X2.2 Resultados de Este Método de Prueba (Prueba de Confirmación – Masa Activada Semi Continua) en EPA LAS Tanda 0990 de la Muestra de Referencia, Peso Molecular Promedio: 342, % de Activo 6.03.

Sustancia en Prueba	% de MBAS removidos
Solución de Referencia EPA LAS	99.6

TABLA X2.3 Resultados Analíticos

No. RFW:	9403F 140-009
Descripción de la muestra:	Estándar EPA (0990)
No. de Laboratorio ITL:	244088
Fecha de Recolección:	8 de Marzo, 1994
Fecha de Recepción (Laboratorio):	8 de Marzo, 1994
Matriz de la Muestra:	Estándar Analítico
Fecha de Preparación (Desulfonación):	15 de Marzo, 1994
Fecha del Análisis:	13 de Marzo, 1994
Peso / Volumen de la Muestra:	1.7196 g
Volumen del Extracto:	100 mL
Factor de Dilución:	1
Volumen Alicuota para la Desulfonación:	1 mL
Volumen del Extracto Final:	0.5 mL
Volumen de Inyección:	1 µL
Total de orgánicos (1):	N.A.
Trióxido de Azufre, antes de la hidrólisis (2):	1.46
Trióxido de Azufre, después de la hidrólisis (2):	1.46
Contenido Activo (3):	6.19
Distribución de Isómeros:	
C ₁₀ , %	15.68
C ₁₁ , %	38.62
C ₁₂ , %	38.81
C ₁₃ , %	6.89
C ₁₄ , %	0.00
Medida Promedio de la Cadena:	11.37
Peso Molecular Promedio:	339.2

¹² Conducido por Roy F. Weston Inc. Laboratorio Destino y Efectos, 254 Welsh Pool Road, Lionville, PA 19341-1345.

¹³ Conducido por los Laboratorios de Pruebas Industriales, Inc., 2350 S. Seventh St., St Louis, MO 63104-4296.

TABLA X2.3 Continuación

No. de Reporte: 94-03-00993		
Cliente: Weston		
Número ITL	244088	
No. RFW	9403F 140-009	
Descripción de la Muestra	Estándar EPA	
Información de Desulfonación	3/15/94	
Info. del Análisis (mes/día año)	5/13/94	
Número de operación	19	
No. de Cromatograma	12	
Distribución de Isómero, %		Tiempo de Retención (min)
C 10-5, área	3.352	24.65
C 10-4, área	3.003	25.07
C 10-3, área	3.375	25.97
C 10-2, área	4.937	27.76
C 10-total, %	15.68	
C 11-6, área	3.595	29.47
C 11-5, área	8.112	29.62
C 11-4, área	6.620	30.10
C 11-3, área	7.594	31.10
C 11-2, área	10.207	32.87
C 11-total, %	38.62	
C 12-6, área	7.110	34.29
C 12-5, área	7.320	34.51
C 12-4, área	5.796	35.07
C 12-3, área	7.494	36.06
C 12-2, área	8.580	37.83
C 12-total, %	38.81	
C 13-7,6, área	1.632	38.97
C 13-5, área	1.291	39.28
C 13-4, área	1.082	39.88
C 13-3, área	1.407	41.02
C 13-2, área	1.033	43.18
C 13-total, %	6.89	
C 14-7, área	0.000	
C 14-6, área	0.000	
C 14-5, área	0.000	
C 14-4, área	0.000	
C 14-3, área	0.000	
C 14-2, área	0.000	
C 14-total, %	0.000	
Medida Promedio de la Cadena	11.37	
Peso Molecular	339.2	
Área Total	93.54	

TABLA X2.3 Continuación

No. de Reporte: 94-03-00993		
Cliente: Weston		
Número ITL	244088-2	
	(duplicado)	
No. RFW	9403F 140-009	
Descripción de la Muestra	Estándar EPA	
Información de Desulfonación	3/15/94	
Info. del Análisis (mes/día año)	5/13/94	
Número de operación	18	
No. de Cromatograma	13	
Distribución de Isómero, %		Tiempo de Retención (min)
C 10-5, área	3.197	24.65
C 10-4, área	2.873	25.08
C 10-3, área	3.191	25.98
C 10-2, área	4.796	27.76
C 10-total, %	14.81	
C 11-6, área	3.585	29.46
C 11-5, área	8.009	29.62
C 11-4, área	6.614	30.10
C 11-3, área	7.622	31.10
C 11-2, área	10.411	32.87
C 11-total, %	38.17	
C 12-6, área	7.340	34.29
C 12-5, área	7.474	34.50
C 12-4, área	5.773	35.07
C 12-3, área	7.764	36.06
C 12-2, área	9.184	37.83
C 12-total, %	39.53	
C 13-7,6, área	1.789	38.97
C 13-5, área	1.412	39.29
C 13-4, área	1.202	39.89
C 13-3, área	1.537	41.03
C 13-2, área	1.174	43.18
C 13-total, %	7.49	
C 14-7, área	0.000	
C 14-6, área	0.000	
C 14-5, área	0.000	
C 14-4, área	0.000	
C 14-3, área	0.000	
C 14-2, área	0.000	
C 14-total, %	0.000	
Medida Promedio de la Cadena	11.40	
Peso Molecular	339.6	
Área Total	94.95	

X3. Métodos Analíticos

X3.1 Sólidos Suspendidos¹⁴

X3.1.1 *Aplicabilidad* – Este método será usado para muestras para la prueba de confirmación.

X3.1.2 *Aparatos:*

X3.1.2.1 *Plato de Aluminio*, con fondo perforado, similar a un embudo Büchner, con un diámetro interno de 92 mm y una altura de 25 mm.

X3.1.2.2 *Papel para Filtrar*, de 90 mm de diámetro, rápido, cualitativo.

X3.1.2.3 *Anillo de Hule de Esponja*, de 93 mm de diámetro externo, 75 mm de diámetro interno, aproximadamente 3 mm de espesor.

X3.1.2.4 *Embudo Büchner*, No. 2A, diámetro interno en el fondo de 93mm.

Los métodos para sólidos suspendidos y para el índice de volumen de la masa se adaptan de los dados en: *Métodos Estándar para Examinar*

X3.1.2.5 *Frasco de Filtrado*, de 1L con tubo lateral.

X3.1.3 *Procedimiento* – Coloque el papel de filtrado en el plato de aluminio y seque ambos en un horno a 103 a 105°C. Enfríe en un desecante y pese. Humedezca el papel de filtrado. Coloque el plato en el anillo de hule

en el embudo Büchner y aplique aproximadamente 51 cm (20 pulg.) de Hg de vacío al frasco. Añada inmediatamente al plato de 20 a 100 mL de muestra, la cual debe ceder de 0.1 a 0.4 g de sólidos secos. Después que se ha extraído el agua, seque el plato y sus contenidos por aproximadamente 30 min a 103 a 105°C. Enfrie en el desecante y pese.

el Agua y el Agua de Desecho (12° Ed.), publicado por la Asociación de Salud Pública Americana, 1790 Broadway, New York, NY 10019.

Sólidos suspendidos, mg/L = $[(W_1 - W_0)/\text{mL de muestra} \times 100]$
(X3.1)

donde:

W_1 = peso seco del plato y contenidos después de filtrar, y

W_0 = peso seco del plato con el papel para filtrar.

X3.1.5 *Desviación Estándar* – 0.6 mg en muestra de 100 g.

X3.2 *pH (Opcional)*:

X3.2.1 El pH puede ser determinado clorimetricamente o por el Método de Prueba D 1293, Pruebas para el pH del Agua, si se desea una mayor precisión.

X4. INFORMACIÓN DE BIODEGRADACIÓN PARA UNA MUESTRA LAS TÍPICA

TABLA X4.1 Biodegradación de LAS en la Prueba de Presunción^A

Concentración inicial	9.4 mg/L (MBAS)
Biodegradación (Día 7), %	93.6
	94.7
	97.9
Biodegradación (Día 8), %	96.8
	97.9
	96.8

^A Las muestras se toman de información de apoyo disponible en la central ASTM.

X3.3 *Índice del Volumen de la Masa*¹⁴ (Opcional):

X3.3.1 *Definición* – índice del volumen de la masa (SVI) – el volumen ocupado por 1 g de masa activada después de asentar el licor aerado por 30 min.

X3.3.2 *Procedimiento* – Tome una muestra de 1L de la cámara de aeración; asiente 30 min en un cilindro graduado de 1000 mL, y lea el volumen ocupado por la masa en mililitros.

X3.3.3 *Cálculo*:

SVI = mL de masa asentada X 1000/mg/L de sólidos suspendidos (X3.2)

X4. INFORMACIÓN DE BIODEGRADACIÓN PARA UNA MUESTRA LAS TÍPICA

TABLA X4.1 Biodegradación de LAS en la Prueba de Presunción^A TABLA X4.2 Biodegradación de LAS en la Prueba de Confirmación^A

Concentración inicial	9.4 mg/L (MBAS)
Biodegradación (Día 7), %	93.6
	94.7
	97.9
Biodegradación (Día 8), %	96.8
	97.9
	96.8

Muestra de Prueba Pasta LAS	Biodegradación, Medio % 97.0
--------------------------------	---------------------------------

^A Las muestras se toman de información de apoyo disponible en la

ASTM Internacional no toma posición alguna con respecto a la validez de cualquier derecho de patente afirmada en conexión con cualquier artículo mencionado en este estándar. Los usuarios de este estándar son expresamente advertidos que la determinación de la validez de cualquier derecho de patente, y el riesgo de infringir dichos derechos, es totalmente su propia responsabilidad.

Este estándar está sujeto a revisión en cualquier momento por el comité técnico responsable y debe ser revisado cada cinco años y si no es revisado, ya sea reprobado o retirado. Se invitan sus comentarios ya sea para la revisión de este estándar o para estándares adicionales y deben ser dirigidos a la Central de ASTM Internacional (ASTM International Headquarters.) Sus comentarios recibirán una cuidadosa consideración en una reunión del comité técnico responsable, al cual usted puede asistir. Si usted siente que sus comentarios no han recibido una audiencia justa, usted debe hacer saber su opinión al Comité ASTM de Estándares (ASTM Committee on Standards, a la dirección que se muestra a continuación.

Este estándar es de Derecho Reservado por ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Se pueden obtener impresiones individuales (una o más copias) de este estándar contactando ASTM a la dirección antes mencionada o al teléfono: 610-832-9585, al fax: 610-832-9555, a la dirección electrónica: service@astm.org; o a través del sitio web: (www.astm.org).

-FIN DE LA NORMA-

2*) El presente Acuerdo entrará en vigencia Seis meses después de su publicación en el Diario Oficial. COMUNÍQUESE.-
MIGUEL E. LACAYO, MINISTRO " " " " " " " " " " " "