

PROCEDIMIENTO DE TITULACIÓN

SALES DE AMONIO CUATERNARIO

Descripción

Método para la determinación del porcentaje de material activo en desinfectantes mediante titulación con Lauril sulfato de sodio (SLS).

Los resultados se expresan como % de amonio cuaternario (NH₄⁺).

Referencia

ASTM D5806-95 (2017), Método de prueba estándar para sales de amonio cuaternario desinfectantes por valoración potenciométrica.

Electrodos

- HI 4113 Electrodo combinado de nitrato.

Reactivos

- Lauril sulfato de sodio 0,005 M
- Ácido bórico de grado reactivo
- Tetraborato de sodio decahidrato de grado reactivo
- Solución de hidróxido de sodio 2 N
- Isopropanol de grado reactivo (IPA)
- Reactivo Triton X-100
- Agua desionizada (DI)

Accesorios

- Solución de almacenamiento HI70300L (500 ml)
- Vasos de plástico HI740036P de 100 ml (10 piezas)
- Pipeta volumétrica de clase A de 10 ml
- Balanza analítica a cuatro decimales

Preparación de electrodos

- Conecte el módulo de membrana de nitrato al mango del electrodo combinado y móntelo según las instrucciones.
- Enjuague el interior del electrodo con DI y solución electrolítica.
- Llene el electrodo con solución electrolítica.
- Verifique la pendiente rápida del electrodo, según manual

Preparación de reactivos

- Prepare una solución de titulación de Lauril sulfato de sodio 0,005 M. * puede ser adquirida
- Disolver 0,72095 g de Lauril sulfato de sodio en un matraz volumétrico de 500 mL y llenar hasta la línea con agua desionizada.
- Prepare la solución tampón de borato. * Se puede comprar
- Disuelva 1,5 g de borato de sodio decahidratado y 1,0 g de ácido bórico en aproximadamente 200 ml de agua desionizada.
- Mientras se agita, ajustar a pH 9,5 con NaOH 2N.
- Transfiera a un matraz volumétrico de 1000 mL y llénelo para alinearlo con agua Desionizada. Mezclar bien.
- Prepare una solución de Triton al 1%
- Transfiera 1 mL de Triton X-100 a un matraz volumétrico de 100 mL y llénelo hasta la línea con DI.

Preparación del valorador

- Conecte el ISE de nitrato al titulador.
- Instale una bureta de 25 ml llena con Lauril sulfato de sodio 0,005 M en la bomba número 1. Para la determinación de la concentración exacta del titulante, estandarizar con Hyamine 1622.
- Presione "Seleccionar método" en la pantalla principal. Utilice las teclas de flecha para resaltar "Sales de amonio cuaternario" y presione "Seleccionar".

Preparación de la muestra

- Introduzca la muestra en un vaso de PP. de 150 mL y llénelo hasta aproximadamente 100 mL con agua desionizada.
- * Use suficiente muestra para producir un consumo de titulante de 5-12 ml, donde

$$\text{muestra (g)} = \frac{\text{peso molecular del compuesto activo}}{\text{Concentración esperada de materia activa (\%)}}$$

- Registrar el peso exacto de la muestra, este valor se ingresa en el titulador al momento de presionar start.
- Agregue 10 mL de solución tampón de borato, 2 mL de alcohol isopropílico y 2 mL de solución de Triton al 1%.
- Sumerja el electrodo, el sensor de temperatura y la punta dosificadora.

PROCEDIMIENTO DE TITULACIÓN

SALES DE AMONIO CUATERNARIO

Análisis

- Presiona inicio". Comenzará la titulación.
- Al final de la titulación, cuando se alcanza el punto de equivalencia, aparecerá "titulación completa" con el resultado. El resultado se expresa como % de amonio cuaternario.

* Si lo desea, el cálculo puede cambiar para reflejar eq/kg de compuesto activo, o % p/p de su compuesto activo. Si este es el caso, cambie los cálculos en el método.

Parámetros del método:

Nombre:	amonio cuaternario
Revisión del método:	1.0
Tipo de valoración:	valoración estándar
Configuración del agitador:	Agitador 1
Velocidad de agitación:	1400 RPM
Configuración de la bomba:	
Bomba titulante:	Bomba 1
Tipo de dosificación:	Dinámico
Vol. mínimo:	0,005 mL
Volumen máximo:	0.200 mL
delta E:	3.000 mV
Modo de punto final:	mV 1EQ punto, 1st Der
Volumen de pre-titulación:	2.000 mL
Tiempo de agitación antes de la titulación:	5 seg.
Modo de medición:	estabilidad de la señal
delta E:	1,0 mV
delta t:	2,0 s
t-min espera:	2 seg
espera t-max:	20 seg
Tipo de electrodo:	Nitrato ISE
Opción en blanco:	No en blanco
Cálculos:	Sample Calc. por peso
Opción de dilución:	deshabilitado
Nombre del titulante:	0,005 M SDS
Tamaño de la muestra:	0,15610 g
Entrada de analito:	manual
Volumen máximo de titulante:	25.000 mL
Rango de potencial:	-2000,0 a 2000,0 mV
Volumen / Velocidad de flujo:	25 mL / 50 mL / min
Promedio de señal:	2 lecturas
Formato de resultado final:	XXXX

Cálculos:

Cálculos	Sample Calc. por peso
Unidades de titulación	M (eq / L)
Volumen de titulante dosificado	V (L)
Unidad de resultado final	%
Conc. De titulante	0,005 M (eq / L)
Muestra / valorante	1.000 mol / eq
MW de muestra	18,04 g / mol
Volumen de muestra	0,15610 g

$$g/L = \frac{V (L) * 0.005 * 1.0 * 18.040 * 100}{0.1561}$$

Resultados:

Nombre del método	amonio cuaternario
Hora y fecha	14:41 30 de enero de 2017
Tamaño del analito	0,15610 g
Volumen del punto final	7.885 mL
Punto de equivalencia mV	72 mV
Resultados	0.4556%
MV inicial y final	205,7 a 54,8
Duración de la titulación	4:37 [mm:ss]
La titulación se completó	

