

6.2.1 Matraz de 500 cm³ de capacidad, de cuello corto y fondo redondo.

6.2.2 Condensador, enfriado con agua, el cual posee las especificaciones indicadas en la figura 1. El extremo inferior del condensador debe estar aproximadamente 7 mm arriba de la superficie del líquido en la trampa, después de que se han establecido las condiciones de destilación.

6.2.3 Recibidor o trampa, construída de vidrio resistente al calor. Consiste esencialmente de una cámara superior provista de un brazo lateral que conduce al matraz de destilación, y de una porción cilíndrica graduada cuyo extremo inferior está cerrado. En la abertura de la cámara superior se conecta el cono del condensador, y el extremo inferior del brazo lateral se conecta al frasco de destilación. La porción graduada tiene una capacidad de 5 cm³ con marcas de graduación a cada centímetro cúbico y a intervalos de 0.1 cm³. El error de cualquier volumen indicado no deberá exceder de 0.05 cm³.

6.2.4 Fuente de calor. Puede ser un calentador eléctrico provisto de un reóstato u otro medio de control de temperatura o puede usarse también un baño de aceite cuya temperatura no debe estar muy por encima del punto de ebullición del solvente que se emplee.

Nota. El punto de ebullición del tolueno es 110.6°C.

6.2.5 Alambre de cobre, de longitud suficiente para extenderse a lo largo del condensador y la trampa. El extremo inferior del alambre está arrollado en forma de espiral, el diámetro de la cual deberá ser tal que quede ajustada dentro de la porción graduada y pueda moverse libremente con un movimiento vertical.

7. PROCEDIMIENTO

7.1 Se lavan perfectamente los diferentes componentes del aparato con una solución detergente, para evitar la adherencia de pequeñas gotas de agua en las paredes del condensador y de la trampa; luego se lavan con agua destilada y se secan completamente antes de usarse.

7.2 Se pesan con exactitud de 0.01 g, aproximadamente 40 g de la muestra o una cantidad tal que el agua colectada no exceda de 4.5 cm³, se transfiere la muestra al matraz de destilación, se le agrega suficiente cantidad de solvente de arrastre para cubrir la muestra y se agita para mezclarlo (véase nota); un volumen de unos 75 cm³ de solvente se considera adecuado. En todo caso, debe cuidarse de que el volumen total del solvente y de la muestra no excedan de la mitad del volumen del matraz de destilación. Se agregan unas perlas de vidrio para que la ebullición sea estable.

Nota. Durante toda la destilación la muestra deberá estar completamente cubierta por el solvente de arrastre.

7.3 Se arma el aparato y se llena la porción graduada de la trampa con el solvente, el cual se agrega a través del condensador hasta que comience a rebalsar dentro del matraz de destilación. Luego se coloca en la parte superior del condensador un tapón de algodón que quede flojo o se conecta a un pequeño tubo que contenga cloruro de calcio anhidro, para prevenir la condensación de la humedad atmosférica dentro del tubo del condensador, y se envuelve con tela de asbesto la parte superior del matraz y el brazo lateral de la trampa, con el fin de reducir al mínimo el reflujo en esta parte.

7.4 Se calienta el matraz en tal forma que se destilen aproximadamente 100 gotas por minuto. Cuando la mayor parte del agua ha destilado, se aumenta la velocidad de destilación hasta 200 gotas por minuto aproximadamente y se continúa hasta que el nivel del agua en la porción graduada de la trampa permanezca constante durante 30 min. Durante la destilación se debe limpiar ocasionalmente el condensador de reflujo, con 5 cm³ de tolueno para arrastrar las gotas de agua que puedan estar adheridas a las paredes del condensador.

Continúa

Nota. El agua contenida en la trampa puede separarse del tolueno más fácilmente *si se mueve en forma ocasional la espiral del alambre de cobre en forma ascendente y descendente en el condensador y en la trampa, lo cual permite que el agua se asiente en el fondo de la trampa.*

7.5 Se suspende el calentamiento y las gotas de agua que hayan quedado adheridas a las paredes del tubo del condensador y de la trampa se arrastran hacia la porción graduada, mediante la adición de 5 cm³ de tolueno por la parte superior del condensador y con la ayuda de la espiral de alambre.

7.6 La porción graduada de la trampa se sumerge en agua a aproximadamente 25°C, durante 15 min o hasta que la capa de tolueno se vea perfectamente clara, lo cual indica que la separación entre agua y tolueno es completa; luego se lee el volumen de agua.

7.7 Esta determinación debe efectuarse en duplicado.

8. EXPRESION DE LOS RESULTADOS

8.1 El contenido de humedad de la muestra se expresa como porcentaje en masa y se calcula mediante la fórmula siguiente, promediando los resultados de dos determinaciones:

$$C = \frac{V \rho}{m} \times 100$$

En la que:

C = Contenido de humedad expresada en gramos por 100 g de muestra

V = Volumen del agua, en centímetros cúbicos

ρ = Densidad absoluta del agua a 25°C, igual a 0.997 g/cm³, la cual puede redondearse a 1 g/cm³ sin que para el caso se introduzca un error apreciable

m = Masa de la muestra, en gramos

8.2 Repetibilidad. La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo analista, utilizando la misma masa de muestra, no debe exceder de 0.1 cm³ de agua.

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

9. INFORME DEL ENSAYO O ANALISIS

En el informe del análisis se debe indicar lo siguiente:

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

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

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

10. CORRESPONDENCIA

Para la elaboración de la presente norma se tomaron en cuenta los siguientes documentos:

a) Norma Británica BS 4582: Part 2:1982 "Methods of Test for Spices and Condiments Part 2. Determination of moisture content (entrainment method)"; y

b) Literatura técnica

