

Residuo de ignición (cenizas sulfatadas)

Residuo de ignición (cenizas sulfatadas) es el residuo no volátil de una muestra incinerada en presencia de ácido sulfúrico. Este ensayo es utilizado para determinar el contenido de impurezas inorgánicas presentes en una sustancia orgánica. Esta técnica también es utilizada para la determinación de componentes inorgánicos en mezclas y de impurezas presentes en sustancias inorgánicas termolábiles.

La metodología empleada debe estar validada y ser verificada con una frecuencia adecuada.

Procedimiento:

Pesar exactamente entre 1 y 2 g de muestra, o la cantidad especificada en la monografía, en un crisol apropiado (cuarzo, sílica, platino o porcelana, a menos que se especifique otro material en la monografía individual) previamente sometido a ignición, enfriado en desecador y pesado. Adicionar 1 mL de ácido sulfúrico R, calentar suavemente a una temperatura tan baja como sea posible hasta carbonización de la muestra. Enfriar y humedecer el residuo con 1 mL de ácido sulfúrico R, a menos que se especifique de otro modo en la monografía individual. Calentar suavemente hasta que no se desprendan humos blancos y luego carbonizar. Incinerar a 600 ± 50 °C entre 2 y 3 horas, a menos que se especifique otra temperatura y/o tiempo en la monografía individual. Enfriar, pesar e incinerar por 30 minutos más. Repetir este procedimiento hasta que la diferencia entre dos pesadas sucesivas no sea mayor a 0,5 mg.

Calcular el porcentaje del residuo en relación a la sustancia en ensayo según la siguiente fórmula:

$$\% \text{ residuo de ignición (cenizas sulfatadas)} = \frac{P_2 - P_1}{P_3} \times 100$$

Donde:

P_1 = Peso del crisol después de la calcinación y enfriamiento

P_2 = Peso del crisol con muestra después de la calcinación y enfriamiento

P_3 = Peso inicial de la muestra

100 = Factor de porcentaje

Realizar este procedimiento bajo campana extractora bien ventilada, pero protegida de las corrientes de aire. Podrá emplearse una mufla, si se desea, y su uso se recomienda para la ignición final a 600 ± 50 °C.

Anexo 10

Comprobar la exactitud de la medición y el sistema de circuitos de la mufla mediante el control de la temperatura en diferentes puntos de la mufla. La variación de temperatura tolerada es de ± 25 °C para cada punto evaluado.