

### **NOTA IMPORTANTE:**

La entidad sólo puede hacer uso de esta norma para si misma, por lo que este documento NO puede ser reproducido, ni almacenado, ni transmitido, en forma electrónica, fotocopia, grabación o cualquier otra tecnología, fuera de su propio marco.

**ININ/ Oficina Nacional de Normalización**

---

**NORMA CUBANA**

**NC**

537: 2007

---

**GLICERINA — DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE  
ARSÉNICO EXPRESADO COMO AS**

**Glycerine — Determination of arsenic content expressed as As**

---

ICS: 71.080.60; 71.080.70

1. Edición    Noviembre 2007  
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana. Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

## Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

### Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el Comité Técnico de Normalización NC/ CTN 52 de Cosméticos y Agentes Activos de Superficie integrado por representantes de las siguientes entidades:

Ministerio de la Industria Ligera  
Ministerio de Comercio Interior  
Ministerio de las Fuerzas Armadas Revolucionarias  
Oficina Nacional de Normalización  
Instituto de Investigaciones en Normalización  
Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos  
Centro Nacional de Medicina Natural y Tradicional  
Centro Estatal para el Control de Medicamentos  
Unión Suchel  
Laboratorio Biológico Farmacéutico  
Corporación CUBALSE  
Corporación TRD Caribe  
Corporación CIMEX

- Sustituye a la NC 25 – 04 – 11: 1982 Productos químicos orgánicos. Glicerina. Determinación del contenido de arsénico por el método fotométrico con dietilditiocarbamato de plata.

### © NC, 2007

**Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:**

**Oficina Nacional de Normalización (NC)**

**Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.**

**Impreso en Cuba.**

## GLICERINA — DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ARSÉNICO EXPRESADO COMO AS

### 1 Objeto

Esta Norma Cubana establece el método de ensayo para la determinación del contenido de arsénico por el método fotométrico con dietilditiocarbamato de plata. El mismo es aplicable a análisis de glicerina cuyo contenido de arsénico sea mayor que 0,1 µg/g.

### 2 Referencias normativas

Los documentos que se mencionan seguidamente son indispensables para la aplicación de esta Norma Cubana. Para las referencias no fechadas, se toma en cuenta la última edición del documento de referencia (incluyendo todas las enmiendas).

NC 555 Glicerina — Métodos de muestreo e inspección de aceptación

NC 554 Glicerina — Métodos de ensayo

### 3 Principio

El arsénico es reducido a arsenamina mediante el hidrógeno aportado por el zinc en un medio de ácido clorhídrico. La reacción de la arsenamina con la solución de dietilditiocarbamato de plata en piridina, produce una coloración rojo púrpura debido a la formación del complejo coloidal, midiéndose esta fotométricamente en el máximo de la curva de absorción a una longitud de onda de 540 nm.

### 4 Reacción



### 5 Reactivos y materiales

Todos los reactivos y el zinc en particular, deben estar exentos de arsénico.

**5.1 Granallas de Zinc**, con dimensiones de 0,5 a 1 mm, o cualquier otra forma del zinc metálico, la cual se haya probado experimentalmente que da resultados equivalentes en las condiciones especificadas para este ensayo.

**5.2 Glicerina** 99 % mín. de contenido de glicerol

**5.3 Óxido de magnesio**

**5.4 Ácido clorhídrico concentrado**, densidad 1,19 g/L, solución 38 % (m/m), aproximadamente 12 mol/L (12N).

**5.5 Solución cloruro de estaño (II)**, en ácido clorhídrico

Disolver 40 g de cloruro de estaño (II) dihidratado ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) en una mezcla de 25 mL de agua y 75 mL de la solución de ácido clorhídrico (4.3).

**5.6 Solución de yoduro de potasio**, solución a 150 g/L.

Disolver 15g de yoduro de potasio en agua, se completa el volumen a 100 mL y se homogeneiza.

**5.7 Solución de nitrato de magnesio hexahidratado**  $[Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O]$ , 100 g/L.**5.8 Solución de dietilditiocarbamato de plata**,  $[Ag (DDTC)]$ , en piridinica a 5 g/L.

**ADVERTENCIA – Debido a la toxicidad y olor desagradable de la piridina, se recomienda manipularla con cuidado y bajo una campana de extracción de gases.**

Disolver 1g de dietilditiocarbamato de plata en piridina (de densidad 0,980 g/mL aproximadamente) y completando el volumen a 200 ml con la misma piridina.

Se conserva la solución en un frasco de vidrio de color oscuro con cierre hermético, protegido de la luz. Esta solución es estable durante 2 semanas aproximadamente.

**5.9 Solución patrón de arsénico**, 0,010 g/L.

Pesar con una precisión de 0,1 mg, 0,1320 g de trióxido de arsénico ( $As_2O_3$ ), y transferir a un vaso de precipitado de 100 mL.

Se disuelve el trióxido de arsénico en 2 mL de solución de hidróxido sódico 50 g/L. Se transfiere la solución a un matraz aforado de 100 mL. Se lava el vaso de precipitado varias veces con agua, y se vierten los lavados en el matraz aforado, se completa el volumen con agua y se homogeneiza.

**NOTA** 1 mL de esta solución patrón contiene 10  $\mu$ g de arsénico como As.

**5.10 Lana de vidrio absorbente saturado con solución de acetato de plomo**

Disolver 50 g de acetato de plomo trihidratado  $[Pb (C_2H_3O_2)_2 \cdot 3H_2O]$  en 250 mL de agua.

Se satura la lana de vidrio con esta solución, se elimina el exceso, dejándolo escurrir y se seca bajo vacío a temperatura ambiente. Se conserva esta en un recipiente hermético.

**6 Aparatos**

Todos los utensilios de vidrio utilizados en la determinación de la arsenamina deben lavarse previamente con ácido sulfúrico concentrado y caliente, enjuagándose completamente con agua y se secarán completamente.

**6.1 Aparato de vidrio, para la liberación y absorción total de la arsenamina**

El aparato está constituido por los elementos siguientes, ver la figura del anexo A.

**6.1.1 Frasco cónico**, de 100 mL con junta esmerilada, para la liberación de la arsenamina.

**6.1.2 Tubo de conexión**, para absorber el sulfuro de hidrógeno.

**6.1.3 Columna de absorción**, con 15 bulbos.

**6.2 Fotocolorímetro eléctrico**, con filtros que presenten un máximo de transmisión entre 520 nm y 560 nm o espectrofotómetro ajustado a una longitud de onda de 540nm.

**6.3 Cápsula de porcelana**, de aproximadamente 40 mm de altura y 10 mm de diámetro superior.

**6.4 Horno o mufla**, capaz de ser controlada entre 550 °C y 600 °C.

**6.5 Estufa eléctrica**, capaz de ser controlada a  $(150 \pm 10)$  °C.

**6.6 Balanza analítica**, con LSP de 200 g. vD 0,1 mg.

## 7 Muestreo

Para el muestreo ver la NC 555.

## 8 Procedimiento

### 8.1 Preparación de la porción de ensayo

Se pesan aproximadamente 10 g de la muestra de ensayo con un error máximo de  $\pm 0,1$  mg, directamente en una cápsula de porcelana previamente tarada.

### 8.2 Preparación de la solución de ensayo

A la porción de ensayo se le añaden 2 g de óxido de magnesio, se mezcla bien con una varilla de vidrio y se calienta suavemente sobre una plancha caliente hasta obtener un residuo seco. Se incrementa el calentamiento y se inflama el glicerol con el cual está cubierto el óxido de magnesio. Después de la combustión se deja enfriar y se le añaden 10 mL de solución de nitrato de magnesio, evaporando hasta sequedad en una estufa controlada a  $(150 \pm 10)$  °C.

Se coloca la cápsula en un horno o mufla, controlando la temperatura de 550 °C a 600 °C durante 1h. Se enfría y se disuelve el residuo en 20 mL de agua y 20 mL de ácido clorhídrico 12 N, se agita la solución con una varilla de vidrio. Se transfiere la solución a un frasco cónico (véase apartado 6.1.1), se añaden 2 mL de solución de yoduro de potasio y 2mL de solución de cloruro de estaño (II), se agita y se deja reposar durante 15 min.

### 8.3 Desarrollo del color

Se coloca una pequeña cantidad de lana de vidrio absorbente en el tercio superior del tubo de conexión (6.1.2), con el objeto de absorber el sulfuro de hidrógeno que puede ser arrastrado con la arsenamina. Se engrasan las juntas esmeriladas con una grasa insoluble en piridina.

Se transfieren 5,0 mL de solución de dietilditiocarbamato de plata a la columna de absorción (6.1.3) y se une al tubo de conexión por medio de una pinza de seguridad. Después de 15 min de reposo, se añaden 5 g de granallas de zinc en el frasco cónico y rápidamente se ensambla al aparato como se indica en la figura del Anexo. Se deja que la reacción continúe durante 45 min aproximadamente a temperatura ambiente.

Se desconecta la columna de absorción, se agita con el objetivo de disolver el sólido rojo formado en la parte inferior y se mezcla bien la solución.

NOTA El color de la solución es estable en ausencia de luz durante 2 h aproximadamente, por lo que la medición se realizará dentro de este período de tiempo.

#### 8.4 Ensayo en blanco

El ensayo en blanco se realiza paralelamente con la determinación, siguiendo el mismo procedimiento que para la solución de ensayo, utilizando las mismas cantidades de todos los reactivos, excepto la adición de la porción de ensayo.

#### 8.5 Medición Fotométrica

Se efectúa la medición fotométrica con cualquiera de los instrumentos de medición relacionados en 6.2, ajustando la lectura en cada caso al valor cero de absorbancia con la solución de ensayo en blanco y utilizando cubetas de 1 cm de paso de luz.

#### 8.6 Gráfico de calibración

La curva de calibración debe establecerse cada vez que se utilice un nuevo frasco de zinc y cada vez que se prepare una nueva solución de dietilditiocarbamato de plata.

##### 8.6.1 Preparación de las disoluciones de comparación fotométricas

Se transfieren a 7 cápsulas de porcelana los volúmenes de la solución patrón de arsénico indicadas en la tabla siguiente:

Tabla 1

Volumen de la solución patrón de Arsénico (4.4)	Peso correspondiente de Arsénico
mL	µg
0*	0
0,2	2
0,5	5
1,0	10
1,5	15
2,0	20
2,5	25

\*Solución de ensayo en blanco

A cada una de las soluciones de comparación se le añaden 10 mL de glicerina (véase apartado 5.2) y 2 g de óxido de magnesio, se continua el procedimiento establecido en el apartado 8.2 desde donde dice: "...se mezcla bien con una varilla de vidrio..." hasta el final del apartado.

##### 8.6.2 Desarrollo del color

Se procede igual que en el apartado 8.3.

### 8.6.3 Medidas fotométricas

Se procede igual que en el apartado 8.5.

### 8.6.4 Preparación del gráfico de calibración

Se traza el gráfico fijando sobre el eje de las abscisas la masa de arsénico (como As), en microgramo ( $\mu\text{g}$ ), correspondiente a las soluciones de comparación y sobre el eje de las ordenadas los valores de la absorbancia obtenidos para cada solución.

### 8.7 Cálculo

Mediante el gráfico de calibración (véase el apartado 8.6.4) se determina la masa de arsénico (como As) en la porción de ensayo.

El contenido de arsénico, como As, en microgramo por gramo se calcula utilizando la ecuación:

$$C_{As} = \frac{M}{m}$$

donde:

M: valor numérico del contenido en  $\mu\text{g}$  de arsénico en la porción de ensayo

m: valor numérico de la masa en gramos de la porción de ensayo

Los resultados se darán aproximados hasta la décima.

## 9 Control de la Calidad

Ver NC 554.

## 10 Informe sobre el ensayo

En el informe se relacionará lo establecido en la NC 554.

### **Bibliografía**

[1] ISO IS 2590:1973 General method for the determination of arsenic-Silver diethyldithiocarbamate photometric method

[2] India, IS 1259 -1988 Specification for glycerine for cosmetic industry

[3] Japón, JIS K 3351 – 1984 Glycerines for industrial use

[4] Colombia, ICONTEC 1 274 Productos químicos. Glicerol

[5] España, UNE 84 – 055 – 1987 Materias Prima Cosméticas. Determinación de arsénico en compuestos orgánicos