

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

540: 2007

**GLICERINA REFINADA — DETERMINACIÓN DEL
CONTENIDO DE HIERRO**

Refined glycerine — Determination of iron content

ICS: 71.080.60

1. Edición Noviembre 2007
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

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



Cuban National Bureau of Standards

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC) es el Órgano 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 se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. La aprobación de las Normas Cubanas 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 Industria Ligera
Ministerio de las Fuerzas Armadas
Revolucionarias
Oficina Nacional de Normalización
Centro Nacional de Medicina Natural y
Tradicional
Ministerio de Comercio Interior
Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos

Corporación CUBALSE
Unión Suchel
Centro Estatal de Control de Medicamentos
Tiendas Recuperación de Divisa Caribe
Laboratorio Biofarmacéutico
Corporación CIMEX
Instituto de Investigaciones en Normalización

- Toma elementos aplicables de la norma inglesa *BS 5711/ 16:1979 Methods of sampling and test for glycerol. Parte 16: Determination of iron content.*
- Sustituye a la NC 25- 04- 13: 1982 Productos químicos orgánicos. Glicerina refinada. Determinación del contenido de hierro por el método fotométrico con orto – fenantrolina.

© 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 REFINADA — DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HIERRO

1 Objeto

Esta Norma Cubana establece el método de ensayo para la determinación del contenido de hierro por el método fotométrico con orto – fenantrolina (en lo adelante, o - fenantrolina) en glicerina refinada.

2 Referencias normativas

Los documentos que se mencionan seguidamente son indispensables para la aplicación de esta Norma Cubana. Para las referencias fechadas, sólo se toma en consideración la edición citada.

NC 554 Glicerina – Métodos de ensayo.

3 Principio

Se determina fotométricamente la absorbancia del complejo formado por el hierro y la ortofenantrolina.

4 Reactivos o materiales

4.1 Solución de sulfito de sodio 1 N

4.2 Solución de o – fenantrolina al 0,4 %

En un matraz aforado de 100 mL, se disuelve 0,4 g de o – fenantrolina en 10 mL de alcohol etílico y se lleva a volumen con agua.

4.3 Acido clorhídrico concentrado 12 N

4.4 Solución de acetato de amonio 6 N

4.5 Solución patrón de hierro, 0.07 g/l

Se disuelve 0,4915 g de sulfato de hierro (II) y amonio hexahidratado (Sal de Mohr) $[FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O]$ en 50 mL de agua y se añade con cuidado 20 ml de ácido sulfúrico concentrado. Se añade solución de permanganato de potasio 0,2 N hasta que persista un débil color rosado. Se transfiere la solución a un matraz aforado de 1000 ml, se lleva a volumen con agua y se agita. Un mililitro de esta solución contiene 70 μ g de hierro (como F_e)

5 Aparatos

5.1 Colorímetro fotoeléctrico con filtros que tengan una transmisión máxima entre 500 y 550 nm o espectrofotómetro ajustado a una longitud de onda de 520 nm.

5.2 Balanza analítica con vD 0,0001 mg.

6 Muestreo

Se realizará según se establece en la NC 554.

7 Procedimiento

7.1 Preparación de la porción de ensayo

Se pesa aproximadamente 10 g de la muestra de ensayo con un error máximo de $\pm 0,1$ mg, directamente en un vaso de precipitados previamente tarado.

7.2 Determinación

7.2.1 Desarrollo del color

A la porción de ensayo se le añade 10 mL de agua y se transfiere a un matraz aforado de 100 ml. Se añaden 2 ml de ácido clorhídrico concentrado y se diluye con agua hasta 50 ml aproximadamente.

7.2.2 Medición fotométrica

Se efectúa la medición fotométrica después de 15 minutos de desarrollado el color y antes de transcurrir 2 horas, con cualquiera de los medios de medición señalados en el apartado 5.1, ajustando en cada caso al valor cero de absorbancia con la solución de ensayo en blanco, utilizando cubetas de 1 centímetro de paso de luz.

7.3 Ensayo en blanco

Se efectúa el ensayo en blanco paralelamente con la determinación, siguiendo el mismo procedimiento utilizado para la misma, exceptuando la adición de la porción de ensayo.

7.4 Preparación de las soluciones de comparación para fotometría

Se transfiere a 11 matraces aforados de 100 mililitros, los volúmenes de la solución patrón de hierro indicados en la tabla siguiente:

Tabla 1 — Gráfico de calibración

Volumen de la solución patrón de hierro ml	Masa correspondiente de hierro μg
1	2
0 ^{a)}	0
0,1	7
0,2	14
0,3	21
0,4	28
0,5	35
0,6	42
0,7	49
0,8	56
0,9	63
1,0	70

^{a)} Solución de ensayo

7.4.1 Desarrollo del color

Se procede igual que en el apartado 6.2.1

7.4.2 Medición fotométrica

Se procede igual que en el apartado 6.2.2

7.4.3 Preparación del gráfico de calibración

Se construye el gráfico fijando en el eje de las abscisas la masa de hierro (como F_e) correspondiente a las soluciones de comparación y en el eje de las ordenadas los valores de absorbancia obtenidos para cada solución.

7.5 Expresión de los resultados

7.5.1 Cálculos

Mediante el gráfico de calibración (véase 6.4.3) se determina la masa de hierro (como F_e) en la porción de ensayo.

Calcular el contenido de hierro (como F_e), en microgramo por gramo, utilizando la ecuación:

$$\text{Contenido de hierro} = \frac{m_1}{m}$$

donde:

m_1 es la masa de hierro en la porción de ensayo, expresada en microgramos

m es la masa de la porción de ensayo, expresada en gramos

7.5.2 Aproximación de los resultados

Los resultados se dan aproximados hasta la décima.

8 Informe sobre el ensayo

Debe contener lo establecido en la NC 554.

Bibliografía

[1] Inglaterra, BS 5711/ 16:1979 Methods of sampling and test for glycerol. Parte 16: Determination of iron content.

[2] Colombia, ICONTEC 1039: 1973 Glicerol. Métodos de análisis.