

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

541: 2007

**GLICERINA REFINADA — DETERMINACIÓN DEL
CONTENIDO DE METALES PESADOS**

Refined Glycerine — Determination Heavy metal content

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 25-04-12:1982. Determinación del contenido de metales pesados por el método fotométrico con tioacetamida.

© 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 METALES PESADOS

1 Objeto

Esta Norma Cubana establece los métodos de ensayo que se aplican a la glicerina refinada cuyo contenido de metales pesados sea mayor que 0,2 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 Método – A

3.1 Principio

Este método se basa en la determinación fotométrica de la absorbancia de una solución que contiene tioacetamida a una longitud de onda de 400 nm en un medio alcalino.

3.2 Reactivos

Durante el análisis, utilice solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua destilada o desmineralizada, o agua de pureza equivalente.

3.2.1 Ácido sulfúrico concentrado, densidad óptica 1.84 g/cm³ y 98 % m/m

3.2.2 Solución de patrón de plomo, 0,1 g/L y 0,01 g/L respectivamente

3.2.3 Solución de tartrato de sodio y potasio, tetrahidratado 20 % m/v

3.2.4 Solución de hidróxido de sodio, 10 % m / v

3.2.5 Solución de amoníaco, 10 % v / v

3.2.6 Solución de ácido clorhídrico, 20 % v / v

3.2.7 Solución de tioacetamida, 2 % m / v

3.3 Aparatos

3.3.1 Horno mufla, capaz de ser controlado a una temperatura de (500 ± 10) °C.

3.3.2 Fotocolorímetro, que tenga filtros con una transmisión máxima aproximada de 400 nm o Espectrofotómetro ajustado para trabajar a esa longitud de onda.

3.3.3 Balanza analítica, con LSP de 200 g y vD 0,1 mg

3.4 Muestreo

Se realiza utilizando la inspección de aceptación teniendo en cuenta lo establecido en la NC 555.

NOTA El método de ensayo se desarrolla en condiciones que eviten la absorción de la humedad ambiental por parte de la porción de ensayo, debido al carácter higroscópico de la glicerina.

3.5 Procedimiento

Se pesa en un crisol de porcelana aproximadamente 10 g de la muestra de ensayo con un error máximo de $\pm 0,1$ mg. Se calienta la porción de ensayo hasta que esté completamente seca y posteriormente se coloca en el horno mufla hasta lograr cenizas blancas, aumentando progresivamente la temperatura inicial de 150 °C, a intervalos de 50 °C cada vez, hasta alcanzar 500 °C.

Si quedan residuos carbónicos, se añaden unas gotas de ácido sulfúrico concentrado y se continúa el calentamiento. Se extrae el crisol del horno mufla y se deja enfriar hasta temperatura ambiente.

3.6 Determinación

Se humedecen las cenizas contenidas en el crisol con unas gotas de agua, se añade 1 mL de solución de ácido clorhídrico y se mueve el recipiente para facilitar la disolución. Se transfiere la misma a un vaso precipitado de 50 mL, lavando el crisol con dos porciones de 5 mL de agua caliente. Se neutraliza con solución de amoníaco, comprobando con papel indicador de pH. Se transfiere la solución cuantitativamente a un matraz aforado de 25 mL y se añade agua hasta lograr un volumen aproximado de 20 mL.

3.6.1 Desarrollo del color

A la solución de ensayo se le añade 1 mL de solución de tartrato de sodio y potasio, 2 mL de solución de hidróxido de sodio y 1 mL de solución de tioacetamida, se lleva a volumen (25 mL) con agua y se agita para homogenizar.

3.6.2 Medición fotométrica

Se efectúa la medición fotométrica después de 10 minutos de desarrollo de color, con cualquiera de los instrumentos de medición señalados en el apartado 5, ajustando en cada caso el valor cero de absorbancia con la solución de ensayo blanco y utilizando cubetas de 5 cm de paso de luz.

3.6.3 Ensayo en blanco

Se efectúa el ensayo en blanco paralelamente con la determinación, siguiendo el mismo procedimiento y utilizando las mismas cantidades de todos los reactivos, exceptuando la adición de la porción de ensayo.

3.6.4 Gráfico de calibración

3.6.4.1 Preparación de las soluciones de comparación para fotometría

Se transfieren a 10 matraces aforados de 25 mL, los volúmenes de la solución patrón de plomo 0,01 g/L indicados en la tabla 1.

Tabla 1— Patrón de Plomo

Volumen de la solución patrón de plomo 0,01 g/L (mL)	Masa correspondiente de plomo en la solución de comparación (µg)
0 ⁽¹⁾	0
0,2	2
0,5	5
1,0	10
1,5	15
2,0	20
2,5	25
3,0	30
3,5	35
4,0	40

⁽¹⁾ Solución de ensayo blanco

3.6.4.2 Desarrollo de color

Se procede igual que en el apartado 3.6.1 a partir de "... se le añade 1 mL de solución..." hasta el final del apartado.

3.6.5 Medición fotométrica

Se procede igual que en el apartado 3.6.2.

3.6.5.1 Preparación del gráfico de calibración

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

3.7 Cálculos

3.7.1 Expresión de los resultados

El valor numérico del contenido de metales pesados expresados como µg/g de Pb, se calcula mediante la ecuación siguiente:

$$\text{CMPPb} = \frac{M_1}{M_2}$$

donde:

M₁: Valor numérico expresado en microgramos (µg) de la masa de metales pesados (como Pb) en la porción de ensayo.

M₂: Valor numérico expresado en gramos (g) de la masa de la porción de ensayo.

Los resultados se dan aproximados hasta las décimas.

4 Método – B

4.1 Principio

Este método se basa en la comparación de la intensidad del color de una solución estándar de plomo contra una muestra de glicerina refinada.

4.2 Reactivo

4.2.1. Solución buffer acetato, pH 3,5

4.2.2. Solución de sulfuro de hidrógeno TS o Tiacetamina glicerina base TS

4.2.3. Solución stock de nitrato de plomo

4.2.4. Ácido acético, 1 N

4.2.5. Amoníaco, 6 N

4.2.6. Ácido clorhídrico, 0,1 N

4.3 Aparatos

4.3.1 Balanza analítica

4.4 Muestreo

Ver apartado 3.4.

4.5 Procedimiento

4.5.1 Preparación de la solución estándar de plomo 1 ppm

Se diluyen 10 mL de la solución stock de nitrato de plomo con agua destilada hasta 100 mL y se prepara en el momento que se va a utilizar.

4.5.2 Preparación de las soluciones de comparación

4.5.2.1 Solución estándar

Hacia un tubo de comparación Nessler se trasvasan cuantitativamente 2 mL de la solución estándar de plomo y se diluye con agua destilada hasta 25 mL, ajustando con ácido acético 1N o amoníaco 6 N a pH entre 3.0 y 4.0 y se diluye hasta 40 mL con agua destilada.

4.5.2.2 Test

En un tubo de comparación Nessler (2) se pesa exactamente 4,0 g de glicerina, se adicionan 2 mL de ácido clorhídrico 0,1 N y se diluye con agua destilada hasta 25 mL, ajustando con ácido clorhídrico 0,1 N o amoníaco 6 N a pH entre 3,0 – 4,0, diluyendo hasta 40 mL con agua destilada.

4.5.2.3 Monitor

En un tubo de comparación Nessler (3) se pesan exactamente 4,0 g de glicerina y se adiciona 2 mL de ácido clorhídrico 0,1 N; diluyendo con agua destilada hasta 25 mL, adicionando 2 mL de solución estándar de plomo, ajustando con ácido clorhídrico 0,1 N o amoníaco 6 N a pH entre 3,0 – 4,0; diluyendo hasta 40 mL con agua destilada.

4.6 Determinación

A las soluciones (1), (2) y (3) preparadas en el apartado 4.5.2, se adicionan 2 mL de solución buffer acetato y 10 mL de sulfuro de hidrógeno ó 1,2 mL de tiacetamina glicerina base TS y se diluye con agua hasta 50 mL, mezclando y dejándole reposar durante 2 minutos.

4.7 Expresión de los resultados

Observe los tubos inclinados y compárelos sobre una superficie blanca.

El color del test no es más oscuro que el de la preparación del estándar y la intensidad de color de la preparación monitor es igual o mayor que la de la preparación estándar.

5 Control de la Calidad

Ver NC 554.

6 Informe del ensayo

Véase NC 554.

Bibliografía

- [1] Colombia, ICONTEC 1039:73 Glicerol. Métodos de análisis.
- [2] Colombia, ICONTEC 1 2174 1981. Productos químicos glicerol.
- [3] Colombia, ICONTEC 1 039 1973. Glicerol. Métodos Analíticos.
- [4] México, DGN K 22:45. Norma oficial de calidad de glicerina.
- [5] España, UNE 84-001-92. Materias primas cosméticas. Glicerina.
- [6] España, UNE 84002:1978. Glicerina para uso cosmético. Método de muestreo.
- [7] Japón, JIS K 3351-1984. Japanese Industrial Standard Glycerines for Industrial. Use.
- [8] Gran Bretaña, BS 5711-17:1979. Glicerol. Determinación del contenido límite de plomo.
- [9] Gran Bretaña, BS 5711-15:1979. Glicerol. Determinación del contenido de metales pesados.
- [10] Farmacopea Estadounidense. Edición 24 (USP – 24).