

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

551: 2007

**JABONES — DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE
MATERIAS INSAPONIFICADAS E INSAPONIFICABLES**

**Soaps — Determination of the content of unsaponified
and unsaponifiable matter**

ICS: 71.100.40

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 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 las Fuerzas Armadas Revolucionarias
 - Ministerio de Comercio Interior
 - Oficina Nacional de Normalización
 - Centro Nacional de Medicina Natural y Tradicional
 - Centro Estatal de Control de Medicamentos
 - Instituto de Investigaciones en Normalización
 - Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos
 - Unión Suchel
 - Laboratorio Biológico y Farmacéutico
 - Corporación CUBALSE
 - Corporación TRD Caribe
 - Corporación CIMEX
- Toma elementos aplicables de la norma española *UNE 55911-2: 1994 Jabones y formulaciones que contienen jabón. Muestreo y análisis químico. Parte 2: Determinaciones referentes al jabón base*, en sus capítulos 12, 13 y 14.
- Sustituye de forma total a la NC 27-07: 1982 Agentes activos de superficie. Jabones. Determinación del contenido de ácidos grasos totales e insaponificables.

© 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

JABONES — DETERMINACIÓN DE MATERIAS INSAPONIFICADAS E INSAPONIFICABLES

1 Objeto

Esta Norma Cubana especifica los métodos de ensayo para la determinación del contenido de materias insaponificadas e insaponificables en los jabones base contenidos en los jabones y formulaciones que contienen jabón en forma de pastillas, polvos, escamas, líquido o pasta.

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. Para las no fechadas, se toma en cuenta la última edición del documento de referencia (incluyendo todas las enmiendas).

NC- ISO 2859- 0: 2000 Procedimientos de muestreo para la inspección por atributos — Parte 0: Introducción al sistema de inspección por atributos.

NC- ISO 2859- 0: 2000 Procedimientos de muestreo para la inspección por atributos — Parte 1: Esquemas de muestreo indexado por el nivel de calidad aceptable (NCA) para la inspección lote a lote.

NC 548 Jabones y formulaciones que contienen jabón — Obtención y preparación de muestras.

3 Toma de muestra

El muestreo se realiza según lo establecido en la NC-ISO 2859-0 y NC-ISO 2859-1 respectivamente. La muestra para el laboratorio del jabón debe prepararse y conservarse según la NC 548.

4 Determinación de materias insaponificadas e insaponificables

4.1 Reactivos

4.1.1 Éter de petróleo, 40 – 60 °C.

4.1.2 Disolución de etanol, 95%.

4.1.3 Disolución de etanol, 50%.

4.1.4 Disolución de Etanol, 10%.

4.1.5 Hidróxido de sodio, disolución patrón valorada, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol / L}$.

Se diluyen 5,4 mL de la disolución al 50%, hasta un litro con agua libre de dióxido de carbono. Se homogeneiza bien y se conserva en un frasco de poliolefina con cierre hermético.

4.1.6 Hidróxido de sodio, disolución patrón valorada, $c(\text{NaOH}) = 0,4 \text{ mol / L}$.

Se diluyen 2,2 mL de la disolución al 50%, hasta un litro con agua libre de dióxido de carbono. Se homogeneiza bien y se conserva en un frasco de poliolefina con cierre hermético.

4.1.7 Fenolftaleína

Disolución de 1 g de fenolftaleína en 100 mL de etanol de 95 % en volúmenes.

4.2 Aparatos

4.2.1 Probeta de extracción, de 250 mL, graduada con tapón de vidrio, con unos 30 mm de diámetro y unos 35,5 cm de altura.

4.3 Procedimiento

4.3.1 Preparación de la porción de ensayo

Se pesa con precisión de 1 mg, 5 g $\pm 0,2$ g de la muestra para ensayo (ver la NC Jabones — Obtención y preparación de muestras).

4.3.2 Determinación

4.3.2.1 Se introduce la muestra de ensayo en un vaso de precipitados, o un matraz cónico de 250 mL, que contiene 0,1 g de hidrógenocarbonato de sodio (Na HCO_3), y se disuelven en 100 mL de etanol 50 % (ver 4.1.3) redestilado. Se calienta y agita para favorecer la disolución, manteniendo la temperatura por debajo de 60°C . Se filtra a través de un crisol Gooch con capa de fibras de asbesto, o usando un embudo con placa perforada de porcelana recubierta. Se lava tres veces con etanol de 50% caliente. Luego se lava con una pequeña cantidad de éter de petróleo (ver 4.1.1) para eliminar las trazas de materias insaponificadas e insaponificables que hayan podido quedar.

Se pasan todos los filtrados de etanol acuoso y de éter de petróleo a la probeta de extracción (ver 4.2.1) y, con etanol de 50 % redestilado, se lleva el volumen a 160 mL. Se añaden 50 mL de éter de petróleo (ver 4.1.1) y se agita enérgicamente durante 1min.

NOTA Para obtener resultados de precisión es necesario agitar a fondo y enérgicamente, pues el contacto entre las dos fases líquidas debe ser lo más perfecto posible. Si esto no se consigue los resultados pueden ser bajos y poco reproducibles.

Se deja en reposo hasta que ambas fases queden claras. El volumen de la fase etérea debe estar próximo a los 40 mL. Se trasvasa esta fase lo más completamente posible, por medio de un sifón de vidrio con tubo delgado, a un embudo de decantación de 500 mL.

4.3.2.2 Se repite la extracción seis veces como mínimo, usando nuevas fracciones de 50 mL de éter de petróleo cada vez.

NOTA: Este procedimiento no permite separar totalmente la materia insaponificable en los jabones que contienen lanolina, requiriéndose muchas más extracciones cuando haya presentes sustancias de este tipo.

Se reúnen los extractos etéreos y se lavan, primero con una mezcla de 15 mL de la disolución patrón de hidróxido de sodio de 0,1 mol/L y 15 mL de etanol de 95% (ver apartado 4.1.2) y

después tres veces con porciones de 25 mL de etanol 10% (ver 4.1.4), agitando enérgicamente cada vez. Se pesa el extracto etéreo a un vaso y se evapora el éter de petróleo sobre un baño de vapor de agua, aplicando una corriente de aire.

4.3.2.3 Se trata el residuo con 50 mL de éter de petróleo a temperatura ambiente para comprobar su solubilidad. Si aparece un residuo sin disolver, se filtra la fase etérea y se lava con éter el residuo insoluble que haya quedado en el filtro.

Se evapora y seca sobre baño de vapor de agua y se termina el secado en estufa de aire entre 100 ° C y 101 ° C durante 15 min. Se pesa, se vuelve a introducir en la estufa durante 15 min. y se pesa de nuevo.

Se repiten las operaciones de desecación y pesada hasta alcanzar peso constante.

4.3.2.4 Se trata el residuo con 50 mL de etanol caliente, se neutraliza a la fenolftaleína y se valora con la disolución patrón de hidróxido de sodio a 0,04 mol /L (ver 4.1.6) hasta alcanzar el color del etanol neutro original.

4.3.3 Ensayo en blanco

Se efectúa un ensayo en blanco sobre el éter de petróleo, operando de la forma siguiente: se mezclan 250 mL de este éter con unos 0,25 g de estearina u otra grasa sólida, previamente llevada a peso constante por calentamiento y secado. Se somete esta mezcla al procedimiento operatorio especificado en los apartados 4.3.2.3 y 4.3.2.4. El resultado de la valoración con hidróxido de sodio 0,04 mol/L, expresado como ácido oleico, no debe superar algunos miligramos.

4.4 Expresión de los resultados

El resultado de la valoración con la disolución de hidróxido de sodio 0,04 mol/L (ver 4.3.2.4) se expresa como ácido oleico.

Se resta esta cantidad del peso del residuo de la desecación (ver 4.3.2.3). La diferencia obtenida corresponde al conjunto de las materias insaponificadas e insaponificables.

NOTA Si el ensayo en blanco con el éter de petróleo, efectuado según el apartado 4.3.3, da un valor apreciable, este debe restarse del peso del residuo de la desecación.

5 Determinación de la materia insaponificable

5.1 Reactivos

5.1.1 Éter de petróleo, 40- 60 ° C.

5.1.2 Disolución de etanol, de 95%.

5.1.3 Disolución de hidróxido de potasio, disolución al 50%.

Se disuelven 500 g de hidróxido de potasio (KOH) en 500 mL de agua.

5.2 Aparatos

5.2.1 Probeta de extracción, (ver apartado 4.2.1)

5.3 Procedimiento

5.3.1 Preparación de la porción de ensayo

En un matraz cónico de 200 mL se pesan, con precisión de 1 mg, $5 \text{ g} \pm 0,2 \text{ g}$ de la muestra para ensayos (NC Jabones - Obtención y preparación de muestras).

5.3.2 Determinación

Al matraz cónico que contiene la muestra de ensayo se añaden 30 mL de etanol 95% (ver 5.1.2). Se le conecta un condensador de reflujo y se hierve durante 1 h.

Se pasa el contenido del matraz a la probeta de extracción, Se lava el matraz con porciones de etanol de 95% hasta obtener en la probeta un volumen de 40 mL. Se continúa el lavado del matraz, primero con agua caliente y después con agua fría, hasta que el contenido de la probeta alcance 80 mL. Finalmente se lava el matraz con una pequeña cantidad de éter de petróleo (ver 5.1.1).

Se enfría el contenido de la probeta hasta temperatura ambiente y se le añaden 50 mL de éter de petróleo (ver 5.1.1). Se procede a la extracción siguiendo las especificaciones del apartado 4.3.2, pero omitiendo el lavado con la disolución de hidróxido de sodio. Se deseca y pesa el residuo.

5.4 Expresión de los resultados

Al porcentaje en peso correspondiente al residuo desecado se resta el porcentaje de ácidos grasos, expresados como ácido oleico. La diferencia se toma como porcentaje de materia insaponificable.

6 Determinación de la materia insaponificable

Se considera como porcentaje de materia insaponificada la diferencia entre el porcentaje de materias insaponificadas e insaponificables (ver 4.4 y el porcentaje de materia insaponificable ver 5.4)

7 Informe de ensayo

El informe del ensayo debe contener las indicaciones siguientes:

- Identificación de la muestra;
- Referencia a la norma utilizada;
- Resultados del ensayo;
- Cualquier desviación del procedimiento especificado;
- Cualquier característica inusual observada durante el ensayo;
- Fecha del ensayo

Bibliografía

[1] España, UNE 55911-2: 1994 Jabones y formulaciones que contienen jabón. Muestreo y análisis químico. Parte 2: Determinaciones referentes al jabón base.

[2] España, UNE 55904: 1985 Agentes de superficie. Jabones. Determinación de los contenidos en materias insaponificables, en materias insaponificadas y en materias insaponificables insaponificadas.