

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

ISO 685: 2007
(Publicada por la ISO en 1975)

**ANÁLISIS DE LOS JABONES — DETERMINACIÓN DEL
CONTENIDO TOTAL DE ÁLCALI Y DE MATERIA GRASA
(ISO 685: 1975, IDT)**

**Analysis of soaps — Determination of total alkali
content and total fatty matter content**

ICS: 71.100.40

1. Edición Abril 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

NC-ISO 685: 2007

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 NC/CTN 52 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 para el Control de Medicamentos
Centro Nacional de Medicina Natural y Tradicional
Unión SUCHEL
Laboratorio Biotecnológico y Farmacéutico
Corporación TRD Caribe
Corporación CUBALSE
Corporación CIMEX

- Es una adopción idéntica por el método de traducción del idioma inglés de la Norma Internacional *ISO 685-1975 Analysis of soaps — Determination of total alkali content and total fat content*
- Sustituye a la NC – ISO 685: 2001 Análisis de los jabones. Determinación del contenido total de álcali y contenido total de materia grasa.

© 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.

ANÁLISIS DE LOS JABONES — DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO TOTAL DE ALCALI Y DE MATERIA GRASA

1 Objeto

La presente Norma Cubana establece un método para la determinación simultánea del contenido total de álcali y el contenido total de materia grasa de los jabones, excluyendo los productos compuestos.

El presente método para la determinación del álcali total es aplicable a todos los jabones.

2 Referencias normativas

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

NC-ISO 3696: 2004 Agua para uso en análisis de laboratorio. Especificaciones y Métodos de ensayo.

NC¹ Jabones y formulaciones que contienen jabón. Obtención y preparación de muestras.

3 Términos y definiciones

A los fines de esta norma se aplican las definiciones siguientes:

3.1

alcali total

total de las bases de álcali combinadas como jabón con los ácidos de colofonia y grasos, así como los correspondientes a los hidróxidos metálicos alcalinos libres o carbonatos y cualquier silicato presente que se valora bajo las condiciones del ensayo.

Los resultados se expresan como porcentaje en masa de hidróxido de sodio (NaOH) o de hidróxido de potasio (KOH), en dependencia de si se trata de jabones de sodio o de potasio.

3.2

materia grasa total

material graso insoluble en agua obtenido por descomposición del jabón con un ácido mineral bajo condiciones especificadas. Este término incluye materia insaponificable, glicéridos y cualquier ácido de resina contenido en el jabón, además de los ácidos grasos.

4 Principio

Descomposición del jabón por un volumen conocido de una solución volumétrica normal de ácido clorhídrico o ácido sulfúrico, extracción y separación de la materia grasa liberada con petróleo ligero o éter de petróleo, y determinación del contenido total de álcali, mediante valoración del exceso de ácido contenido en la fase acuosa con una solución volumétrica normal de hidróxido de sodio. Después de la evaporación del petróleo ligero del extracto, disuelva el residuo en etanol y

¹ En proceso de aprobación por la ONN

neutralice los ácidos grasos con una solución volumétrica normal de hidróxido de potasio. Evapore el etanol y pese el jabón formado para determinar el contenido total de materia grasa.

5 Reactivos

Utilizar solamente reactivos de grado analítico reconocido, a menos que se especifique lo contrario.

5.1 Agua, en conformidad según se define en la NC-ISO 3696.

5.2 Acetona

5.3 Éter de petróleo o petróleo ligero.

5.4 Etanol, solución al 95% (v/v), neutralizada con una solución de fenolftaleína (véase 5.9)

5.5 Ácido sulfúrico o ácido clorhídrico, solución volumétrica normal, aproximadamente 1 N.

5.6 Hidróxido de sodio, solución volumétrica normal, aproximadamente 1N, estandarizado usando una solución de anaranjado de metilo como indicador (véase 5.8)

5.7 Hidróxido de potasio, solución volumétrica normal, aproximadamente 1N en etanol (véase 5.4)

5.8 Anaranjado de metilo, solución 2 g/L .

5.9 Fenolftaleína, solución 10 g/L en etanol (véase 5.4)

6 Aparatos

6.1 Balanza analítica, con valor de división (d) 0,1 mg.

6.2 Vaso de precipitados, de 250 mL de capacidad, de forma achatada.

6.3 Embudos de separación, de 500 mL de capacidad.

6.4 Cilindro de extracción, capacidad 250 mL, diámetro 39 mm y altura 355 mm, acoplado con un tapón de vidrio deslustrado.

6.5 Baño termostático o de vapor.

6.6 Horno, capaz de ser controlado a (103 ± 2) °C.

7 Muestreo

El muestreo se realiza según lo establecido en la NC Jabones y formulaciones que contienen Jabón. Obtención y preparación de muestras¹.

8 Procedimiento

Realice dos determinaciones de la misma muestra de laboratorio.

8.1 Porción de ensayo

Pese 5 g de la muestra con una aproximación de 0,001 g, en un vaso de precipitados (véase 6.2)

8.2 Determinación

Disuelva la porción de ensayo (véase 8.1) en aproximadamente 100 mL de agua caliente.

Vierta la solución en uno de los embudos de separación (véase 6.3) o en el cilindro de extracción (véase 6.4) y lave el vaso de precipitados con pequeñas cantidades de agua, añadiendo los líquidos de lavado al embudo de separación o al cilindro de extracción.

Añada 3 ó 4 gotas de la solución de anaranjado de metilo (véase 5.9) y después con la bureta adicione, mientras agita fuertemente el embudo de separación o el cilindro de extracción un volumen conocido de ácido sulfúrico o ácido clorhídrico (véase 5.6) medido con exactitud hasta que haya un exceso de aproximadamente 5 mL. Enfríe el contenido del embudo de separación o del cilindro de extracción hasta aproximadamente 25 °C y añada 100 mL de petróleo ligero (véase 5.4).

Inserte el tapón e invierta con cuidado el embudo de separación o el cilindro de extracción mientras mantiene sujetado el tapón. Abra gradualmente el grifo del embudo o el tapón del cilindro de extracción para liberar cualquier presión, después cierre, agite con cuidado y de nuevo libere la presión. Repita la agitación hasta que la capa acuosa se haya aclarado y después déjela reposar.

a) En el caso que use embudos de separación:

Vacíe la capa acuosa en un segundo embudo de separación (véase 6.3) y saque 50 mL de petróleo ligero (véase 5.3). Repita el proceso, recoja la capa acuosa en un matraz cónico y combine los tres extractos de petróleo ligero en el primer embudo de separación.

b) En el caso que use un cilindro de extracción:

Usando un sifón, extraiga la capa de petróleo ligero lo más completamente posible en un embudo de separación (véase 6.3)

Repita la extracción dos veces con 50 mL de petróleo ligero (véase 5.3), combine las tres extractos de petróleo ligero en el embudo de separación, traslade la capa acuosa lo más completamente posible al matraz cónico y lave el cilindro de extracción con pequeñas cantidades de agua, añadiendo los líquidos de lavado al matraz cónico.

Lave el extracto de petróleo ligero agitando con agua (aproximadamente 25 mL) hasta que los líquidos de lavado sean neutros a la solución de anaranjado de metilo (véase 5.8). Generalmente son suficientes tres lavados.

Deje que cada lavado repose durante 5 min. por lo menos o un tiempo que se requiera para dar una línea clara de separación entre las capas, antes de extraer la capa acuosa.

Después que se haya vaciado el líquido final, imparta un movimiento de turbulencia al contenido del embudo de separación al hacerlo girar, pero sin invertirlo, para quitar cualquier gota de agua que se adhiera a los lados.

Deje reposar durante 5 min. por lo menos y extraiga cualquier agua separada.

Recoja los líquidos del lavado del extracto de petróleo ligero cuantitativamente en el frasco cónico que ya contiene la capa acuosa.

8.2.1 Determinación del contenido total de álcali

Valore la capa acuosa de ácido mezclado y los líquidos del lavado con la solución de hidróxido de sodio (véase 5.6) usando la solución de anaranjado de metilo como indicador (véase 5.8).

8.2.2 Determinación del contenido total de materia grasa

Traslade con cuidado la solución lavada de petróleo ligero a un matraz de fondo plano, pesado filtrándola si fuera necesario a través de un papel de filtro seco. Lave el embudo de separación con dos o tres cantidades pequeñas de petróleo ligero y filtre los líquidos del lavado en el matraz, tomando precauciones para evitar la evaporación del petróleo ligero recogiendo los líquidos del lavado en el matraz.

Evapore casi todo el petróleo ligero en el baño termostatado (véase 6.5), tomando todas las precauciones necesarias y bajo una corriente lenta de nitrógeno o aire frío y seco.

Disuelva el residuo en 20 mL de etanol (véase 5.4), añada algunas gotas de la solución de hidróxido de potasio etanólico (véase 5.7) hasta un color rosado débil permanente. Observe el volumen usado.

Evapore la solución etanólica en el baño termostatado (véase 6.5). Cuando la evaporación esté próxima a terminar, gire el matraz para distribuir el jabón de potasio en una capa fina en los lados y fondo del recipiente.

Realice un secado preliminar del jabón de potasio añadiendo acetona (véase 5.2) y evaporando la acetona en un baño termostatado bajo una corriente lenta de nitrógeno o aire frío y seco. Después caliente en el horno (véase 6.6) controlando a (103 ± 2) °C, es decir, hasta que la diferencia en masa después de calentar durante otros 15 min. adicionales no exceda los 3 mg. Enfríe en un secador y pese.

9 Expresión de los resultados

9.1 Contenido total de álcali

9.1.1 Método de cálculo y fórmula

El contenido total de álcali se expresa como porcentaje en masa, mediante la fórmula:

$$a) 0,040 \times (V_0T_0 - V_1T_1) \times \frac{100}{m}$$

expresado como hidróxido de sodio (Na OH) para los jabones de sodio y

$$b) 0,056 \times (V_0 T_0 - V_1 T_1) \times \frac{100}{m}$$

expresado como hidróxido de potasio (KOH) para los jabones de potasio.

donde:

m es la masa, en gramos de la porción de ensayo (véase 8.1)

V_0 es el volumen, en mililitros, de la solución volumétrica normal ácida (véase 5.5) usada.

V_1 es el volumen, en mililitros de la solución volumétrica normal de hidróxido de sodio (véase 5.6) usada.

T_0 es la normalidad exacta de la solución volumétrica normal ácida (véase 5.5)

T_1 es la normalidad exacta de la solución volumétrica normal de hidróxido de sodio (véase 5.6)

El contenido total de álcali puede también expresarse en miliequivalentes por gramo mediante la fórmula:

$$\frac{V_0 t_0 - V_1 T_1}{m}$$

En este caso se toma como resultado la media aritmética de las determinaciones dobles.

9.1.2 Reproducibilidad

La diferencia entre los resultados obtenidos en la misma muestra en dos laboratorios diferentes no deben diferir en más del 0,2% del valor del porcentaje de la masa del álcali total hallado, expresado como hidróxido de sodio o hidróxido de potasio.

9.2 Contenido total de materia grasa

9.2.1 Método de cálculo y fórmula

El contenido total de materia grasa se expresa como un porcentaje por masa mediante la fórmula:

$$[m_1 - (V \times T \times 0,038)] \times \frac{100}{m_0}$$

donde:

m_0 es la masa, en gramos de la porción de ensayo (véase 8.1)

m_1 es la masa, en gramos del jabón de potasio seco

V es el volumen en mililitros, de la solución de hidróxido de potasio etanólico volumétrico normal (5.7) usado para la neutralización.

T es la normalidad exacta de la solución de hidróxido de potasio etanólico normal (véase 5.7) usada.

Tome como resultado la media aritmética de las determinaciones dobles, redondeando el resultado hasta lo más próximo a 0,1 %.

9.2.2 Reproducibilidad

La diferencia entre los resultados obtenidos en la misma muestra en dos laboratorios diferentes no debe diferir en más de 0,2 % del valor por masa de la materia grasa total encontrada.

10 Informe del ensayo

El informe del ensayo debe contener como mínimo la información siguiente:

- Identificación de la muestra
- Referencia a la Norma Cubana utilizada
- Detalles de cualquier desviación respecto a las condiciones de ensayo especificadas
- Resultados del ensayo
- Fecha del ensayo
- Nombre y firma de la persona que avala el informe