

---

**NORMA CUBANA**

**NC**

462: 2012

---

**DETERGENTES, CHAMPÚES Y GELES — DETERMINACIÓN  
DE LA MATERIA ACTIVA**

Detergents, shampoos and geles — Determination of the active matter

---

ICS: 71.100.40

2. Edición    Diciembre 2012  
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 El Vedado, 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 462: 2012**

## **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 los representantes de las instituciones siguientes:
  - Ministerio de la Industria Ligera
  - Ministerio de Comercio Interior
  - Ministerio de las Fuerzas Armadas Revolucionarias
  - Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos
  - Oficina Nacional de Normalización
  - Centro de Gestión y Desarrollo de la Calidad
  - Centro Estatal para el Control de la Calidad de los Medicamentos
  - Centro Nacional de Medicina Natural y Tradicional
  - Laboratorio Biológico Farmacéutico
  - Unión Suchel
- Sustituye a la norma NC 462:2007 Detergentes – Determinación de materia activa
- Sustituye al Capítulo 7 de la norma NC 280:2003 Champúes y Geles para el aseo personal – Requisitos y Métodos de Ensayo

**© NC, 2012**

**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, El Vedado, La Habana, Habana 4, Cuba.**

**Impreso en Cuba.**

**DETERGENTES, CHAMPUES Y GELES — DETERMINACIÓN DE LA MATERIA ACTIVA****1 Objeto**

Esta Norma Cubana establece los métodos de ensayo para la determinación de la materia activa en los detergentes, champúes y geles para el aseo personal.

**Método A.** Se utiliza para la determinación de la materia activa aniónica en los detergentes, champúes y geles.

**Método B.** Se utiliza para la determinación de la materia activa catiónica en los detergentes líquidos.

**Método C.** Se utiliza para la determinación de la materia activa aniónica en los detergentes líquidos y sólidos, en champúes y geles para el aseo personal.

Se aplica al análisis de alquil-benceno sulfonatos, alquil-sulfonatos, sulfatos e hidroxi-sulfatos, alquilfenol y etoxi-sulfatos de alcoholes grasos y dialquilsulfosucinatos.

**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-ISO 2859-0 Procedimientos de muestreo para la inspección por atributos – Parte 0: Introducción al sistema de muestreo por atributos.

NC-ISO 2859-1 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.

**3 Términos y definiciones**

A los fines de esta norma se aplican los siguientes términos y definiciones:

**3.1****materia activa (Ingrediente activo)**

sal sódica del dodecílbenzeno sulfonado o de cualquier otro agente tensioactivo aniónico.

**3.2****agente tensioactivo aniónico**

agente con uno o más grupos funcionales que se ioniza en una solución acuosa para producir iones orgánicos cargados negativamente, responsable de la actividad superficial.

**3.3****agente tensioactivo catiónico**

agente con uno o más grupos funcionales que se ioniza en una solución acuosa para producir iones orgánicos cargados positivamente, responsable de la actividad superficial.

### 3.4

#### **champúes acondicionadores**

productos cosméticos que además de contener sustancias deterativas contienen otras para que el cabello quede limpio y acondicionado después del lavado.

## **4 Muestreo**

Se efectúa de acuerdo a lo establecido en las NC-ISO 2859-0 y la NC-ISO 2859-1. Las muestras son conservadas en condiciones que reproducen lo más exactamente posible las condiciones de almacenamiento del producto terminado.

## **5 Método A**

### **5.1 Principio**

El método se basa en el hecho de que cuando cantidades equivalentes de detergentes catiónicos y aniónicos están presentes en una mezcla de dos fases, agua y cloroformo, el azul de metileno colorea ambas fases con la misma intensidad.

El alquilbencenosulfonato de sodio, el laurilsulfato de sodio o cualquier otro detergente, ya sea separadamente o en mezclas, pueden ser valorados con una solución de bromuro de cetiltrimetilamonio.

Los cálculos se realizan sobre la base del trióxido de azufre ( $\text{SO}_3$ ) combinado.

### **5.2 Reactivos**

#### **5.2.1 Cloroformo p.a.**

#### **5.2.2 Solución de bromuro de cetiltrimetilamonio**

Se pesan 1,670 g  $\pm$  0,1 g de bromuro de cetiltrimetilamonio con error máximo de 0,5 mg, se transfieren cuantitativamente a un matraz aforado de 1000 mL, se disuelve con agua, se lleva a volumen y se mezcla bien hasta completa disolución. Esta se valora con solución de referencia de laurilsulfato de sodio.

#### **5.2.3 Solución de referencia de laurilsulfato de sodio**

Se pesan 0,2500 g  $\pm$  0,05 g de laurilsulfato de sodio con error máximo de 0,5 mg, se transfiere cuantitativamente a un matraz aforado de 200 mL, se disuelve con agua, se lleva a volumen y se mezcla bien.

#### **5.2.4 Solución indicadora de azul de metileno**

Se pesan 0,1 g del reactivo y se disuelve en un vaso de precipitado de 250 mL con 100 mL de agua. Se toman 30 mL de esta solución y se vierten en un matraz aforado de 1000 mL. Se añaden 500 mL de agua, 6,8 mL de ácido sulfúrico concentrado, 50 g de dihidrogenofosfato de sodio monohidratado, agitándose hasta disolución completa. Se diluye con agua hasta la línea de enrase mezclándose bien.

### 5.2.5 Valoración de la solución de bromuro de cetiltrimetilamonio

Se toman 10 mL de la solución de referencia de laurilsulfato de sodio con una pipeta y se vierten en el matraz aforado, que previamente contiene 25 mL de solución indicadora de azul de metileno y 10 mL de cloroformo. Se valora con la solución de bromuro de cetiltrimetilamonio, oscilando el matraz cuidadosamente después de cada adición para evitar la formación de emulsiones y se observa con un nivel de iluminación adecuado. El punto final se alcanza cuando ambas fases tienen la misma intensidad de color azul.

## 5.3 Aparatos

**5.3.1 Balanza analítica**, con valor de división de 0,1 mg.

## 5.4 Procedimiento

### 5.4.1 Preparación de la porción de ensayo

Se pesa una cantidad apropiada de la muestra de ensayo, de acuerdo con el valor del ingrediente activo esperado. Se transfiere la porción de ensayo a un matraz aforado de 500 mL, se añaden de 100 mL a 300 mL de agua y se agita hasta completa disolución. Se lleva a volumen con agua y se mezcla bien.

### 5.4.2 Determinación

Se transfiere cuantitativamente una alícuota de 5 mL de la porción de ensayo a un matraz aforado de 100 mL con tapa esmerilada. Se añaden 25 mL de solución indicadora de azul de metileno y 10 mL de cloroformo y se valora con solución de bromuro de cetiltrimetilamonio, oscilando el matraz cuidadosamente después de cada adición para evitar la formación de emulsiones y se observa con un nivel de iluminación adecuado. El punto final se alcanza cuando ambas fases tienen la misma intensidad de color azul.

## 5.5 Cálculos

**5.5.1** La concentración (N) y el factor (F) de la solución de bromuro de cetiltrimetilamonio, se calculan mediante las ecuaciones siguientes:

$$N = \frac{M \times P}{V \times 0,302}$$

$$F = N \times 8$$

donde

N: valor numérico de la concentración de la solución de bromuro de cetiltrimetilamonio en moles por litro ó N,

M: valor numérico de la masa de laurilsulfato de sodio en gramos, de la alícuota tomada para la valoración,

P: valor numérico de la pureza del laurilsulfato de sodio utilizado en la preparación de la solución de referencia,

V: valor numérico del volumen de solución de bromuro de cetiltrimetilamonio en mililitros requeridos en la valoración de la solución de referencia de laurilsulfato de sodio;  
0,302: valor numérico correspondiente al miliequivalente gramo del laurilsulfato de sodio, basado en un peso molecular promedio de 200 para los alcoholes grasos componentes;  
F: valor numérico del factor de la solución de bromuro de cetiltrimetilamonio,  
8: valor numérico obtenido del miliequivalente gramo del trióxido de azufre (SO<sub>3</sub>) multiplicado por 100.

Los resultados se expresan hasta la diezmilésima.

**5.5.2** Calcular el contenido de materia activa en por ciento, utilizando la ecuación siguiente:

$$C = \frac{V1 \times F}{M1}$$

$$IA = C \times R$$

donde

C: valor numérico expresado en % del contenido de trióxido de azufre (SO<sub>3</sub>) combinado,  
V1: valor numérico expresado en mL del volumen de solución de bromuro de cetiltrimetilamonio requeridos en la porción de ensayo,  
M1: valor numérico en gramos de la masa de la porción de ensayo en la alícuota tomada para la valoración,  
F: valor numérico del factor del bromuro de cetiltrimetilamonio,  
IA: valor numérico del contenido de materia activa expresado en por ciento,  
R: valor numérico de la masa molecular del ingrediente activo dividido por la masa molecular del trióxido de azufre (SO<sub>3</sub>).

Los resultados se expresan hasta la centésima.

## 6 Método B

### 6.1 Principio

Se basa en la valoración de tensioactivos catiónicos con mezcla de indicadores.

### 6.2 Reactivos

#### 6.2.1 Cloroformo p.a

#### 6.2.2 Solución ácida concentrada

Pesar 0,5 g de Bromuro de Dimidio y 0,25 g de Azul de Disulfina VN. Disolverlos en una solución caliente de agua destilada con un 10% en volumen de etanol 96% y enrasar a 250 mL en un matraz aforado con la solución de agua y etanol.

### 6.2.3 Mezcla de indicadores

Tomar 20 mL con pipeta aforada de la solución ácida concentrada y pasarlos a un matraz aforado de 500 mL. Añadir 200 mL de agua destilada y 2,8 mL de ácido sulfúrico concentrado. Enrasar con agua destilada.

### 6.2.4 Solución de lauril sulfato sódico 0,005M

Pesar 1,44 g de lauril sulfato sódico, disolver con agua destilada previamente hervida y enfriada. Enrasar en matraz aforado de 1L.

## 6.3 Aparatos

6.3.1 Balanza analítica de 120 g ± 0,01 g.

## 6.4 Procedimiento

Pesar 5 g de producto, disolver con agua destilada y enrasar a 250 mL en matraz aforado. Tomar una alícuota de 20 mL con pipeta aforada y pasarla a un tubo graduado de 100 mL. Añadir 10 mL de agua destilada, 15 mL de cloroformo y 10 mL de mezcla de indicadores. Valorar con lauril sulfato sódico 0,005 M hasta que la capa clorofórmica vire de azul a rosa.

## 6.5 Cálculos

Calcular el por ciento tensioactivo catiónico utilizando la ecuación siguiente:

$$\% \text{ Tensioactivo Catiónico} = \frac{A \times \text{PM (TC)} \times 0,00625}{m}$$

donde

**A:** valor numérico en mL del volumen de Lauril Sulfato de Sodio consumidos,  
**PM:** valor numérico del peso molecular del tensioactivo catiónico,  
**m:** valor numérico en gramos de la masa de la porción de ensayo.  
 0.00625

## 7 Método C

### 7.1 Principio

El método se aplica a materiales activos conteniendo un grupo hidrofílico por molécula. Los sulfonatos de bajo peso molecular presentes como hidrótopos (touleno, xileno) no interfieren si su concentración es inferior al 15% en peso de materia activa. En mayores concentraciones debe evaluarse para cada tipo de formulación.

No interfieren en el análisis: jabón, urea, sales de EDTA y componentes inorgánicos típicos de las formulaciones, tales como cloruro sódico, sulfato, borato, tripolifosfato, perborato, silicato, entre otros. Agentes blanqueantes diferentes del perborato deben eliminarse antes del análisis.

## 7.2 Reactivos

### 7.2.1 Lauril Sulfato Sódico purificado

Su pureza se determina por el método siguiente:

No es necesario secarlo si la disolución Standard 0.004 M se prepara a la vez que se determina la pureza. Pesar 5 g ± 0,2 g cuidadosamente en un balón de 250 mL. Añadir exactamente 25 mL de solución 1 N de ácido sulfúrico y poner a reflujo bajo en condensador refrigerado con agua. En los primeros 5 minutos a 10 minutos la solución formará espuma, controlar esto quitando la fuente de calor. Después de 10 minutos la solución clarea y la formación de espuma cesa. Refluir 90 minutos más. Retirar la fuente de calor, enfriar el matraz, lavar el condensador con 30 mL de etanol clase A seguidos de agua destilada. Añadir unas gotas de fenolftaleína y valorar con hidróxido sódico. Valorar 25 mL de ácido sulfúrico 1 N con la solución 1 N de hidróxido sódico.

$$\% \text{ Pureza del Lauril Sulfato Sódico} = \frac{28,84 (A - B) S}{W_1}$$

donde

28.84

$W_1$ : valor numérico en gramos de la muestra del producto,

A: valor numérico en mililitros de NaOH 1N consumidos en la muestra,

B: valor numérico en mililitros de NaOH 1N consumidos en el blanco,

S: valor numérico de la normalidad de la solución de NaOH.

### 7.2.2 Disolución de Lauril Sulfato Sódico 0.004 M

Pesar cuidadosamente 1,1500 g ± 0,0005 g. de Lauril Sulfato Sódico y disolver en 200 mL de agua destilada. Pasar a un matraz graduado de 1 litro y enrasar con agua destilada. Calcular la molaridad de la forma siguiente:

$$\text{Molaridad} = \frac{W_2 \times \% \text{ Pureza}}{288,4 \times 100}$$

donde

$W_2$ : valor numérico en gramos del peso del Lauril Sulfato Sódico.

**NOTA 1:** Si previamente secamos el lauril sulfato sódico en estufa a 110 °C durante 2 horas o en microondas a media potencia 3 minutos, la pureza es del 100 %.

### 7.2.3 Solución de Hyamine 0.004 M

Pesar entre 1,75 g y 1,85 g de Hyamine y disolver en agua destilada. Pasar a un matraz aforado de un litro y enrasar.

El peso molecular de la Hyamine después de quitar una molécula de agua por secado es 488 que corresponde a 1,792 g necesarios para preparar 1 L y 0,004 M. Si se quiere, para comprobar la estandarización del Lauril Sulfato Sódico, la Hyamine 1622 puede secarse en estufa a 105 °C y pesar el peso correspondiente, para su disolución en un litro.

### 7.2.3.1 Estandarización de la solución de Hyamine

Tomar una alícuota de 25 mL de disolución de Lauril Sulfato Sódico 0,004M y pasar a una probeta de 100 mL con tapa esmerilada. Añadir 10 mL de agua destilada, 15 mL de cloroformo y 10 mL de indicador ácido. Valorar con la disolución de Hyamine, tapar la probeta y agitar bien después de cada adición. La capa inferior coloreará de rosa. Continuar la valoración agitando, la emulsión formada durante la agitación tenderá a romperse fácilmente. Continuar valorando gota a gota hasta alcanzar el punto final. Tomar éste cuando el color rosa desaparezca por completo de la capa clorofórmica que estará entonces gris - azulada. Anotar el volumen.

La molaridad de la disolución de Hyamine, se calcula:

$$F = \frac{L \times 25}{V}$$

donde

L: valor numérico de la molaridad exacta de la solución de Lauril Sulfato Sódico,  
V: valor numérico en mililitros del volumen de Hyamine consumidos.  
25

### 7.2.4 Azul de Disulfina VN 150

### 7.2.5 Bromuro de Dimidio

### 7.2.6 Indicador mezcla solución de almacenaje

Pesar 0,5 g ± 0,005 g de Bromuro de Dimidio en un vaso de precipitado de 50 mL y 0,25 g ± 0,005 g de Disulfina Azul en un segundo vaso de precipitado de 50 mL. Añadir 20 mL a 30 mL de solución de etanol en agua al 10% en volumen. Agitar hasta disolver y pasar las disoluciones a un matraz de 250 mL. Lavar y enjuagar los vasos añadiendo las aguas de lavado (etanol 10% vol.) al matraz aforado, enrasar con la misma disolución alcohólica.

### 7.2.7 Indicador ácido

Añadir 200 mL de agua destilada a 20 mL del indicador en un matraz aforado de 500 mL y agitar. Añadir 20 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2,5 M, mezclar y guardar al abrigo de la luz del sol.

**7.2.8 Cloroformo grado analítico****7.2.9 Acido Sulfúrico Concentrado****7.2.9.1 Disolución de ácido sulfúrico 2,5 M**

Añadir 135 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado con densidad de 1,84 a 300 mL de agua destilada en un matraz aforado y diluir a 1 litro.

**7.2.10 Solución 1,0 N de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>****7.2.11 Indicador de fenolftaleína**

Añadir Indicador de fenolftaleína en 50 mL de etanol e incorporar 50 mL de agua destilada con agitación constante. Filtrar si se formase precipitado.

**7.2.12 Solución 1,0 de NaOH cuidadosamente estandarizada****7.2.13 Indicador básico**

Añadir 200 mL de agua destilada a 20 mL de indicador mezcla y pasarlo a un matraz aforado de 500 mL. Añadir 25 mL de NaOH 1.0 N, mezclar bien, enrazar y protegerlo de la luz.

**7.3 Aparatos**

**7.3.1 Balanza analítica** de 120 g ± 0,01 g.

**7.3.2 Estufa**

**7.3.3 Matraz redondo de cuello esmerilado** de 250 mL

**7.4.4 Condensador refrigerado de agua**

**7.3.5 Probeta con tapón** de 100 mL

**7.4 Procedimiento**

Pesar cuidadosamente una cantidad de muestra que contenga sobre un miliequivalente de materia activa aniónica. La tabla siguiente ha sido calculada para un peso molecular de 390 y puede emplearse como guía:

<b>% de Materia Activa en muestra (Peso)</b>	<b>Peso de la Muestra (g)</b>
15	2,35
30	1,18
45	0,79
60	0,60
80	0,45
100	0,36

Disolver la muestra en agua destilada, pasarla a un matraz aforado de 250 mL y enrasar. Homogeneizar. Tomar una alícuota de 25 mL y verter en una probeta con tapón. Añadir 15 mL de cloroformo y 10 mL de disolución de indicador ácido. Valorar con la disolución de Hyamine 1622 hasta que la capa clorofórmica cambie de color rosado a azul grisáceo.

Cuando en los champúes y geles haya presencia de betainas se debe seguir el mismo procedimiento, pero utilizando el indicador básico en lugar del indicado ácido.

### 7.5 Cálculos

Calcular el contenido de materia activa en por ciento, utilizando la ecuación siguiente:

$$\% \text{ Mat. Activa aniônica} = \frac{V \times N \times M}{P}$$

donde:

- V: valor numérico en mililitros de Hyamine consumidos;
- N: valor numérico de la molaridad de la solución de Hyamine;
- M: peso molecular de la materia activa aniônica (ver especificaciones de la materia prima a analizar);
- P: peso de muestra tomado en gramos

Los resultados se dan hasta la diezmilésima.

### 8 Informe sobre los ensayos

El informe sobre el ensayo deberá contener como mínimo los aspectos siguientes:

- Identificación de la muestra.
- La norma utilizada (incluyendo el año de publicación).
- El método utilizado (si la Norma incluye varios).
- El resultado(s), incluyendo una referencia a "Cálculo".
- Cualquier desviación del procedimiento.
- Cualquier característica inusual observada.
- La fecha del ensayo.
- Identificación del analista.

### Bibliografía

- [1] ISO 2868:1973 Surface active agents – Detergents – Anionic-active matter stable to acid hydrolysis – Determination of trace amounts.
- [2] ISO 2869:1973 Surface active agents – Detergents – Anionic–active matter hydrolyzable under alkaline conditions – Determination of hydrolyzable and non-active matter.
- [3] ISO 2870:2009 Surface active agents – Detergents – Determination anionic–active matter hydrolyzable and non-hydrolyzable under acid conditions.
- [4] ISO 2871-1:2010 Surface active agents – Detergents – Determination of cationic–active matter content – Part 1 High-molecular-mass cationic-active matter.
- [5] ISO 2871-2:2010 Surface active agents – Detergents – Determination of cationic–active matter content – Part 2 Cationic-active matter of low molecular mass (between 200 and 500).
- [6] Colombia, ICONTEC 1111:1977 Detergentes. Determinación de la materia soluble en alcohol y del agente tensioactivo aniónico.
- [7] Colombia, ICONTEC 1689:1982 Industria farmacéutica y de cosmético. Champú.
- [8] Argentina, IRAM 5509:1973 Champú.
- [9] India, IS 5785:1976 Métodos de ensayo de concordancia para agentes activos de superficie. Parte IV. Detergencia relativa.