

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
3273:1997**

**COSMÉTICOS.
DETERMINACIÓN DE
INGREDIENTES ACTIVOS
ANTICASPAS**



1 OBJETO

Esta Norma Venezolana establece los métodos de ensayo para la determinación de ingredientes activos anticaspas en champús para uso en cosméticos.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Esta norma es completa.

3 MÉTODOS DE ENSAYO

3.1 Piroctone olamina

3.1.1 Materiales

3.1.1.1 Balanza con apreciación

3.1.1.2 Espectrofotómetro U.V. Visible

3.1.1.3 Matraces aforados de 25 ml, 50 ml y 100 ml

3.1.1.4 Pipetas graduadas de 1 ml, 5 ml, y 10 ml.

3.1.1.5 Matraces aforados de 100 ml.

3.1.1.6 Matraz precipitado de 100 ml

3.1.2 Reactivos

3.1.2.1 Ácido acético glacial.

3.1.2.2 Meta

3.1.2.3 Agua de

3.1.2.4 Solución de sulfato ferroso heptahidratado

3.1.2.4.1 Pesar 0,3 g de Fe en un matraz aforado de 50 ml.

3.1.2.4.2 Añadir 5 ml de agua y 0,3 ml de ácido acético glacial.

3.1.2.4.3 Agregar 20 ml de CH₃OH y agitar hasta dilución completa.

3.1.2.4.4 Llevar a volumen hasta aforo, con CH₃OH.

3.1.2.5 Solución patrón:

3.1.2.5.1 Pesar exactamente alrededor de 20 mg de Piroctone olamina en un matraz aforado de 100 ml.

3.1.2.5.2 Añadir ácido acético al 80 % en agua, poco a poco hasta disolver el piroctone de olamina y llevar a volumen con el mismo solvente.

3.1.2.5.3 Luego tomar una alícuota de 10 ml y agregar en un matraz aforado de 25 ml.

3.1.2.5.4 Añadir solución reactivo de sulfato ferroso heptahidratado.

3.1.2.5.5 Agitar y enrasar con ácido acético al 80 % en agua

3.1.2.5.6 Dejar reposar la solución en oscuridad por una hora.

3.1.3 Procedimiento

3.1.3.1 Pesar 2 g de champú en un bal

3.1.3.2 Añadir 20 ml de ácido acético en agua, agitar hasta homogeneizar y llevar a volumen con el mismo solvente.

3.1.3.3 Luego tomar una alícuota de 10 ml y agregar en un matraz aforado de 25 ml.

3.1.3.4 Añadir 1 ml de solución de sulfato ferroso heptahidratado.

3.1.3.5 Enrasar a volumen con ácido acético al 80 % en agua

3.1.3.6 Dejar reposar por una hora.

3.1.3.7 Leer la muestra y patrón en un espectrofotómetro a 440 nm de longitud de onda (λ) y espesor de 1 cm. contra un blanco preparado bajo las mismas condiciones de la muestra (véase nota 1).

NOTA 1: Paralelo a esto preparar un blanco en la misma condiciones.

3.1.4 Expresión de los resultados

Calcular la concentración de Piroctone olamina (OCTOPORIX) en miligramos por 100 g mediante la siguiente ecuación:

$$CM = \frac{AM / AP \times CP \times 20}{M} \times 100$$

Donde:

CM = Concentración de la muestra en 100 g de producto

AM = Absorbancia de la muestra.

AP = Absorbancia del patrón.

CP = Concentración del patrón.

M = Peso de la muestra en gramos

20 = Factor de dilución.

3.1.5 Informe

3.1.5.1 Fecha de realización del ensayo

3.1.5.2 Identificación de la muestra

3.1.5.3 Resultados del análisis realizado

3.1.5.4 Número de la Norma Venezolana COVENIN

3.1.5.5 Nombre del analista

3.1.5.6 Observaciones

3.2 Sulfuro

3.2.1 Materiales

3.2.1.1 Balanza

3.2.1.2 Baño de mar

3.2.1.3 Matraz yodométrico

3.2.1.4 Medida cilíndrica de 25 ml

3.2.1.5 Pipeta graduada de 5 ml, 10 ml

3.2.1.6 Bureta de 25 ml.

3.2.1.7 Vaso de precipitado de 100 ml.

3.2.1.8 Varilla de vidrio.

3.2.1.9 Papel de filtro libre de cenizas.

3.2.2 Reactivos

3.2.2.1 Ácido nítrico fumante (grado analítico)

3.2.2.2 Urea, químicamente pura.

3.2.2.3 Yoduro de potasio al 10 % en agua.

3.2.2.4 Solución valorada de tiosulfato de sodio 0.05 N.

3.2.2.5 Almidón, solución indicadora.

3.2.2.6 Agua destilada.

3.2.3 Procedimiento

3.2.3.1 Pesar alrededor de 3 g de la muestra. en una fiola de 250 ml.

3.2.3.2 Añadir 50 ml de ácido nítrico fumante.

3.2.3.3 Colocar en plancha calentada, durante 3 horas mínimo, agitar el contenido constantemente.

3.2.3.4 Enfriar el contenido de la fiola a temperatura ambiente, luego transferir cuantitativamente a un balón volumétrico de 250 ml, contenido aproximadamente de 100 ml de agua destilada.

3.2.3.5 Enfriar a temperatura ambiente y completar a volumen con agua y mezclar

3.2.3.6 Filtrar la solución a través de un papel de filtro (Whatman No 41 o su equivalente), en duplicado. 25 ml de filtrado en una fiola de 250 ml.

3.2.3.7 Pesar 5 g de urea y 20 ml de agua

3.2.3.8 hervir hasta ebullición.

3.2.3.9 Añadir 3 ml de solución indicadora de Yoduro Potasio

3.2.3.10 Titular con tiosulfato de sodio 0,05N (Normalidad) hasta la menor coloración naranja.

3.2.4 Expresión

El contenido de selenio se expresa en miligramos por ml.

$$SeSmg/g = \frac{V_{Na_2S_2O_3} \times N_{Na_2S_2O_3}}{M} \times \frac{250}{25}$$

Donde:

$V_{Na_2S_2O_3}$ = Volumen de tiosulfato de sodio en ml en la titulación.

$N_{Na_2S_2O_3}$ = Normalidad del tiosulfato de sodio.

M = Peso de la muestra en gramos.

Sulfuro de Selenio, mg/ml = Sulfuro de Selenio, mg/g x SG, g/ml

Donde SG = Gravedad específica

$$\% \text{ Sulfuro de selenio} = \frac{\text{mg / ml}}{10 \text{ mg / ml}} \times 100$$

Donde: 10 mg/ml = Cantidad declara de Sulfuro de Selenio

3.2.5 Informe

Ver punto 5.1.1.5

3.3 Piritionato de Zinc

3.3.1 Determinación por espectrofotometría

3.3.1.1 Materiales y equipos

3.3.1.1.1 Espectrofotómetro de absorción atómica.

3.3.1.1.2 Electrodo hueco de Zinc.

3.3.1.1.3 Balanza analítica con apreciación de 0.01 mg.

3.3.1.1.4 Matraz aforado de 100 ml y 1000 ml.

3.3.1.1.5 Bureta de precipitado de 150 ml.

3.3.1.1.6 Bureta graduado de 25 ml.

3.3.1.1.7 Pipetas de 1.0 ml, 1.5 ml, 2.0 ml, 2.5 ml, 3.0 ml.

3.3.1.1.8 Matraz de 250 ml

3.3.1.2 Reactivos

3.3.1.2.1 Ácido clorhídrico.

3.3.1.2.2. Agua destilada.

3.3.1.3 Procedimiento

3.3.1.3.1 Preparación del patrón.

3.3.1.3.1.1 Pesar 1 g de óxido de zinc en un matraz aforado de 1000 ml.

3.3.1.3.1.2 Añadir 10 ml de ácido clorhídrico concentrado y llevar a volumen hasta el aforo con agua destilada.

3.3.1.3.1.3 Medir una alícuota de 10 ml en un matraz aforado de 100 ml y llevar a volumen hasta el aforo con agua destilada.

3.3.1.3.1.4 Medir alícuotas de 1.0 ml, 1.5 ml, 2.0 ml y 3.0 ml en cinco matraces aforado de 100 ml y llevar a volumen hasta el aforo con agua destilada cada uno de ellos.

3.3.1.3.2 Preparación de la muestra

3.3.1.3.2.1 Pesar una cantidad de champú, que contenga el equivalente a 0.50 mg. de piritionato de zinc en un matraz aforado de 100 ml.

3.3.1.3.2.2 Añadir 10 ml de ácido clorhídrico concentrado y 15 ml de agua destilada.

3.3.1.3.2.3 Calentar la solución durante 25 minutos con agitación frecuente.

3.3.1.3.2.4 Enfriar la solución a temperatura ambiente y llevar a volumen hasta el aforo con agua destilada. Filtrar en un filtro Whatman (véase nota 2).

NOTA 2: Ambas soluciones (muestra y patrón) se leen en un espectrofotómetro de absorción atómica a una longitud de onda (λ) de 213,86 nm y se leen en un intervalo de 0.10 a 0.15.

3.3.1.4 Expresión de los resultados

El contenido de piritionato de zinc en la muestra se expresa en mg por 100 g, mediante la siguiente ecuación:

$$\text{Contenido de Piritionato de Zinc} = \frac{\text{PM Piritionato de Zinc} \times \text{Contenido de Zinc}}{\text{Peso de la muestra}} \times 100$$

3.3.2 Determinación por gravimetría

Ver punto 5.1.1.5

3.3.2 Determinación por gravimetría

3.3.2.1 Materiales y equipos

3.3.2.1.1 Mufla con temperatura control a 572 °C

3.3.2.1.2 Balanza analítica con apreciación de 0.01 mg.

3.3.2.1.3 Baño de vapor.

3.3.2.1.4 Cápsula de porcelana.

3.3.2.1.5 Matraz de titulación de 250 ml.

3.3.2.1.6 Bureta de 25 ml.

3.3.2.1.7 Pipetas graduadas de 1 ml y 20 ml.

3.3.2.2 Reactivos

3.3.2.2.1 Ácido sulfúrico al 10 %.

3.3.2.2.2 Buffer pH 10.

3.3.2.2.3 Negro de eriocromo. Solución indicadora

3.3.2.2.4 Complexona 0.05 M. Solución valoradora.

3.3.2.3 Procedimiento

3.3.2.3.1 Pesar el equivalente a 1 mg de piritionato de zinc en una cápsula de capacidad adecuada.

3.3.2.3.2 Evaporar el

3.3.2.3.3 Llevar a 25 °C hasta la muestra, obteniendo de color amarillo.

3.3.2.3.4 Después luego el residuo se 10 ml de ácido al 10 % (calentamiento necesario hasta disolución).

3.3.2.3.5 Transferir la solución a la fiola de titulación lavando con pequeñas porciones de agua destilada para asegurar el lavado completo de cápsula.

3.3.2.3.6 Añadir 10 ml de buffer pH 10 y 3 gotas de solución indicadora negro de eriocromo.

3.3.2.3.7 Titular la solución con complexona 0.05 M hasta la obtención del punto final práctico, el cual viene dado por una coloración violeta; comparar dicha coloración con la obtenida en el preparado paralelamente con todos los reactivos de la muestra.

3.3.2.4 Expresión de resultados

El contenido de piritionato de zinc se expresa en miligramos por 100 gramos.

%Piritionato Zinc = (VEDTA (consumido) x NEDTA x EqEDTA x 100) / M

1 ml EDTA 0.05 M = 15,87 mg. de piritionato de zinc.

Donde:

M = Peso de la muestra en g.

NEDTA = Normalidad del EDTA

Vol.EDTA = Volumen de EDTA, en ml consumidos en la titulación.

Eq. EDTA = Peso del equivalente del EDTA

3.3.2.5 Informe

Ver punto 5.1.1.5

3.3.3 Determinación por Yodometría

3.3.3.1 Materiales y equipos

3.3.3.1.1 Balanza analítica con apreciación de 0.01 mg.

3.3.3.1.2 Bureta

3.3.3.1.3 Vaso de precipitación

3.3.3.1.4 Cilindros graduados

3.3.3.2 Reactivos

3.3.3.2.1 Ácido clorhídrico concentrado

3.3.3.2.2 Yodo 0.1 N Solución valoradora

3.3.3.2.3 Cloroformo

3.3.3.2.4 Almidón solución indicadora.

3.3.3.2.5 Agua destilada.

3.3.3.3 Procedimiento

Pesar exactamente el equivalente a 1 mg de la muestra de piritionato de zinc en una cápsula de precipitación.

3.3.3.3.1 Añadir 25 ml de ácido clorhídrico concentrado y esperar 5 minutos

3.3.3.3.2 Agregar 10 ml de agua destilada, 100 ml de cloroformo y 1 ml de solución indicadora de almidón.

3.3.3.3.3 Titular la solución de Iodo 0.1 N lentamente hasta la obtención del cambio en la coloración de amarillo pálido al violeta pálido en la capa superior acuosa. El color de la capa inferior no se usa en la determinación del punto final práctico.

3.3.3.4 Expresión de los resultados

El contenido de piritionato de zinc se expresa en gramos.

% Piritionato Zinc = (VIodo x NIodo x EqIodo x 100) / M

1 ml Iodo 0,1 N 15,865 mg de piritionato de zinc.

Donde:

Vol. de Iodo: Volumen de Iodo, en ml consumidos en la titulación.

NIodo = Volumen de Iodo, en ml consumidos en la titulación.

EqIodo = Peso del equivalente en iodo

M = Peso de la muestra en gramos

3.3.3.5 Informe

Ver punto 5.1.1.5

3.3.4 Determinación de piritionato de zinc

3.3.4.1 Principio

La muestra se pesa en 6 % butanol y se acidifica. El punto es titulado con iodo en un autotitulado. El punto final es detectado utilizando un electrodo combinado de plomo y zinc.

3.3.4.2

3.3.4.2.1 Frasco volumétrico de 1 l.

3.3.4.2.2 Bureta graduados 500 ml.

3.3.4.2.3 Bureta con sistema de bureta de 10 ml; o equivalente.

3.3.4.2.4 Electrodo combinado con aro de platino o electrodo de plomo y zinc equivalente.

3.3.4.2.5 Vasos de precipitación (o equivalentes) de 100 ml, de propileno (o los que tengan capacidad similar).

3.3.4.2.6 Baño de vapor capaz de mantener a 195° F - 212 °F antes de utilizar.

3.3.4.3 Reactivos

3.3.4.3.1 Solución estándar de iodo. Aproximadamente 0,04 N. Preparación de una solución de iodo (grado reactivo) o cristales de iodo.

Ejemplo 1 Transferir 400 ml de solución 0,1 N a un frasco volumétrico de 1 l. Diluir con agua destilada hasta la marca y mezclar bien.

Ejemplo 2: Pesar 5,1 g de cristales de iodo en un beaker de 200 ml. Disolver en 100 ml de agua destilada;

transferir a un frasco volumétrico de 1 l. Diluir a la marca y mezclar bien. Mantener la solución en frasco ámbar.

3.3.4.3.2 Ácido clorhídrico concentrado. Grado reactivo.

3.3.4.3.3 N-butanol. Grado reactivo. Diluir a aproximadamente 6 %, mezclando 6 volúmenes de butanol con 94 volúmenes de agua destilada.

3.3.4.3.4 Tiosulfato de sodio 99° de pureza, o equivalentes.

3.3.4.3.5 Tolueno grado reactivo.

3.3.4.4 Inicialización del autotitulado.

Referirse al manual del autotitulado. Un método específico para la determinación de piritionato de zinc, debe ser establecido (y almacenado) en el autotitulado. Los parámetros claves para este método deben incluir:

3.3.4.4.1 Constante de cálculo de 15,88 (peso equivalente del piritionato de zinc es 15,88 entre 10); debido a que las unidades de volumen son en "mililitros"; y la unidad resultante es "miligramos".

$$15,88 = \frac{317,6(\text{PM piritionato de zinc})}{2(\text{N piritona por molecula}) \times 10}$$

3.3.4.4.2 Constante de calibración tal como 1000 (peso molecular del tiosulfato de sodio dividido entre 1000), que el tiosulfato de sodio es un estándar primario. La calibración de la bureta y el electrodo y las unidades de volumen son en mililitros.

3.3.4.5 Pesaje de la muestra

Peso de muestra (g) / Peso de zinc estimado

Donde

a : 2 g para beaker de 100 ml
b : 4 g para beaker de 250 ml.

3.3.4.5.1 Pesar con apreciación de 0,001 g lo calculado anteriormente dentro del beaker.

3.3.4.5.2 a) Si se utiliza el beaker de 100 ml, diluir a 75 ml con butanol al 6 % y agregar 5 ml de ácido clorhídrico concentrado.

b) Si se utiliza el beaker de 250 ml, diluir 150 ml. con butanol al 6% y agregar 10 ml de ácido clorhídrico concentrado.

3.3.4.5.3 Calentar en el baño de vapor durante 15 min.

3.3.4.5.4 Enfriar a temperatura ambiente, luego proceder a titular la muestra con la solución de iodo al 0,04 n.

3.3.4.5.5 Inicialización del autotitulado.

3.3.4.5.6 Eliminar las burbujas de aire de la bureta.

3.3.4.5.7 Colocar el beaker que contiene la muestra dentro del autotitulado.

3.3.4.5.8 Agitar vigorosamente durante 3 min hasta disolver bien la muestra.

3.3.4.5.9 Titular con la solución de iodo.

3.3.4.5.10 Continuar con la titulación durante la autotitulación.

3.3.4.5.11 El autotitulado realiza la titulación de acuerdo a lo indicado en la instrucción con la cual se opera. Verificar las indicaciones del equipo.

NOTA 3: El electrodo requiere de una limpieza frecuente. Especialmente cuando se notan depósitos de silicona sobre el mismo. Limpiar con tolueno, luego enjuagar con butanol al 6 % y por último con agua destilada.

3.3.4.6 Cálculos

El autotitulado puede ser programado para que se realice el cálculo y reportar los resultados en porcentaje de piritionato de zinc:

$$\% \text{ Piritionato Zinc} = \frac{\text{ml Iodo} \times N \times 15,88}{\text{Peso de la muestra (g)}}$$

Donde:

ml iodo: mililitros consumidos durante la autotitulación.

N: Normalidad de la solución de iodo.

BIBLIOGRAFÍA

Información suministrada por la industria.

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Piso 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

publicación de:



I.C.S: 71.100.70

ISBN: 980-6019-22-9

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptor: Cosmético, ingredientes activos anticáspsa.