REPÚBLICA DE COLOMBIA

MINISTERIO DE DEFENSA NACIONAL

NORMA TÉCNICA

REPELENTE EN CREMA

NTMD-0310

Este documento rige a partir del 20 de abril de 2012 y forma parte de la Norma Técnica NTMD–0310 “REPELENTE EN CREMA”

Elimínese el numeral 3.1.2. Dimensiones.

Reemplácese la Figura 1 por la siguiente:

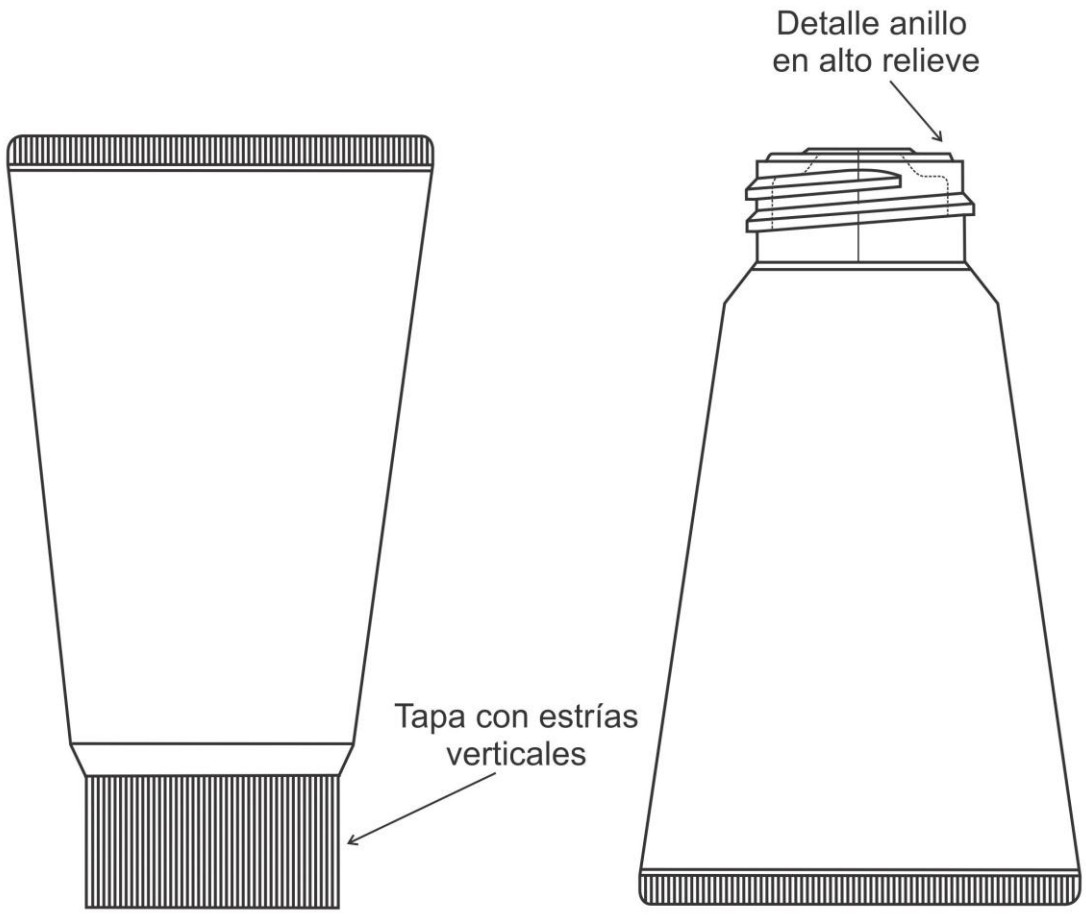


Figura 1. Ilustración del recipiente

Elimínese la Figura 2. Recipiente sin tapa.

Modifíquese en la Tabla 2 "Requisitos fisicoquímicos del repelente en crema" el requisito Contenido neto en g, así:

Característica	Requisito	Numeral
Contenido neto en g	55 a 65	5.2

Reemplácese el primer párrafo del numeral 3.2.2 "Requisitos microbiológicos" por el siguiente:

"El repelente debe cumplir los requisitos microbiológicos establecidos en la tabla 3 o los contemplados en el Decreto 677 de 1995, Artículo 52, Parágrafo 6º, literal a) cuando se verifique de acuerdo con lo indicado en el numeral 5.7."

Nota: Las demás especificaciones de la norma conservan su valor original.

Prólogo

La norma técnica NTMD-0310 fue aprobada el 2010-12-15.

La presente norma está sujeta a ser actualizada permanentemente con el propósito de responder en todo momento a las necesidades y exigencias actuales de la Fuerza Pública.

A continuación se relacionan las instituciones y empresas que colaboraron en el estudio de esta norma a través de su participación en el proceso de normalización.

JEFATURA DE LOGÍSTICA EJÉRCITO NACIONAL
JEFATURA DE OPERACIONES LOGÍSTICAS ARMADA NACIONAL
JEFATURA DE APOYO LOGÍSTICO FUERZA AÉREA COLOMBIANA
DIRECCIÓN ADMINISTRATIVA Y FINANCIERA POLICÍA NACIONAL

COMANDO INFANTERÍA DE MARINA ARMADA NACIONAL
DIRECCIÓN DE INTENDENCIA DEL EJÉRCITO
DIRECCIÓNDE ABASTECIMIENTOS ARMADA NACIONAL
DIRECCIÓN DE LOS SERVICIOS FUERZA AÉREA
DIRECCION DE SANIDAD POLICÍA NACIONAL

INVIMA
PROQUIFAR S.A.
3M COLOMBIA
ESTIVO
SALDER
COMDISLAK LTDA.
LAPETSA S.A.
DERCA LTDA.

TABLA DE CONTENIDO

		Pág.
1	**OBJETO**	3
2	**DEFINICIONES Y APLICACIÓN**	3
2.1	DEFINICIONES	3
2.2	APLICACIÓN	4
3	**REQUISITOS**	4
3.1	REQUISITOS GENERALES	4
3.2	REQUISITOS ESPECÍFICOS	6
3.3	REQUISITOS DE EMPAQUE Y ROTULADO	7
4	**PLANES DE MUESTREO Y CRITERIOS DE ACEPTACIÓN O RECHAZO**	8
4.1	TOMA DE MUESTRAS Y CRITERIOS DE ACEPTACIÓN O RECHAZO PARA EVALUAR REQUISITOS GENERALES Y REQUISITOS DE EMPAQUE Y ROTULADO	8
4.2	TOMA DE MUESTRAS Y CRITERIO DE ACEPTACIÓN O RECHAZO PARA EVALUAR REQUISITOS ESPECÍFICOS	9
5	**MÉTODOS DE ENSAYO**	10
6	**APENDICE**	18
6.1	NORMAS QUE DEBEN CONSULTARSE	18
6.2	ANTECEDENTES	19

1. OBJETO

Esta norma tiene por objeto establecer los requisitos que debe cumplir y los ensayos a los cuales debe someterse el repelente en crema a base de DEET, que es usado por el personal de la Fuerza Pública, en actividades operativas o de entrenamiento, para la protección contra la picadura de insectos.

2. DEFINICIONES Y APLICACIÓN

2.1 DEFINICIONES

Para efectos de la presente norma se establecen las siguientes:

DEET: Abreviatura del ingrediente activo N,N-dietil-m-toluamida, sustancia que actúa como repelente.

Lote de producción: Cantidad determinada de repelentes de características similares y fabricadas en una misma planta bajo las mismas condiciones y técnicas de producción presumiblemente uniformes, que se someten a inspección como un conjunto unitario.

Lote de entrega: Cantidad determinada de repelentes de características similares y fabricadas en una o varias plantas bajo condiciones de producción presumiblemente uniformes, puesta a disposición de la entidad contratante para ser sometida a inspección como uno o varios conjuntos dependiendo del número de orígenes productivos que lo conforman.

Muestra: Cantidad especificada de repelentes extraídas de un lote que sirve para obtener la información necesaria que permite apreciar una o más características de él.

Muestra de referencia: Producto testigo suministrado y aprobado por la entidad contratante que cumple con las características de diseño, propiedades físicas, químicas y los requisitos establecidos en la presente Norma Técnica, para efectos de comparación, evaluación y aceptación o rechazo de los lotes correspondientes, en caso de ser requerido.

Repelente: Sustancia capaz de proveer protección contra la picadura de insectos.

Tubo colapsible. Recipiente de forma cilíndrica, sellado en un extremo y cuyo fondo en forma de cono truncado posee un orificio a través de la cual el contenido sale al presionar el envase.

2.2 APLICACIÓN

Para el empleo de la presente norma la entidad contratante debe establecer en los pliegos de condiciones lo siguiente:

2.2.1 Características del código de barras o equivalente de acuerdo con los requerimientos de cada entidad.

2.2.2 En caso que la entidad contratante requiera condiciones de empaque y rotulado diferentes a las establecidas en esta norma debe especificarlas o deben ser acordadas entre la entidad contratante y el contratista.

2.2.3 En caso de requerirse establecer la muestra de referencia según lo indicado en el numeral 5.1.

2.2.4 Plan de muestreo para Requisitos Específicos si la cantidad de repelentes a adquirir es menor de 1201 unidades.

3. REQUISITOS

3.1 REQUISITOS GENERALES

El repelente debe estar libre de grumos, debe ser homogéneo y uniforme cuando se examine visualmente o al tacto, no debe estar separado en fases. El olor debe ser suave y agradable o casi imperceptible, excepto por un ligero olor característico del DEET. El color del repelente debe ser blanco.

El producto debe contar con Registro Sanitario o Notificación Sanitaria Obligatoria, otorgada por el Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos, conforme la legislación vigente.

Cada lote de producción debe tener una fecha de vencimiento tal que garantice una vida útil de mínimo 3 años contados a partir de la fecha de entrega pactada.

3.1.1 Envase. Debe estar conformado por un tubo plástico colapsible y una tapa. El tubo debe ser inyectado en una sola pieza, sellado en su extremo y con un orificio dispensador en su base, no debe tener boquillas de dosificación adicionales. Las paredes del tubo no deben ser rígidas con el fin de facilitar la extracción del repelente presionándolo manualmente.

La tapa debe ser de rosca, con una base plana y ancha que permita parar el recipiente con la boca hacia abajo. Debe ser inyectada en una sola pieza y debe tener estrías verticales en su contorno para facilitar su agarre.

No se admite el uso de contratapas a presión u orificios dispensadores en la tapa, la extracción del repelente solo debe efectuarse desenroscando la tapa.

El sistema de cierre debe llevar doble superficie de sellado mediante anillos en alto relieve inyectados en la misma pieza tanto en la tapa como en el tubo, con el fin de garantizar su hermeticidad. No se admite el empleo de empaquetaduras adicionales. Después de presionar el recipiente con su tapa puesta no debe sufrir deformaciones permanentes ni estallarse, destaparse o presentar derrame de su contenido. El envase no debe tener aristas vivas o rebabas en sus bordes o en el sello.

3.1.2 Dimensiones. Además de las dimensiones indicadas en la tabla 1, el envase debe cumplir con las siguientes dimensiones cuando se verifique según lo indicado en el numeral 5.1. El espesor de la pared del tubo debe ser de 0,42 mm ± 0,3 mm. El orificio dispensador debe tener un diámetro interno de 4,7 mm ± 0,2 mm. El ancho del sello debe ser de 6 mm ± 0,5 mm. La tapa debe tener un diámetro externo de 37 mm ± 1 mm. (Ver figuras 1 y 2).

Tabla 1. Dimensiones del embase

Descripción	Cota	Dimensiones en mm
Ancho	A	60 ± 1
Altura	B	103 ± 3
Diámetro boquilla con rosca	C	22 ± 1
Diámetro boquilla sin rosca	D	20 ± 1
Diámetro tubo	E	39 ± 1

3.1.3 Declaración de conformidad. El fabricante del repelente debe presentar declaración de conformidad con base en la norma NTC-ISO 17050-1 y aportando la documentación de apoyo indicada en la norma NTC-ISO 17050-2, donde certifique los siguientes requisitos:

- Cumplimiento de los artículos 1º, 2º y 4º de la Resolución Nº. 0578 de 2004 del Ministerio de la Protección Social o los correspondientes artículos de la resolución que la modifique o reemplace.

- Efectividad del repelente de mínimo 12 horas con una sola aplicación para un nivel de efectividad del 95% de acuerdo con el método de ensayo establecido en la norma técnica ASTM E951 – 94(2006), Método estándar de pruebas de laboratorio para formulaciones de repelentes de mosquito, no comerciales, sobre la piel. (Ver numeral 5.10)

- Sustantividad de mínimo 30% en pruebas de adherencia a la piel y resistencia al agua. (Ver numeral 5.11)

3.2. REQUISITOS ESPECÍFICOS

3.2.1 Requisitos fisicoquímicos. El repelente debe cumplir los requisitos fisicoquímicos establecidos en la tabla 2, cuando se verifique de acuerdo con lo indicado en cada numeral.

Tabla 2. Requisitos fisicoquímicos del repelente en crema.

Característica	Requisito	Numeral
Contenido neto en g	57 ± 2	5.2
Contenido de DEET, % en peso	34 ± 1	5.3
Viscosidad en cps	150000 a 450000	5.4
Densidad en g/ml	0,990 a 1,035	5.5
pH	6,9 a 8,0	5.6

3.2.2 Requisitos microbiológicos. El repelente debe cumplir los requisitos microbiológicos establecidos en la tabla 3 cuando se verifique de acuerdo con lo indicado en el numeral 5.7

Tabla 3. Requisitos microbiológicos del repelente en crema.

Característica	Requisito	Numeral
Recuento total de microorganismos aerobios mesófilos en UFC/ml	< 100	5.7
Microorganismos patógenos	Ausencia total	5.7

3.2.3. Material del envase. El cuerpo del envase debe ser elaborado en polietileno de alta densidad (HDPE), la tapa debe ser elaborada en polipropileno, este requisito debe ser verificado de acuerdo con lo establecido en el numeral 5.8

3.2.4 Resistencia al estallido. El envase no debe sufrir deterioro, rotura, despegue del sello o fisuras al ser sometido a la prueba de resistencia al estallido indicada en el numeral 5.9

3.3 REQUISITOS DE EMPAQUE Y ROTULADO

3.3.1 Empaque. Los repelentes deben empacarse en forma colectiva en cajas de cartón corrugado, en cantidad de 12 unidades. Dentro de la caja deben emplearse hojas de cartón sencillo cruzadas a lo largo y a lo ancho para separar individualmente los repelentes evitando que se apilen.

3.3.2 Rotulado. Cada repelente debe llevar impreso directamente sobre el cuerpo del envase la siguiente información:

- Nombre del ingrediente activo.
- Concentración.
- Contenido neto en gramos.
- Nombre del fabricante.
- Número de horas de duración.
- País de fabricación.
- Precauciones de uso.
- Advertencias sobre el uso del producto e indicaciones de primeros auxilios.
- Acción principal del producto.
- Condiciones de almacenamiento.

Adicionalmente debe llevar impresa la siguiente información, para la cual se admite el empleo de rótulos adhesivos:

- Lo dispuesto en la Res. Nº 0578 de 2004 del Ministerio de la Protección Social.
- Número de Contrato.
- Fecha de vencimiento.
- Instrucciones de uso en idioma español.
- Advertencias sobre el uso del producto e indicaciones de primeros auxilios.
- Registro Sanitario o Notificación Sanitaria Obligatoria.
- Código de barras de acuerdo con los requerimientos de la entidad contratante (solo para el empaque colectivo).
- “Uso Institucional”

Cada empaque colectivo debe llevar la siguiente información:

- Nombre del producto.
- Cantidad de unidades.
- Referencia a la norma técnica “NTMD-0310”.
- Nombre del fabricante.
- Número de Contrato.
- Condiciones de almacenamiento y transporte.
- Código de barras de acuerdo con los requerimientos de la entidad contratante.

Nota 1. Para evitar adulteración del producto el número de lote debe ser grabado en relieve en el cuerpo del envase.

4. PLANES DE MUESTREO Y CRITERIOS DE ACEPTACIÓN O RECHAZO

4.1 TOMA DE MUESTRAS Y CRITERIOS DE ACEPTACIÓN O RECHAZO PARA EVALUAR REQUISITOS GENERALES Y REQUISITOS DE EMPAQUE Y ROTULADO

4.1.1 Muestreo. De cada lote de repelentes, se debe extraer al azar una muestra conformada por el número de unidades indicado en la tabla 4. Sobre cada unidad de la muestra, se debe efectuar una inspección visual para verificar si éstos cumplen los requisitos generales y de empaque y rotulado especificados.
Este plan de muestreo corresponde a un muestreo simple, inspección reducida, nivel de inspección general I y un nivel aceptable de calidad (NAC) del 4,0%, de acuerdo con la Norma Técnica Colombiana NTC - ISO 2859 – 1, primera actualización.

Tabla 4. Plan de muestreo para requisitos generales y requisitos de empaque y rotulado

Tamaño del lote (unidades)	Tamaño muestra (unidades)	Número de Aceptación	Número de Rechazo
2 – 90	2	0	1
91 – 150	3	1	2
151 – 280	5	1	2
281 – 500	8	1	2
501 – 1 200	13	2	3
1 201 – 3 200	20	3	4
3 201 – 10 000	32	5	6
10 001 – 35 000	50	6	7
35 001 – 150 000	80	8	9
150 001 ó más	125	10	11

4.1.2 Criterio de aceptación o rechazo para requisitos generales y requisitos de empaque y rotulado. Si el número de unidades defectuosas en la muestra es menor o igual al número de aceptación, se acepta el lote siempre y cuando cumpla los requisitos específicos.

Si el número de unidades defectuosas es igual o mayor al número de rechazo, se debe devolver o rechazar el lote al proveedor. Cuando se efectúe la evaluación de un lote que haya sido previamente devuelto, se debe aplicar un plan de muestreo simple, inspección normal bajo las mismas condiciones según lo establecido en la Norma Técnica Colombiana NTC - ISO 2859 – 1, primera actualización.

4.2 TOMA DE MUESTRAS Y CRITERIO DE ACEPTACIÓN O RECHAZO PARA EVALUAR REQUISITOS ESPECÍFICOS

4.2.1 Muestreo. Para verificar los requisitos específicos, se debe sacar al azar según del tamaño del lote, el tamaño de muestra en unidades indicado en la tabla 5. Este plan de muestreo corresponde a un muestreo simple, nivel de inspección especial S – 2 inspección reducida y un nivel de inspección de calidad (NAC) del 2,5%, de acuerdo con la Norma Técnica Colombiana NTC –ISO 2859-1.

Tabla 5. Plan de muestreo para requisitos específicos

Tamaño del lote (unidades)	Tamaño muestra (unidades)	Número de Aceptación	Número de Rechazo
1 201 – 35 000	3	0	1
35 001 o más	5	1	2

4.2.2 Criterio de aceptación o rechazo. Si el número de unidades defectuosas en la muestra es menor o igual al número de aceptación, se acepta el lote siempre y cuando cumpla los requisitos generales y requisitos de empaque y rotulado. Si el número de unidades defectuosas es igual o mayor al número de rechazo, se debe devolver o rechazar el lote al proveedor. Cuando se efectúe la evaluación de un lote que haya sido previamente devuelto, se debe aplicar un plan de muestreo simple, inspección normal bajo las mismas condiciones según lo establecido en la Norma Técnica Colombiana NTC - ISO 2859 – 1, primera actualización.

Nota 2. En el caso de las definiciones de lotes de producción y entrega el factor clave es la uniformidad del elemento producido, lo cual permite que aplicando técnicas estadísticas se pueda seleccionar una muestra reducida de elementos para determinar la conformidad de todo el conjunto. En el caso que el auditor asignado para evaluar un lote (o miembro del comité técnico de recepción) no pueda determinar en forma confiable dicha uniformidad podrá modificar el plan de muestreo, llegando incluso a evaluar todos y cada uno de los elementos a recibir si comprueba que no existe uniformidad alguna. En el caso de la evaluación de los requisitos específicos el auditor o el evaluador podrán pasar de un muestreo reducido a uno normal o incluso a uno estricto por cada uno de los lotes de producción que compongan el lote de entrega bajo las condiciones establecidas en la presente Norma Técnica.

Estas decisiones del auditor deberán estar sustentadas en el seguimiento mismo que haga de una producción determinada.

5. MÉTODOS DE ENSAYO

Además de los métodos de ensayo que se indican a continuación, se admite el empleo de métodos de la United States Pharmacopeia (USP) equivalentes. Para la realización de las pruebas deben tenerse en cuenta los aspectos de seguridad asociados a su ejecución.

5.1 VERIFICACIÓN DE REQUISITOS GENERALES, DE EMPAQUE Y ROTULADO

La verificación de los requisitos generales y de los requisitos de empaque y rotulado debe realizarse mediante inspección visual y sensorial. La verificación de las dimensiones debe efectuarse con un instrumento que dé la precisión requerida, atendiendo las recomendaciones establecidas en las Normas Técnicas Colombianas respectivas, aplicadas a la metrología y mediciones en General. Para efecto de la verificación de estos requisitos la entidad contratante podrá establecer una muestra de referencia.

5.2 DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO NETO

La determinación del contenido neto se efectúa de acuerdo con el siguiente procedimiento:

- Determinar el peso bruto del recipiente, pesando el recipiente con su tapa y la totalidad de su contenido.
- Posteriormente retirar el contenido del recipiente y lavar tanto el recipiente como la tapa con abundante agua.
- Secar completamente el recipiente y su tapa.
- Pesar nuevamente el recipiente vacío con su tapa.
- El contenido neto se calcula como la diferencia entre el peso bruto y el peso del recipiente vacío con su tapa.

Este procedimiento se debe efectuar con una balanza calibrada con exactitud de 0,1 g.

5.3 DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE DEET

Se debe efectuar mediante cromatografía de gases de acuerdo con el procedimiento que se indica a continuación. Se pueden emplear otros métodos cromatográficos, siempre y cuando estos hayan sido debidamente validados por el laboratorio y la columna empleada sea compatible con el producto.

5.3.1 Equipo y Condiciones para la Cromatografía de gases.

5.3.1.1 Equipo: Cromatógrafo de gases (CG) y una columna capilar de silicona de 24 m x 0.3 mm de diámetro interno.

5.3.1.2 Condiciones para la cromatografía de gases:

- Rata de flujo de gases: Auxiliar – 29 cm^3/min; Hidrógeno – 30 cm^3/min; Aire – 428 cm^3/min; venteo de división – 60 cm^3/min.
- Inyector a 300 °C
- Detector a 300 °C (Ionización de llama)
- Programa de temperatura: 10 min a 140 °C, incrementar hasta 250 °C a una rata de 25°C/min y mantenerla por 5 min. Re-equilibrar a 140 °C por 3 min. (Este apagado puede ser emitido sobre estándares).
- Inyección – 1 ul en el modo sin división (V1=1) por los primeros 0,3 min, después abrir la válvula de división (V1=0) por el tiempo remanente de la corrida.

5.3.2 Estándar de Referencia. Se debe obtener una muestra estándar para el N,N-dietil-m-toluamida de una fuente de suministros reconocida.

Se preparan dos estándares de N,N-dietil-m-toluamida (Punto de ebullición 111 °C a 1 mm, referencia index nD25 1,5206), que contengan aproximadamente 0,1781% y 0,2256% en peso, de m-DEET en metil-etil-cetona. (MEK). El porcentaje exacto del meta (-m-) isómero en el DEET usado para fabricar los estándares puede ser determinado usando el cromatógrafo de gases. Se calcula el porcentaje de m-DEET en cada estándar usando la siguiente ecuación:

$$\text{Porcentaje de m-DEET estándar} = \frac{\text{Peso de DEET}}{\text{Peso Total}} \times \text{Porcentaje de m-DEET}$$

Donde:

- Porcentaje m-DEET estándar, se refiere al porcentaje de meta-DEET en el estándar.
- Peso de DEET: Se refiere a la cantidad de DEET usado.
- Peso Total: Se refiere al peso total del DEET y metil-etil-cetona (MEK).
- Porcentaje de m-DEET: Se refiere al porcentaje del isómero meta en el DEET usado para hacer el estándar.

5.3.3 Preparación de la muestra. Las muestras a las cuales se les determinará el DEET son preparadas pesando aproximadamente 0,5000 g de cada formulación en 80,5000 g (100,0 ml) de metil-etil-cetona. La preparación se agita para disolver o dispersar las formulaciones.

Luego se agrega aproximadamente 2 gramos de sulfato de magnesio anhidro para secar las soluciones, las cuales son posteriormente filtradas.

5.3.4 Análisis Cromatográfico de Gases. Se debe configurar una tabla de calibración para el m-DEET de la siguiente manera: Las soluciones estándar de DEET son inyectadas usando las condiciones de cromatografía antes mencionadas. El método de programación del cromatógrafo de gases dividirá el porcentaje calculado de m-DEET, el cual ha sido ingresado por separado al cromatógrafo de gases, para cada estándar, por sus áreas cromatográficas respectivas. De ésta manera se elabora una correlación cantidad**/**área para el m-DEET. Seguidamente se inyectan las muestras de las formulaciones diluidas. Para cada muestra el cromatógrafo de gases integrará el área de cada pico del m-DEET, la comparará con la tabla de calibración y luego determinará un porcentaje de m-DEET en la muestra corrida sobre el cromatógrafo de gases.

5.3.5 Cálculos. El porcentaje de m-DEET en la formulación original se calcula usando la siguiente ecuación:

$$\text{Porcentaje de m-DEET En la formulación} = \frac{\text{Porcentaje de m-DEET en el GC} \times \text{Peso Total}}{\text{Peso de la formulación}}$$

Donde:

- Porcentaje de m-DEET en el CG, se refiere al porcentaje de m-DEET para la formulación diluida, determinada por el cromatógrafo de gases.
- Peso Total, se refiere al peso total de las formulaciones diluidas = Peso de las formulaciones más peso de la metil-etil-cetona.
- Peso de la formulación, se refiere al peso de la formulación disuelta en los 100 ml de metil-etil-cetona.

5.4 DETERMINACIÓN DE LA VISCOSIDAD

Se debe efectuar de acuerdo con lo indicado en la norma ASTM D2196-05, empleando un viscosímetro Brookfield modelo LVT, a 0,6 revoluciones por minuto y a una temperatura de 25 °C. Se recomienda el empleo de aguja tipo T-barra, adecuada para el rango de viscosidad de la muestra, con dispositivo de trayectoria helicoidal.

5.5 DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD

Se debe efectuar de acuerdo con el siguiente procedimiento:

5.5.1 Aparatos:

- Picnómetro de 25 ml de boca ancha y tapón.

- Termómetro, con escala en grados Celsius

5.5.2 Procedimiento: Llene cuidadosamente un picnómetro de boca ancha estandarizado con la muestra, la cual ha sido ajustada previamente a 25 °C, empacándola firmemente con la ayuda de una espátula de Teflón® para remover el aire atrapado. Presione el tapón dentro del picnómetro y limpie cualquier exceso de material. Pese el picnómetro lleno.

5.5.3 Cálculos

$$\text{Gravedad Específica a 25 °C} = \frac{\text{Peso del Picnómetro lleno (g)} - \text{Tara de peso del Picnómetro (g)}}{\text{Peso del agua a 25 °C (g)}}$$

Nota 3. Si la Gravedad Específica de la muestra va a ser determinada a una temperatura elevada, use la siguiente fórmula:

$G^1 = G - 0.00064\ (T - 25\ °C)$

Donde:

G^1 = Gravedad Específica a la temperatura elevada
G = Gravedad Específica a 25 °C
T = Temperatura elevada, en °C

Densidad = Gravedad Específica a 25 °C x 0.997 g/ml

5.6 DETERMINACIÓN DEL pH

5.6.1 Aparatos. pH-metro potenciométrico apropiado con electrodo de combinación de pH.

5.6.2 Reactivos. Soluciones buffer estándar.

5.6.3 Procedimiento.

- Confirmar que el electrodo está lleno o saturado apropiadamente.
- Enjuagar el electrodo con agua destilada.
- Seleccionar dos soluciones buffer estándar que estén entre los límites más cercanos posibles al pH anticipado de la solución muestra.

- Sumergir el electrodo en una de las soluciones buffer estándar y calibrar el medidor.
- Enjuagar el electrodo con agua.
- Verificar la estandarización del medidor con el segundo buffer, recalibrando el medidor si el pH es más de ± 0,07 unidades de pH del valor listado.
- Enjuagar nuevamente el electrodo con agua destilada.
- Sumergir el electrodo en una porción de la solución muestra, y después de 1 minuto registrar el pH.
- Remover el electrodo (sin enjuagarlo) y repetir el paso anterior hasta que sean reproducibles sucesivas lecturas de pH a por lo menos ± 0,05 unidades. Limpiar y enjuagar el electrodo si la muestra es muy viscosa, antes de repetir el paso anterior.

5.6.4 Resultados. Reporte el promedio de dos lecturas sucesivas de pH reproducibles como mínimo a ± 0,05 unidades.

5.7 CONTEO DE BACTERIAS

Se debe efectuar de acuerdo con lo establecido en la norma técnica NTC 4833 - Métodos de ensayo microbiológicos para productos cosméticos.

5.8 DETERMINACIÓN DEL MATERIAL DEL ENVASE

Se debe efectuar mediante espectrofotometría infrarrojo (ASTM E 1252) o mediante calorímetro de barrido diferencial (ASTM E 1269). Se admite el empleo de otras técnicas de análisis siempre y cuando correspondan a métodos estandarizados.

5.9 DETERMINACIÓN DE LA RESISTENCIA AL ESTALLIDO DEL ENVASE

Se debe efectuar de acuerdo con el siguiente procedimiento:

- Remover la tapa de un tubo (envase) sellado y vacío.
- Reemplazarla por una tapa adaptada para conexión con equipo neumático.
- Conectar la tapa al regulador de presión y luego a la línea de aire comprimido.
- Incrementar la presión con el regulador hasta que el manómetro tenga una lectura de 40 psi.
- Dejar el envase presurizado durante 2 minutos.
- Desconectar de la fuente de suministro de aire y disminuir la presión en el regulador hasta eliminar la presión del tubo vacío.
- Inspeccionar el tubo para verificar cualquier signo de falla.
- Reportar las fallas de acuerdo con lo indicado en el numeral 3.2.4.

5.10 ENSAYO DE EFECTIVIDAD DEL REPELENTE

Se debe efectuar de acuerdo con lo establecido en la norma técnica ASTM E951 – 94(2006), Método estándar de pruebas de laboratorio para formulaciones de repelentes de mosquito, no comerciales, sobre la piel. Se deben tener en cuenta las siguientes consideraciones: Las formulaciones repelentes se deben aplicar en los lugares de ensayo en una cantidad de 2 mg de formulación total por centímetro cuadrado. Estos lugares tratados se deben exponer posteriormente a mosquitos ávidos, durante 90 segundos, para determinar el número de mosquitos que pueden picar en el lugar. El procedimiento específico consiste en transferir quince mosquitos hembras, de 5 a 15 días de edad, a unas pequeñas jaulas de ensayo modificadas. Estas se colocan en una habitación climáticamente controlada, 30 a 45 minutos antes de la exposición. En el momento apropiado, se colocan las pequeñas jaulas de ensayo sobre la piel en los lugares de ensayo tratados. Un minuto después se retira la tapa corredera para exponer los lugares a los mosquitos. Se cuenta el número de mosquitos que pican a los 90 segundos y se cierra la jaula. Se ensaya durante el mismo tiempo y de la misma manera un lugar de piel testigo, sin tratar. (se deben usar mosquitos nuevos para la siguiente exposición). Esta secuencia completa se repite cada hora hasta que la repulsión a los mosquitos desciende por debajo del 95%. Los lugares se exponen una vez más para verificar que la repulsión ha descendido por debajo del 95%.

5.11 ENSAYO DE ADHERENCIA A LA PIEL Y RESISTENCIA AL AGUA PARA FORMULACIONES QUE CONTENGAN AGENTES EMOLIENTES Y HUMECTANTES USADOS EN MEZCLAS COSMETOLÓGICAS.

5.11.1 Alcance. El objetivo de esta prueba es determinar la sustantividad a la piel de una formulación o mezcla que contenga agentes emolientes y humectantes, entendiéndose la sustantividad como la cantidad o fuerza de atracción de la formulación que contiene los emolientes hacia la piel, es decir, permitiendo que ésta no sea fácilmente removida por abrasión simple y un ataque con agua.

El valor de sustantividad que se va a hallar se refiere entonces al porcentaje de la mezcla que contiene los emolientes grasos o excipientes, remanente en la piel después de un ataque deliberado con agua de magnitud y duración fija. La sustantividad de la mezcla es determinada mediante la medición de la cantidad de emolientes oleosos aplicados y presentes sobre una superficie de prueba, antes y después de un ataque deliberado con agua. Básicamente, el método consiste en someter el antebrazo de varios sujetos participantes, los cuales tienen aplicada la mezcla o formulación de prueba a un ataque con agua, en el cual una gran cantidad de burbujas de aire que ascienden a través de un baño de agua chocan contra el área de prueba en los antebrazos.

Posteriormente, se realiza una extracción del área de prueba con alcohol como solvente, para remover los aceites emolientes remanentes.

Estas soluciones de alcohol son analizadas en un cromatógrafo de gases para determinar la cantidad de emolientes oleosos extraídos. Este último valor puede entonces ser comparado con la cantidad teórica de emoliente oleoso aplicado y de ésta manera calcularse un porcentaje de retención. A mayor porcentaje de retención (valor de sustantividad), mas sustantiva es la mezcla de prueba, o sea que hay una mayor cantidad y fuerza de atracción de la formulación hidratante que contiene los emolientes hacia la piel de los sujetos en prueba.

5.11.2. Procedimiento.

5.11.2.1 Lavar el área más plana del antebrazo de los sujetos participantes, mirando el brazo con la palma de la mano hacia arriba, con jabón de tocador blanco, pasando las manos completamente enjabonadas arriba y abajo del área en cuestión durante cinco veces. Luego se enjuaga el jabón con agua y se seca el brazo con una toalla de tela o de papel limpia.

5.11.2.2 Se hace sentar a los participantes con el brazo reposando sobre una mesa. La palma de la mano debe estar hacia arriba y el codo doblado a un ángulo de 90°.

5.11.2.3 Utilizando una plantilla de 6 x 12 cm, se marca un área de trabajo rectangular sobre la porción más amplia del antebrazo de los sujetos participantes, por medio de un marcador de tinta no-permanente.

5.11.2.4 Se aplica cuidadosamente un protector de grasa, aproximadamente de 3 a 4 mm de ancho, alrededor del área de ensayo marcada para prevenir el esparcido de la mezcla de prueba.

5.11.2.5 Se aplica una alícuota de 80 microlitros (µl) de la mezcla de prueba en la mitad de abajo del área de trabajo y se esparce suavemente sobre el área de 6 x 12 cm con la ayuda de una varilla de vidrio limpia. También se aplica otra alícuota de 80 microlitros (µl) de la misma composición de prueba y de la misma manera sobre la segunda mitad del área (superior) de 6 x 12 cm.

5.11.2.6 Se permite que la mezcla de prueba se equilibre sobre el área de trabajo durante 5 minutos. Durante este período se llena con agua a 35 °C un baño de agua acondicionado con un aireador, el cual se debe ubicar en todo el centro del baño. Se abre la válvula de paso de aire a una presión de 2.0 psi en el aireador. El aireador consiste en una caja de acrílico de 6 x 12 x 3 cm equipada con una línea de aire conectada a un tubo de cobre que contiene 11 orificios en línea recta de 1 mm de

diámetro, para proveer un flujo vigoroso de agua mediante la producción de alto burbujeo de aire, sobre el área de prueba.

5.11.2.7 El brazo se debe colocar en posición horizontal dentro del baño con la zona de trabajo del antebrazo mirando hacia abajo y sobre las burbujas de aire. El brazo se debe mover adelante y atrás, a través de las burbujas de manera que la corriente de burbujas se mueva de un lado del área de trabajo hasta el otro extremo y regrese nuevamente. Este procedimiento se debe seguir por un tiempo total de 4 minutos.

5.11.2.8. Se retira el brazo del baño de agua y el área ubicada alrededor del área de trabajo donde se aplicó la mezcla de prueba se debe secar con toalla. Se puede usar una corriente suave de aire comprimido para secar las gotas de agua que queden sobre el área de prueba.

5.11.2.9 Cinco (5) minutos después de que el brazo haya sido retirado del baño, se realiza la extracción con solvente de las dos áreas de prueba marcadas haciendo que los participantes coloquen el brazo en la misma posición indicada en el item 2. Se prepara un extremo de un cilindro de vidrio hueco de 25 mm de longitud y un diámetro interno de 40 mm, lubricándolo con una delgada capa de grasa protectora, para prevenir fugas del solvente. Este extremo del cilindro es presionado sobre la porción más baja del área de prueba de cada sujeto. Después se vierte 10 ml de Alcohol Isopropílico dentro del cilindro colocado sobre el área de prueba. Se debe agitar el alcohol usando una jeringa de vidrio sin aguja de 10 ml, retirando y descargando el solvente dentro del cilindro. La fuerza de descarga del cilindro debe ser dirigida a diferentes puntos del área de prueba cada vez. Después de 11 ciclos de éste tipo, el alcohol es removido completamente y colocado en un envase que debe ser herméticamente tapado. Luego se debe remover cuidadosamente el cilindro de vidrio, de manera que no se permita que entre cualquier residual de solvente en la otra mitad del área de ensayo. El lado que ya ha sido extraído debe ser enjuagado y secado con un paño o una toalla de papel desechable. Luego se repite el mismo procedimiento para la mitad superior del área de ensayo.

5.11.2.10 Cuando el cilindro de vidrio es presionado firmemente contra el antebrazo, para prevenir fugas de solvente, el tejido subyacente se arruga en el centro del cilindro. Para liberar ésta tensión, se permite que la piel se extienda suavemente, y que este estiramiento se realice más en una dirección que en otra. Después de retirar el cilindro, una huella elíptica permanece sobre la superficie de la piel, mostrando exactamente el área de prueba extraída. Para determinar el área extraída (la cual se requerirá posteriormente para los cálculos), se miden los ejes internos mayores y menores de la huella elíptica (en centésimas de un centímetro). Estos diámetros son registrados para futuros cálculos.

5.11.2.11. Se desocupa el baño de agua y se limpia con una toalla de papel, con el fin de remover cualquier residuo oleoso que pueda quedar adherido a las paredes, antes de conducir alguna prueba subsecuente.

5.11.3 Análisis Cromatográfico. Para analizar las muestras se usa un cromatógrafo de gases y una columna capilar de silicona de 25 m x 0.3 mm de diámetro interno. Se pueden emplear otros métodos cromatográficos, siempre y cuando estos hayan sido debidamente validados por el laboratorio y la columna empleada sea compatible con el producto.

5.11.4 Cálculos.

El porcentaje de retención de los emolientes oleosos para cada muestra se calcula usando la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de retención} = \frac{(\text{constante}) \times (\% \text{ Mezcla total en la muestra extraída})}{\text{Área extraída} \times \text{Cantidad de mezcla total originalmente aplicada}}$$

Donde:

- % Mezcla total en la muestra extraída es determinada por cromatografía.
- $\text{Área extraída} = \frac{c_1 d_1 + c_2 d_2}{8}$

  Donde, c y d son los ejes mayor y menor del área de extracción sobre el antebrazo.

- Cantidad de mezcla total originalmente aplicada = Cantidad aplicada sobre cada porción de 6 x 6 cm del área total de prueba de 6 x 12 cm (80 µl para lociones).
- La constante en la fórmula es igual a 313255 $\mu l cm^2$.

6. APÉNDICE

6.1 NORMAS QUE DEBEN CONSULTARSE

Para la aplicación de las siguientes normas debe utilizarse la actualización que esté vigente al momento de la verificación de los requisitos. En caso que exista alguna inconsistencia para su aplicación se debe consultar a la Oficina de Normas Técnicas del Ministerio de Defensa.

GTMD-0004 Guía para evaluación de la conformidad del material de intendencia.

NTC 4833	Segunda Actualización. Industria de cosméticos y de tocador. Métodos de ensayo microbiológicos para productos cosméticos.
NTC ISO 2859-1	Primera actualización. Procedimientos de muestreo para inspección por atributos. Parte 1. Planes de muestreo determinados por el nivel aceptable de calidad (NAC) para inspección lote a lote.
NTC-ISO 17050-1	Evaluación de la conformidad. Declaración de conformidad del proveedor. Parte 1. Requisitos generales y Parte 2. Documentación de Apoyo
ASTM E951 - 94	Standard Test Methods for Laboratory Testing of Non-Commercial Mosquito Repellent Formulations On the Skin.
ASTM D2196	Standard Test Methods for Rheological Properties of Non- Newtonian Materials by Rotational (Brookfield type) Viscometer
ASTM E1252 - 98	Standard Practice for General Techniques for Obtaining Infrared Spectra for Qualitative Analysis
ASTM E1269 - 05	Standard Test Method for Determining Specific Heat Capacity by Differential Scanning Calorimetry

6.2 ANTECEDENTES

- FICHA TECNICA FT.0035.DINTR/2008 REPELENTE
- NORMA MIL-I-44415 INSECT REPELLENT, PERSONAL APPLICATION (CREAM LOTION, TUBE)
- RESOLUCION NÚMERO 0578 DE 2004, MINISTERIO DE LA PROTECCION SOCIAL
- DECRETO 1843 DE 1991 MINISTERIO DE LA PROTECCION SOCIAL
- DECISION 516 DE 2002 DE LA COMUNIDAD ANDINA DE NACIONES

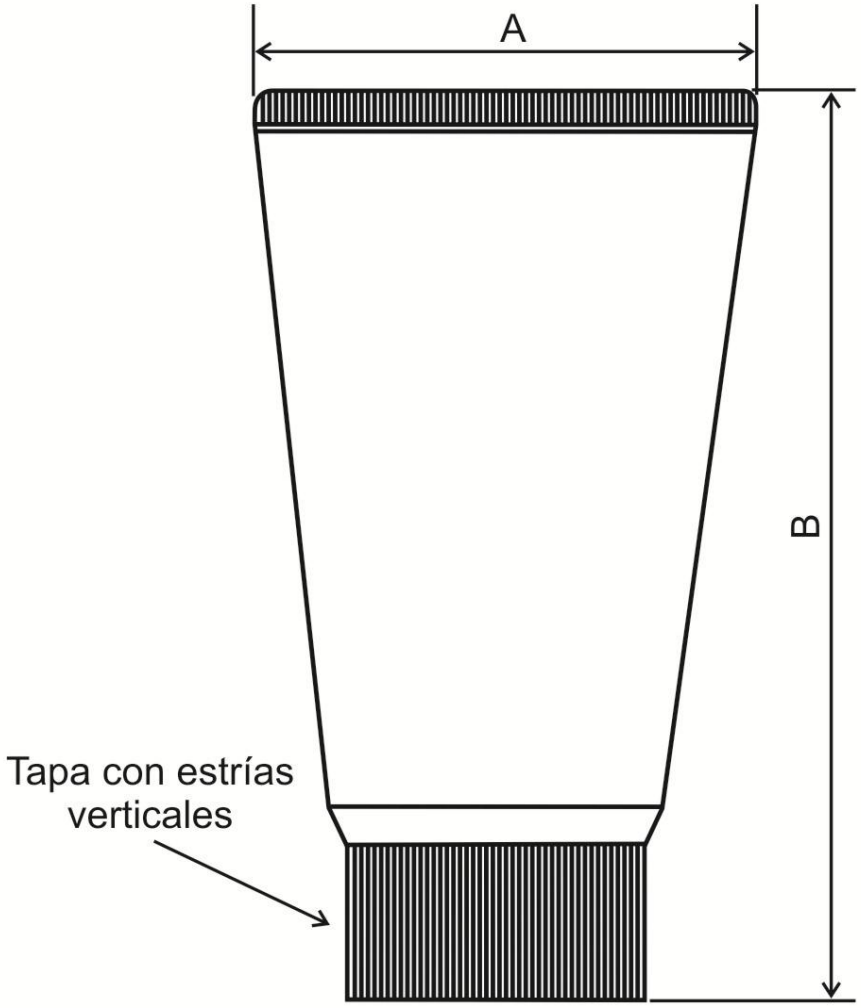


Figura 1. Recipiente con tapa

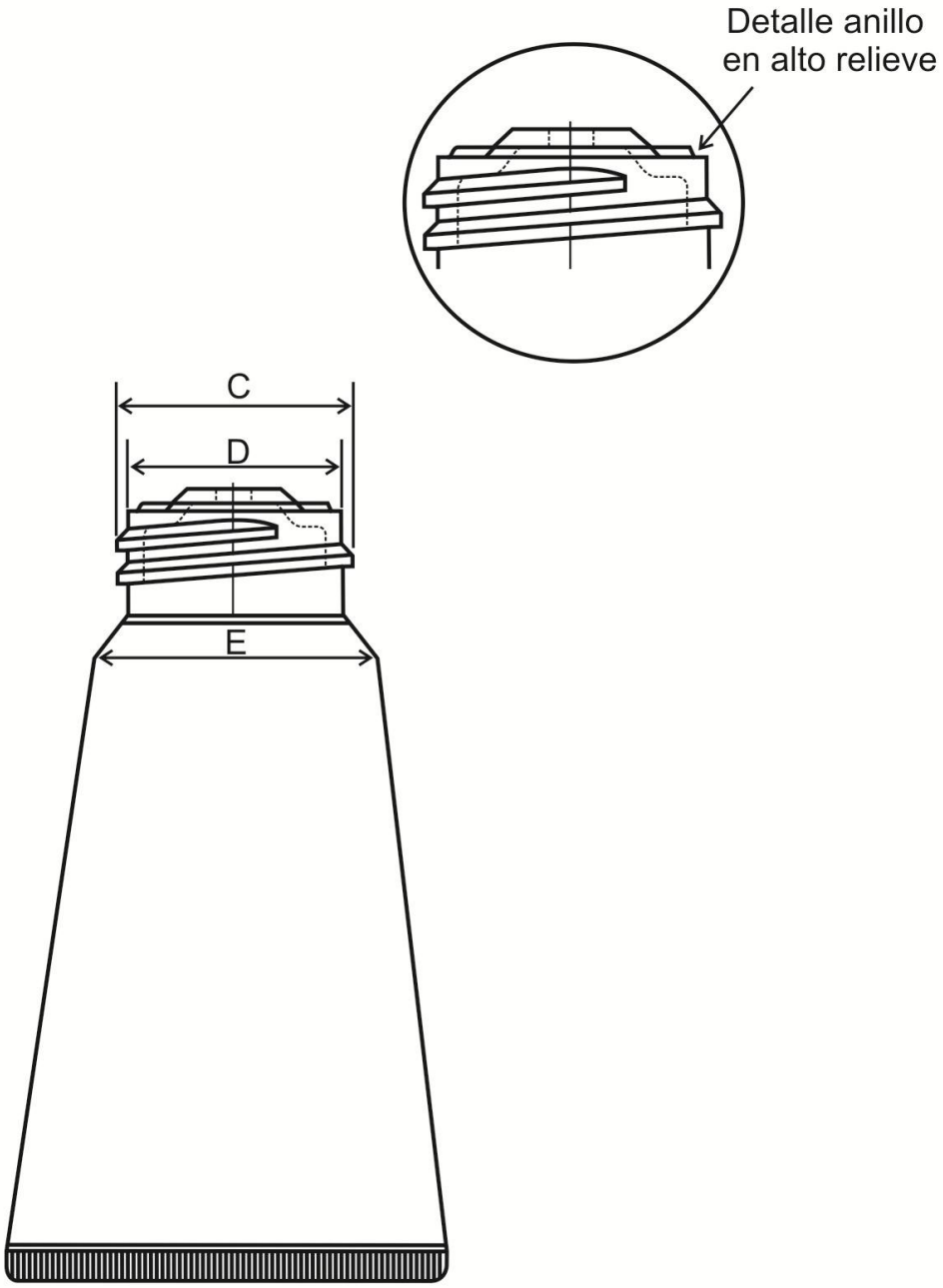


Figura 2. Recipiente sin tapa

SUGERENCIAS PARA MEJORAR LA NORMA TÉCNICA

Si tiene alguna sugerencia, observación o recomendación que considere útil tener en cuenta para una futura actualización de esta norma técnica, puede enviar este formato seleccionando una de las siguientes maneras:

1. Por medio del correo electrónico normalización@mindefensa.gov.co

2. Por correo certificado a la siguiente dirección: Oficina de Normas Técnicas Ministerio de Defensa Nacional Carrera 50 No. 15-35 Instalaciones de la Agencia Logística FF.MM. Bogotá D.C - Colombia

Norma Técnica: REPELENTE EN CREMA
Código de la Norma Técnica: NTMD-0310

1.SUGERENCIAS

En forma clara indique las sugerencias que propone y brevemente explique la justificación o el motivo de las mismas. Si requiere hojas adicionales o incluir fotografías o fichas técnicas puede adjuntarlas a este formato.

2. DATOS DE QUIEN PROPONE LAS SUGERENCIAS.

Nombre:	Entidad:	Dirección:
Teléfono/fax:	Correo electrónico:	Fecha:

Nota. Las sugerencias propuestas no constituyen ni obligan a modificaciones en los procesos contractuales en curso y serán objeto de análisis antes de ser aprobadas. Se dará respuesta a su sugerencia en 15 días hábiles después de recibir este formato.

GRACIAS POR SUS VALIOSOS APORTES