

CATEDRA DE ANALISIS QUIMICO. BROMATOLOGIA Y TOXICOLOGIA

Prof. Dr. RAFAEL GARCIA-VILLANOVA

"NUEVA NOTA A LA FARMACOPEA ESPAÑOLA IX EDICION: SUBGALATO DE BISMUTO"

por

R. GARCIA-VILLANOVA y J. SAENZ DE BURUAGA y LERENA (*)

Ars Pharm. X, 417 (1969)

En un trabajo anterior (**) estudiábamos la determinación del subgalato de bismuto por la técnica complexométrica, haciendo ver las ventajas de la misma sobre el método gravimétrico recomendado por la Farmacopea Española IX.

El interés y el deseo de algunos farmacéuticos directores de laboratorios de especialidades farmacéuticas de disponer de un método sencillo y rápido, a la vez que preciso, de valoración de subgalato de bismuto, ha hecho que prestemos atención a este problema y ofrezcamos una modificación a la técnica ya publicada (loc. cit.) que ofrece ventajas en cuanto a la facilidad y rapidez de la misma.

PARTE EXPERIMENTAL.

Disoluciones empleadas:

Disolución de EDTA 0.05 M.—18.61 g de EDTA disódico puro y desecado (Titriplex III Merck) a 80° C se disuelven en agua destilada y se completan hasta 1.000 ml en matraz aforado. Se titula frente a disolución de Cl_2Ca partiendo de CO_2Ca (R.A.) de igual molaridad, en presencia de murexida como indicador.

Disolución indicadora de Tiourea.—20 g de tiourea se disuelven en 1.000 ml de agua destilada.

Disolución indicadora de violeta de pirocataguina.—0.1 g de violeta de pirocatcol se disuelven en 100 ml de agua destilada.

Acido nítrico concentrado.—Acido nítrico Probos 40° Bé., p.e. 1.38.

Método.—2.5 g de subgalato de bismuto pesados en cápsula de porcelana de unos 4 cm de diámetro se llevan al mechero y se comienza la calcinación hasta que los bordes del producto se carbonizan y aparecen
§
ción. Este estado se alcanza en un minuto aproximadamente. Se aparta del mechero y se deja que el subgalato se quemé lenta y espontáneamente quedando la muestra de la sustancia con color amarillo negruzco y sin adherirse al fondo de la cápsula. Se agregan 5 ml de ácido nítrico concentrado y se agita con una va-

(*) Agradecemos al alumno don Arturo Fernández de los Ríos la valiosa y eficaz ayuda prestada.

(**) R. GARCIA-VILLANOVA, J. THOMAS y F. BOSCH.—Ars Pharm., 7, 123 (1966)

rilla de vidrio para disolver lo más posible el residuo de la calcinación, se agrega agua destilada hasta llenar casi la cápsula y se filtra por filtro de pliegues recogiendo en matraz aforado de 250 ml. El residuo que pudiera quedar en la cápsula se trata con otros 5 ml de ácido nítrico y agua destilada como se dice anteriormente y una vez que termina de filtrar se adiciona agua destilada hasta el enrase. El líquido queda de un color ligeramente

quedado retenidos todas las partículas carbonosas que impedían ver un viraje neto del indicador.

Se toman 25 ml de la disolución nítrica de la sal bismútica con pipeta aforada y se colocan en un erlenmeyer de 250 ml añadiendo unos 40 ml de agua destilada, se ponen 10-15 gotas del indicador violeta de pirocatequina y si éste se decolora por la presencia de vapores nitrosos, se agregan unas gotas más de indicador y se valora con EDTA 0.05 M hasta viraje al amarillo dorado.

Operando como se indica el pH de la valoración está comprendido entre 1.2 a 1.3.

Si se quiere emplear como indicador la disolución de tiourea al 2 %, se opera como se indica para el violeta de pirocatequina pero agregando 40 ml de la disolución de tiourea. El viraje es del amarillo al incoloro.

Cálculos.—1 ml de la disolución de EDTA 0.05 M se corresponde con 0.01165 g de Bi_2O_3 . Por consiguiente, el número de ml de EDTA 0.05 M gastados en la valoración multiplicados por el factor 0.01165 dará directamente los g de Bi_2O_3 que hay en 0.25 g de subglato de bismuto. Se calcula finalmente el porcentaje.

En la Tabla I se exponen los resultados encontrados operando como indica F.E. IX y los resultados encontrados por nosotros al aplicar el método recomendado. La cifra encontrada por gravimetría es la media de seis determinaciones concordantes. Las cifras obtenidas por volumetría representan la media de 12 determinaciones concordantes.

TABLA I

Ensayo	Gravimetría % Bi_2O_3 (medio)	Volumetría com- plejométrica, % de Bi_2O_3 (medio)	Diferencia
1	48.27	48.00	-0.27
3		48.00	-0.27
3		48.00	-0.27
4		47.50	-0.77
5		48.00	-0.27
6		48.45	0.18
	Indicador tiourea		
1		48.00	-0.27
2		48.45	0.18
3		48.45	0.18
4		47.50	-0.77
5		48.00	-0.27
6		48.45	0.18

CONCLUSIONES

1.º—Los resultados obtenidos por la técnica propuesta demuestran la perfecta concordancia entre el método gravimétrico seguido por la F.E. IX y el pro-

2.—Las modificaciones introducidas permiten una mayor rapidez en la determinación y la ausencia de peligro de que se proyecte el producto al calcinar aún operando con precaución.

3.—La repetición de las determinaciones para obtener cifras concordantes por la técnica propuesta puede hacerse en un momento con la determinación gravimétrica.

RESUMEN

Se revisan nuevamente las técnicas gravimétrica y complexométrica de valoración del subgalato de bismuto y se aconseja la técnica complexométrica con EDTA empleando violeta de pirocatequina o tiourea indistintamente, para la nueva edición de la Farmacopea Española.

SUMMARY

A gravimetric and complexometric technics of evaluation of "bismuth subgalate" has been newly revised. We recommended a complexometric technic using EDTA and Pyrocatechol Viol or Thiourea as indicator indifferently, in order to include it in the new Spanish Pharmacopoeia edition.