

DEPARTAMENTO DE QUIMICA FISICA.

DETERMINACION CUANTITATIVA DE LA SAL SODICA DEL 1,2-BENCISOTIAZOL-3-(2H)-ONA 1,1 DIOXIDO EN MUESTRAS COMERCIALES.

L. Crovetto; P. Mallol; R.M. González y J. Thomas.

RESUMEN

Se ha estudiado la determinación cuantitativa del 1,2-bencisotiazol-3-(2H)-ona 1,1 dióxido en formas comerciales por polarografía convencional aplicando el método de adición.

SUMMARY

It has been studied the quantitative determination of 1,2-bencisotiazol-3-(2H)-one 1,1 dioxide in commercial products, by conventional polarography using the addition method.

INTRODUCCION

Como continuación de trabajos anteriores referentes al comportamiento electroquímico de la sal sódica dihidratada de 1,2-bencisotiazol-3-(2H)-ona 1,1 dióxido (1) (2), abordamos ahora la determinación cuantitativa por polarografía convencional de esta sustancia en formas comerciales aplicando el método de adición (3).

PARTE EXPERIMENTAL

Reactivos: Como reactivos se han utilizado: Sacarina sódica $C_7H_4NNaO_3 \cdot 2H_2O$, ácido acético, ácido fosfórico, ácido bórico, hidróxido sódico, glicina, y las formas comerciales: FAES I, BRUM II, ASSUGRIN III y NATREEN IV.

Instrumental: Polarógrafo Radiometer PO4, Termostato Selecta, Ordenador Toshiba, MSX y Potenciómetro Radiometer pHM-64.

RESULTADOS

Se registraron los polarogramas de dos disoluciones, obtenidas con 1 y 2 ml. de una disolución acuosa de sacarina sódica de la muestra I (1,6 g/l), obtenida disolviendo dos comprimidos en 25 ml. de agua y completando hasta 25 ml. con tampón B-R, pH=1,82, para comprobar la proporcionalidad intensidad-concentración, Fig. 1.

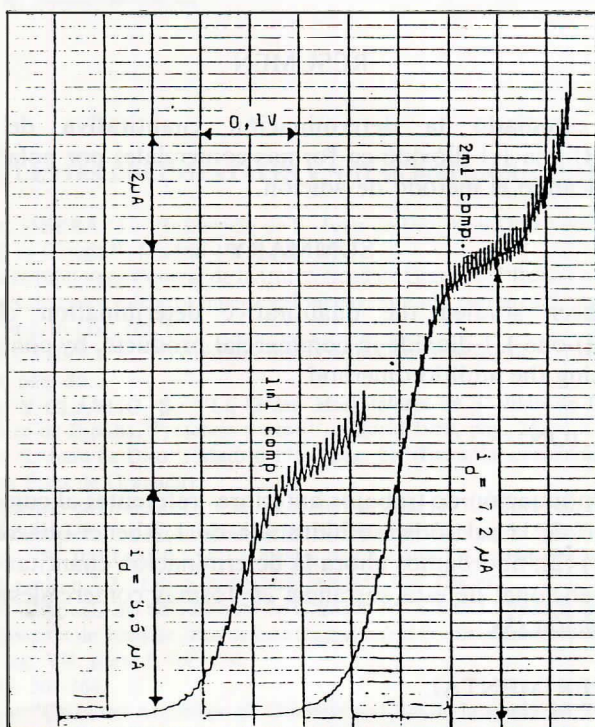


Fig. 1.- Polarogramas de dos disoluciones de 1 y 2 ml. de disolución acuosa de comprimido en tampón Britton-Robinson, pH = 1,82. D = 5; T = 25.°C; Origen = -1V; h = 63 cm.

RESULTADOS

Se registraron los polarogramas de dos disoluciones, obtenidas con 1 y 2 ml. de una disolución acuosa de sacarina sódica de la muestra I (1,6 g/l), obtenida disolviendo dos comprimidos en 25 ml. de agua y completando hasta 25 ml. con tampón B-R, pH=1,82, para comprobar la proporcionalidad intensidad-concentración, Fig. 1.

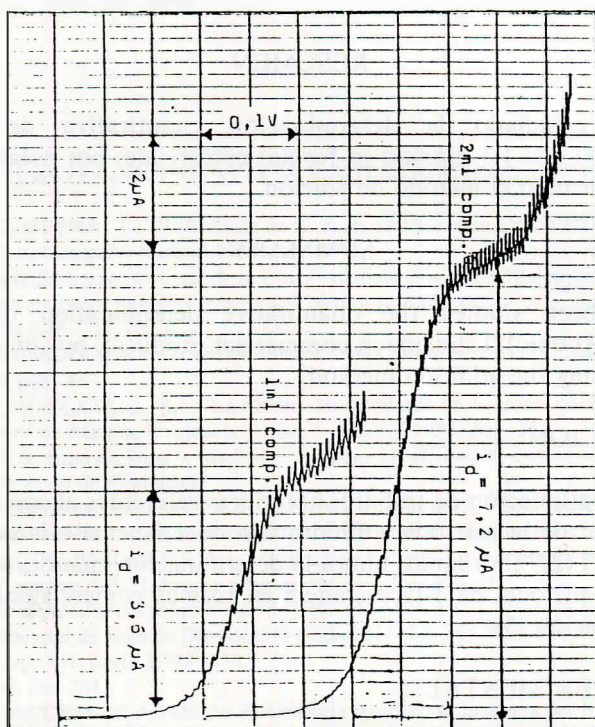


Fig. 1.- Polarogramas de dos disoluciones de 1 y 2 ml. de disolución acuosa de comprimido en tampón Britton-Robinson, pH = 1,82. D = 5; T = 25. °C; Origen = -1V; h = 63 cm.

Una vez comprobada esta proporcionalidad, se realizaron experiencias para cuatro muestras comerciales, con objeto de obtener las respectivas curvas de calibrado que nos permitan comprobar el valor declarado de sacarina sódica en dichas muestras.

En este sentido se obtuvieron los polarogramas correspondientes a disoluciones acuosas de sacarina sódica de la muestra 1, de distintas concentraciones, Fig. 2.

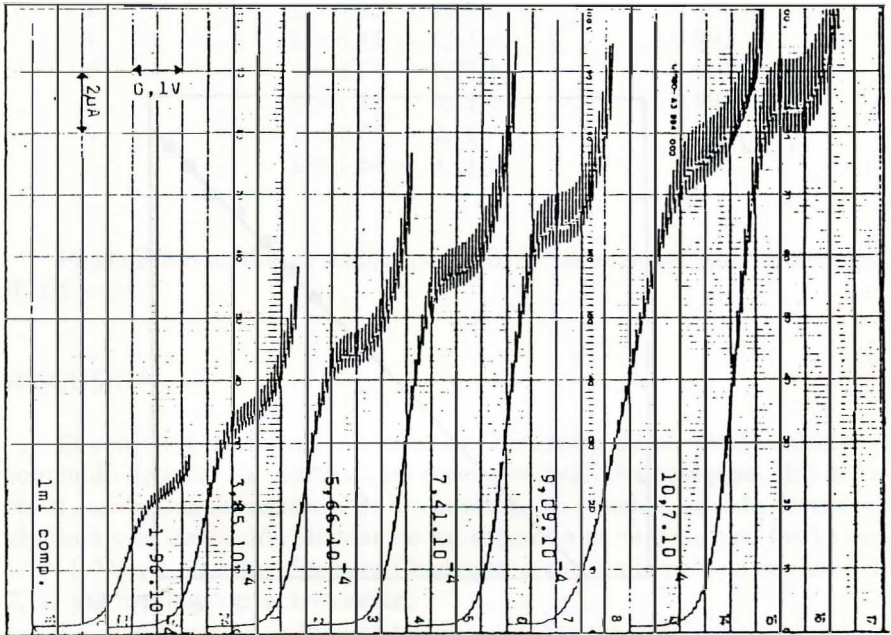


Fig. 2.- Polarogramas de disoluciones de (I) de la muestra 1 a diferentes concentraciones $1,96 \cdot 10^{-4} M$, en tampón Britton-Robinson, $pH = 1,82$. (Exp. 1).

El primer polarograma corresponde a una disolución preparada con 1 ml. de una disolución acuosa de 2 comprimidos de la muestra I (1,6 g/l), en 25 ml. de tampón B-R, pH = 1,82.

Los siguientes polarogramas corresponden a las disoluciones obtenidas mediante adiciones sucesivas de 0,5 ml. de una disolución acuosa madre de sacarina sódica $10^{-2}M$, obteniéndose disoluciones de concentraciones $1,96 \cdot 10^{-4}$ — $10,7 \cdot 10^{-4}M$ (Exp. 1). Esta experiencia se efectuó dos veces (Exp. 2).

La dependencia entre los valores de intensidad de corriente-concentración se muestran en la Fig. 3.

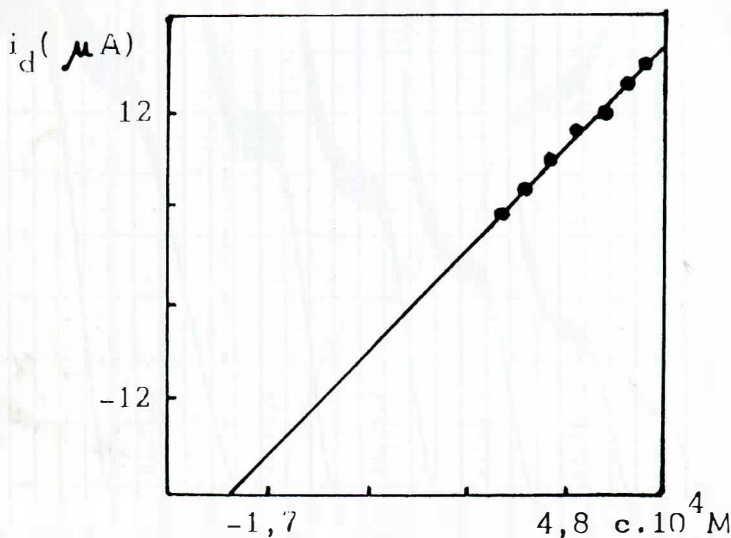


Fig. 3.- Dependencia intensidad de corriente-concentración de sacarina sódica. (Exp. 1). $c=0$, corresponde a 1 ml. de la muestra I.

Se realizaron análisis paralelos (Exp. 3-7), para distintas concentraciones de estudio. Los resultados obtenidos, se muestran en la Tabla I.

TABLA I

Ecuaciones de las rectas correspondientes a las dependencias intensidad-concentración para la muestra I.

Experiencia	Ecuación de la recta	r^2
1	$i_d = 3,49 + 1,19.c$	0,999
2	$i_d = 3,51 + 1,21.c$	0,991
3	$i_d = 6,81 + 1,31.c$	0,992
4	$i_d = 6,94 + 1,33.c$	0,994
5	$i_d = 1,63 + 0,11.c$	0,992
6	$i_d = 1,65 + 0,11.c$	0,996
7	$i_d = 1,64 + 0,11.c$	0,995

En el mismo sentido se realizaron experiencias análogas para las muestras II, III y IV.

DISCUSION

El conjunto de datos experimentales obtenidos ha permitido calcular el contenido de sacarina sódica en las formas comerciales ensayadas. En la Tabla II, se expone un resumen de los mismos. La relación entre la desviación absoluta y la desviación estándar no ha superado en ningún caso los valores 1,79, 1,995 y 1,60 estimados para Chauvenet como límite para un conjunto de 7, 11 y 4 medidas respectivamente.

La cuantificación de los comprimidos de sacarina sódica analizados pone de manifiesto un exceso de sustancia activa en la muestra comercial que suele ser en general del 10% respecto del valor declarado. Las desviaciones de este valor se deben atribuir a la posible influencia del excipiente para cada muestra.

TABLA II

Cuantificación por polarografía convencional de comprimidos de sacarina sódica.

Muestra I. Valor declarado = 0,0200 g $\sigma = \pm 0,0015$

$\frac{|x - \bar{x}|}{\sigma}$ estimados por Chauvenet para 7 medidas = 1,79

n.º experiencias	valor encontrado (g)	$ x - \bar{x} $	$ x - \bar{x} / \sigma$
1	0,0225	$1,3 \cdot 10^{-3}$	0,87
2	0,0196	$1,6 \cdot 10^{-3}$	1,07
3	0,0196	$1,6 \cdot 10^{-3}$	1,07
4	0,0197	$1,5 \cdot 10^{-3}$	1,00
5	0,0225	$1,3 \cdot 10^{-3}$	0,87
6	0,0225	$1,3 \cdot 10^{-3}$	0,87
7	0,0221	$0,9 \cdot 10^{-3}$	0,60

Muestra II. Valor declarado = 0,0200 g $\sigma = \pm 0,0023$

$\frac{|x - \bar{x}|}{\sigma}$ estimados por Chauvenet para 11 medidas = 1,995

n.º experiencias	valor encontrado (g)	$ x - \bar{x} $	$ x - \bar{x} / \sigma$
1	0,0233	$1,6 \cdot 10^{-3}$	0,69
2	0,0230	$1,9 \cdot 10^{-3}$	0,83
3	0,0268	$1,9 \cdot 10^{-3}$	0,83
4	0,0261	$1,2 \cdot 10^{-3}$	0,52
5	0,0275	$2,6 \cdot 10^{-3}$	1,13
6	0,0265	$1,6 \cdot 10^{-3}$	0,69
7	0,0222	$2,7 \cdot 10^{-3}$	1,17
8	0,0209	$4,0 \cdot 10^{-3}$	1,74
9	0,0271	$2,2 \cdot 10^{-3}$	0,96
10	0,0267	$1,8 \cdot 10^{-3}$	0,78
11	0,0246	$3,0 \cdot 10^{-3}$	0,13

Muestra III. Valor declarado = 0,00880 g $\sigma = \pm 0,0017$

$\frac{|x - \bar{x}|}{\sigma}$ estimados por Chauvenet para 4 medidas = 1,60

n.º experiencias	valor encontrado (g)	$ x - \bar{x} $	$ x - \bar{x} / \sigma$
1	0,00876	$0,94 \cdot 10^{-3}$	0,55
2	0,00782	$1,88 \cdot 10^{-3}$	1,09
3	0,01097	$1,27 \cdot 10^{-3}$	0,74
4	0,01137	$1,60 \cdot 10^{-3}$	0,97

Muestra IV. Valor declarado = 0,0050 g $\sigma = \pm 0,00054$

$\frac{|x - \bar{x}|}{\sigma}$ estimados por Chauvenet para 4 medidas = 1,60

n.º experiencias	valor encontrado (g)	$lx - \bar{xT}$	$lx - \bar{xT} / \sigma$
1	0,0045	$1 \cdot 10^{-4}$	0,19
2	0,0050	$6 \cdot 10^{-4}$	1,11
3	0,0037	$7 \cdot 10^{-4}$	1,30
4	0,0043	$1 \cdot 10^{-4}$	0,19

BIBLIOGRAFIA

- (1) GONZALEZ, R. M., MALLOL, P., CROVETTO, L. y THOMAS, J., *Ars Pharm.*, en prensa.
- (2) MALLOL, P., GONZALEZ, R. M., CROVETTO, L. y THOMAS, J., *Ars Pharm.*, en prensa.
- (3) ROBINSON, J.W.: "Principios de Análisis Instrumental", Marcel Dekker, New York, 43 (1970).