

DEPARTAMENTO DE BROMATOLOGIA, TOXICOLOGIA Y
ANÁLISIS QUÍMICO APLICADO

Director: Prof. Dr. D. RAFAEL GARCIA-VILLANOVA

“NOTA A LA FARMACOPEA ESPAÑOLA IX EDICION:
CLORURO CALCICO”

por

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

Ars Pharm. XI, 327 (1970).

El cloruro cálcico se determina por complexometría en U.S.P. XVII, Ö. A. B. IX, D.A.B. VII, Br.Ph. 1968 y Ph. Int. empleando diferentes indicadores. Ph. U.R.S.S IX inserta la doble determinación: el catión Ca^{2+} por complexometría y el anión Cl^- por argentimetría (Mohr) La técnica permanganimétrica indirecta, precipitando previamente el calcio con oxalato es seguida por Ph. J. 1961 y F. U., mientras que F. Bras II y F.A. IV siguen manteniendo la determinación de esta sal por volumetría argentimétrica (Mohr). Únicamente el Códex VIII, entre las Farmacopeas consultadas, no cita valoración alguna.

Con criterio similar al seguido anteriormente (**) hemos realizado una serie de determinaciones siguiendo el método de F.E. IX, y al mismo tiempo que se comparan los resultados con los obtenidos por el método complexométrico propuesto, con el fin de modificar, si ello fuese posible, el artículo monográfico correspondiente en la próxima edición del texto oficial.

PARTE EXPERIMENTAL

Disoluciones empleadas:

Disolución de nitrato de plata 0,1 N.—16,988 g de NO_3Ag (R.A.) se disuelven en agua destilada hasta 1.000 ml.

Disolución patrón de cloruro sódico.—5,844 g de ClNa (R.A.) desecado a 120°C , se disuelven en agua hasta 1.000 ml.

Disolución de tiocianato amónico 0,1 N.—7,618 g de SCNNH , (R.A.) se disuelven en agua hasta 1.000 ml.

(*) Agradecemos al alumno D. Ramón Utrera Bryan la eficaz ayuda prestada en la realización de este trabajo.

(**) R. García-Villanova, J. M.^a Suñé y J. Thomas: Ars Pharm. IV, 109 (1963); R. García-Villanova, J. Thomas y F. Bosch: Ars Pharm., VI, 3 (1965); VI, 165 (1965); VII, 123 (1966); VII, 313 (1966); VII, 401 (1966); VIII, 3 (1967); R. García-Villanova, M. C. López Martínez y J. Sáenz de Buruaga y Lerena: Ars Pharm., X, 417 (1969).

Disolución indicadora de alumbre de hierro.—Disolución saturada $(\text{SO}_4)_2\text{Fe}(\text{NH}_4) \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ y unas gotas de ácido nítrico hasta clarificarla.

Disolución de ácido nítrico al 10 %.

Disolución indicadora de cromato potásico al 10 %.

Disolución de EDTA 0,05 M.—18,61 g de EDTA (Titriplex III Merck) se disuelven en agua destilada y se completan hasta 1.000 ml.

Disolución de NaOH 1 N aproximadamente.

Indicador murexida.—1 g de murexida se tritura en un mortero con 100 g de ClNa seco.

La disolución 0,1 N de nitrato de plata ha sido valorada frente a la disolución patrón de ClNa empleando la de cromato potásico como indicador.

La valoración de la disolución de tiocianato amónico 0,1 N se ha hecho frente a la de nitrato de plata en presencia del indicador férrico.

Las determinaciones para valorar el ión cloruro de la sal cálcica se ha practicado siguiendo, exactamente, las indicaciones de F.E. IX, partiendo de 10 g de cloruro cálcico y disolviendo en agua hasta 1.000 ml y valorando 25 ml de dicha disolución que corresponde a 0,25 g de cloruro cálcico.

Los resultados encontrados, expresados en porcentaje de sal cálcica representan la media de 10 determinaciones concordantes.

La determinación complexométrica se ha realizado partiendo de 5 g de cloruro cálcico pesado con exactitud y disuelto en agua destilada que se transfiere cuantitativamente a un matraz aforado de 1.000 ml completando con agua destilada hasta el enrase.

Se toman 25 ml y puestos en un erlenmeyer de 250 ml, se agregan 5 ml de NaOH N aproximadamente, una punta de espátula de indicador murexida y se diluye con agua hasta unos 40-50 ml, valorando con disolución de EDTA 0,05 M hasta viraje a violeta puro.

1 ml de esta disolución corresponde a 10,95 mg de $\text{Cl}_2\text{Ca} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

En la Tabla I siguiente se expresan los resultados encontrados en las cuatros muestras ensayadas procedentes de oficinas de Farmacia. Los porcentajes obtenidos por el método complexométrico ensayado representan igualmente la media de 10 determinaciones concordantes

TABLA I

Muestra n.º	Determinación argentimétrica % de Cl_2Ca	Valoración Complexo- métrica % de Cl_2Ca	Diferencia
1	98,14	97,27	0,87
2	96,36	96,16	0,20
3	94,80	95,20	— 0,40
4	97,17	97,57	— 0,40

CONCLUSIONES

- 1.^a—Las diferencias en los porcentajes encontrados al operar por el método de F.E. IX y el complexométrico propuesto, confirman la concordancia de ambas técnicas.
- 2.^a—El método propuesto, también directo, emplea una sola disolución titulada, lo que disminuye las causas de error.
- 3.^a—Se propone la valoración complexométrica para el Cl_2Ca que bien puede incluirse en el texto oficial, juntamente con la argentimetría, como hace U.R.S.S. IX, o bien puede sustituirse como ya han realizado U.S.P. XVII, Ö.A.B. IX, D.A.B. VII, Br. Ph. 1968 y Ph. Int. II.

RESUMEN

Se revisan los métodos volumétricos y complexométricos de valoración de cloruro cálcico y se aconseja la técnica complexométrica con EDTA, empleando murexida como indicador a fin de incluirla juntamente con la anterior en la nueva edición de la Farmacopea Española.

SUMMARY

A titrimetry and complexometric technics of evaluation of Calcium chloride has been revised. We recomanded a complexometric technic, using EDTA and murexide as indicator, in order to include both in the new Spanish Pharmacopeia edition.