

FACULTAD DE FARMACIA
UNIVERSIDAD DE GRANADA (ESPAÑA)

DETERMINACION DE ALCALOIDES EN DROGAS. INTENTO DE UNIFICACION DE LAS TECNICAS PRESCRITAS POR LA F. E. IX ed.

Nota V: Corteza de Granado (*)

por

J. CABO TORRES y A. VILLAR DEL FRESNO

Arz Pharm. XI, 337 (1970).

Con el mismo enunciado general (3-7) hemos publicado anteriormente la adaptación de valoración de alcaloides en drogas oficinales de F.E. IX ed. a la técnica de Heegnauer y Flück (9).

Al abordar ahora el estudio de la corteza de granado seguimos las directrices de trabajos anteriores, que en líneas generales son:

- Estudio de las propiedades de los alcaloides principales.
- Estudio de la técnica de F.E. IX ed. (8).
- Estudio de la técnica de Hagnauer y Flück sin modificar.
- Estudio de diversas modificaciones (agua ácida, disolvente orgánico, alcali,).

El método que utiliza nuestra Farmacopea (pág. 532) es en general sencillo; encontramos como inconveniente, además de partir de una cantidad excesiva de droga, la realización de la volumetría final, que se efectúa directamente sobre parte alícuota del cloroformo recogido; se añade un determinado volumen de agua e indicador y valora con ácido 0,1 N, agitando enérgicamente después de cada adición. El final de la valoración se observa por pasar el color rojo de la capa clorofórmica a la acuosa; aunque en teoría parece que es sencillo, en la práctica después de cada agitación el cloroformo se emulsiona con el agua tardando un tiempo en romperse dicha emulsión, lo que motiva que el proceso se haga largo y engorroso, sin observarse claramente el punto de viraje final.

RESULTADOS

Incluimos en forma de tabla-resumen los resultados de nuestras experiencias y sus correspondientes estudios estadísticos.

(*) Comunicación presentada al Congreso Internacional de Ciencias Farmacéuticas de la F.I.P., Septiembre, Londres, 1969.

V.—GRANADO

(1) Técnica de INFLUENCIAS
F.E. IX ed. y
en estudio MODIFICACIONES

TÉCNICA DE F.E. IX ed.	Druga muestra núm. I ...	Druga muestra núm. II...	SIN MODIFICAR ...	1) Agua ácida tipo I...	AGUA ACIDA	2) Agua ácida tipo III ...	ALCALI	1) NH ₃ concentrado = 1 ml. ...	1 ₁) Cloroformo. Adición de 30 ml y post. lavado 3 v. con 10 ml.	1 ₂) Eter-Cloroformo (1/3) = 30 ml.	2 _{1a}) Cloroformo = 15 ml. (3 lavados con 5 ml.)	2 _{1b}) Eter Cloroformo (1/3) = 15 ml.	2 _{2a}) Cloroformo = 30 ml. (3 lavados con 10 ml.)	2 _{2b}) Eter-Cloroformo (1/3) = 30 ml.	N.º expe-riencias	% alcaloides	Desviacion media	Desviación típica	Error típico de la media	Error probable de la media	Correspon- de a %	
	10	0,212	0,090	0,0112	0,0039	0,0027	1,26
	12	0,435	0,0192	0,0260	0,0082	0,0055	1,28
	10	0,018	0,006	0,0069	0,0024	0,0016	9,18
	10	0,018	0,006	0,0069	0,0024	0,0016	9,18
	14	0,029	0,0071	0,0088	0,0025	0,0017	5,88
	10	0,046	0,0106	0,0126	0,0045	0,0030	6,54
	10	0,036	0,0056	0,0068	0,0024	0,0016	4,50
	10	0,090	0,0204	0,0268	0,0095	0,0063	7,09
	10	0,042	0,0084	0,0113	0,0040	0,0070	6,42
	10	0,121	0,0346	0,0407	0,014	0,010	0,80
	10	0,036	0,0056	0,0068	0,0024	0,0016	4,50

DISOLVENTE ORGANICO

VOLUMEN

TIPO

TÉCNICA EN ESTUDIO

TÉCNICA DE

CONCLUSIONES

1.^a) Como era previsible —dada la volatilidad de las peletierinas— el método originario de Hegnauer y Flück, no es en principio aplicable a la valoración de alcaloides de la Corteza de Granada. En cambio el método oficial, que como el de la Quina, presenta en su fase extractiva, mayor coincidencia con el que estudiamos, da resultados aceptables, pues toma en consideración en su fase inicial la aludida propiedad (volatilidad de estos alcaloides).

2.^a) El estudio sistemático y paciente de toda una amplia gama de circunstancias, nos ha conducido a establecer la posibilidad de extensión de la técnica estudiada también a la corteza de granado. En resumen las modificaciones consisten:

a) en cuanto a la fase extractiva tomar —como hicimos en la quina— la parte alícuota del extracto de disolvente orgánico, en vez de hacerlo de la fase acuosa ácida; y,

b) en la fase previa a la volumetría, eliminar el amoníaco residual a temperatura considerablemente inferior a los demás casos.

3.^a) Las medias de los resultados obtenidos, son algo más del 10 por ciento inferiores a las del método de F.E. IX ed.. Hecho nada extraño, porque en la volumetría final del método oficial suele formarse emulsión, que dificulta la apreciación del viraje antes de que éste se haya pasado ligeramente (rojo). La precisión es en el peor de los casos equiparable y en conjunto, la técnica propuesta es más cómoda y rápida en su realización, requiriendo cantidades de droga y reactivos seis veces menores que las del método oficial.

SIGNOS Y ABREVIATURAS

NH, conc.— Hacemos referencia al $D = 0,910$, 24°Be .

Acidos.— Cuando señalamos (R), hacemos referencia a los reactivos de nuestra F.E. IX ed.

Al emplear diluciones de ácidos con el fin de no repetir constantemente las concentraciones de la misma adoptamos una nomenclatura completamente convencional y por lo tanto a continuación transcribimos la equivalencia:

<i>Tipo I</i>	10 ml de ácido = 1N en c.s.p. 500 ml de H_2O (es aproximadamente, el agua ácida empleada por el método original de Hegnauer y Flück)
<i>Tipo II</i>	20 ml de ácido = 1N en c.s.p. 500 ml de H_2O
<i>Tipo III</i>	30 ml de ácido = 1N en c.s.p. 500 ml de H_2O
<i>Tipo IV</i>	90 ml de ácido = 1N en c.s.p. 500 ml de H_2O
<i>Tipo V</i>	200 ml de ácido = 1N en c.s.p. 500 ml de H_2O

BIBLIOGRAFIA

- 1.—BLAS, L.: Agenda del Químico, 2.^a ed., 370-377, Madrid (1954).
- 2.—CABO TORRES, J.: Medicamenta 4, 23, (1952).
- 3.—CABO TORRES, J., VILLAR DEL FRESNO, A.: Ars Pharm., Vol. VIII, núm. 11-12, (1967).
- 4.—CABO TORRES, J., VILLAR DEL FRESNO, A. y PARDO, P.: Ars Pharm. Vol. IX, núm. 1/2, 3/10, (1968).
- 5.—CABO TORRES, J., VILLAR DEL FRESNO, A.: Ars Pharm., Vol. XI núm. 3/4, 123/142, (1960).
- 6.—CABO TORRES, J., VILLAR DEL FRESNO, A.: Ars Pharm., Vol. XI, núm. 3/4, 143/159, (1970).
- 7.—CABO TORRES, J., VILLAR DEL FRESNO, A.: Ars Pharm., Vol. XI, núm. 3/4, 161-168, (1970).
- 8.—HEGNAUER, R. y FLÜCK, J.: Pharm. Acta Helv. 23, 246, (1948).
- 9.—Farmacopea Española IX ed., 532, (1954).