

CATEDRA DE FARMACIA GALENICA Y TECNICA PROFESIONAL Y LEGISLACION

Prof. José M.^a Suñé Arbussá

CÁTEDRA DE ANÁLISIS QUIMICO Y BROMATOLOGIA Y TOXICOLOGIA

Prof. Dr. Rafael García Villanova

Nota a la Farmacopea Española; IX edición: subgalato de bismuto

por

R. García Villanova, J. Thomas y F. Bosch

La valoración del Subgalato de Bismuto por gravimetría al estado de Bi_2O_3 está descrito en la Farmacopea Española IX, Farmacopea Nacional Argentina IV, Ph. Belga V, F. Bras. II, Ph. Helvetica V y Ph. Japan VII. No se encuentra citado en Br. Ph., Codex VII, Ph. Internacional, U.S.P. XVII y U.R.S.S. Ph. Solamente D.A.B. VII valora esta sal bismútica con EDTA 0,01 M en presencia de naranja de Xilenol.

Siguiendo el criterio expuesto (1) se ha continuado la serie de determinaciones que se exponen a continuación, comparando los resultados obtenidos por gravimetría con los hallados volumétricamente empleando tiourea, violeta de pirocatequina y yoduro potásico como indicadores con el objeto de que pueda servir de orientación para la posible modi-

ficación del correspondiente artículo monográfico de nuestra Farmacopea.

PARTE EXPERIMENTAL

Para el ensayo de control operamos con una muestra de subgalato de bismuto facilitada por el laboratorio de control del Instituto de Farmacia del Aire y que nos sirvió para comparar los resultados gravimétricos con los de la volumetría complexométrica.

Los ensayos gravimétricos se realizaron siguiendo las indicaciones de F.E. IX con ligeras modificaciones de técnica.

Las titulaciones complexométricas se efectuaron partiendo de 10 g. del producto exactamente pesados, llevados a una cápsula y calentando

(1) R. García Villanova, J. Thomas y F. Bosch, - *Ars Pharmaceutica*, VI, 3 (1965) y VI, 165 (1965).

en una mufla eléctrica hasta casi calcinación. Enfriada la cápsula se añaden 2 ml. de ácido nítrico concentrado y se lleva nuevamente a la mufla, repitiendo la operación tres veces. El residuo se arrastra con 40 ml. de ácido nítrico a un matraz aforado de 1.000 ml., completando con agua destilada hasta el aforo, agitando continuamente para evitar la precipitación. A 25 ml. de la disolución así preparada —que corresponden a 250 mg. de subgalato de bismuto— se añaden unos 30 ml. de agua y se titulan con AEDT 0,05 M en presencia del indicador.

Violeta de pirocatequina.—Disolución acuosa al 0,1%, 3 gotas.

Tiourea. — Disolución acuosa al 2%, 40 ml.

Yoduro potásico.—Disolución acuosa al 0,5%, 2 ml al comienzo de la titulación y 4 ml al final para hacer más visible el punto final.

Disolución de AEDT 0,05 M.—Complexona III (Titrplex) titulada frente a cloruro cálcico, partiendo de carbonato cálcico puro y murexida como indicador.

El pH indicado se consigue con disolución aproximadamente 3 N de hidróxido amónico, añadido en proporción adecuada y cuando se ha gastado el 90 % aproximadamente de AEDT, evitándose así la hidrólisis parcial.

La cifra media en % de Bi_2O_3 corresponde a la de seis determinaciones concordantes y operando conforme a F.E. IX con ligeras modificaciones como se indica más arriba.

ENSAYO DE CONTROL

Subgalato de Bismuto.—Indicador:
Violeta de pirocatequina

Gravimetría % en Bi_2O_3 (media)	Volumetría complejométrica % en Bi_2O_3	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
$pH = 1$			
53,35	53,91	0,56	1,03
	53,43	0,08	0,14
	53,43	0,08	0,14
	53,91	0,56	1,03
$pH = 1,3$			
53,35	53,43	0,08	0,14
	53,43	0,08	0,14
	53,43	0,08	0,14
	53,43	0,08	0,14

$pH = 1,5$			
53,35	53,43	0,08	0,14
	53,91	0,56	1,03
	53,91	0,56	1,03
	53,91	0,56	1,03

ENSAYO DE CONTROL

Subgalato de Bismuto.—Indicador:
Tiourea

Gravimetría % en Bi_2O_3 (media)	Volumetría complejométrica % en Bi_2O_3	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
$pH = 1$			
53,35	53,43	0,08	0,14
	53,43	0,08	0,14
	53,43	0,08	0,14
	53,43	0,08	0,14
	53,43	0,08	0,14
$pH = 1,5$			
53,35	53,43	0,08	0,14
	53,43	0,08	0,14
	53,43	0,08	0,14
	53,43	0,08	0,14

$pH = 1,8$			
53,35	53,43	0,08	0,14
	53,91	0,56	1,03
	53,91	0,56	1,03
	53,43	0,08	0,14

ENSAYO DE CONTROL

Subgalato de Bismuto.—Indicador:

Ioduro potásico

Gravimetría % en Bi ₂ O ₃ (media)	Volumetría complejométrica% en Bi ₂ O ₃	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
$pH = 1$			
53,35	53,43	0,08	0,14
	53,43	0,08	0,14
	53,43	0,08	0,14
	53,43	0,08	0,14
$pH = 1,3$			
53,35	53,91	0,56	1,03
	53,91	0,56	1,03
	53,43	0,08	0,14
	53,43	0,08	0,14
$pH = 1,5$			
53,35	53,91	0,56	1,03
	53,91	0,56	1,03
	53,43	0,08	0,14
	53,43	0,08	0,14

MUESTRA N.º 1

Subgalato de Bismuto.—Indicador:

Tiourea

Gravimetría % en Bi ₂ O ₃ (media)	Volumetría complejométrica% en Bi ₂ O ₃	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
$pH = 1$			
51,07	51,22	0,15	0,29
	51,69	0,62	1,19
	51,69	0,62	1,19
	51,69	0,62	1,19
$pH = 1,5$			
51,07	51,69	0,62	1,19
	51,69	0,62	1,19
	51,22	0,15	0,29
	51,22	0,15	0,29
$pH = 1,8$			
51,07	51,22	0,15	0,29
	50,75	+ 0,32	- 0,63
	50,75	+ 0,32	- 0,63
	51,22	0,15	0,29

MUESTRA N.º 1

Subgalato de Bismuto.—Indicador:

Violeta de pirocatequina

Gravimetría % en Bi ₂ O ₃ (media)	Volumetría complejométrica% en Bi ₂ O ₃	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
$pH = 1$			
51,07	51,22	0,15	0,29
	51,69	0,62	1,19
	51,69	0,62	1,19
	51,22	0,15	0,29
$pH = 1,3$			
51,07	52,17	1,10	2,10
	51,69	0,62	1,19
	51,69	0,62	1,19
	51,69	0,62	1,19
$pH = 1,5$			
51,07	51,69	0,62	1,19
	51,22	0,15	0,29
	51,69	0,62	0,19
	51,22	0,15	0,29

MUESTRA N.º 1

Subgalato de Bismuto.—Indicador:

Yoduro potásico

Gravimetría % en Bi ₂ O ₃ (media)	Volumetría complejométrica% en Bi ₂ O ₃	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
$pH = 1$			
51,07	51,22	0,15	0,29
	51,69	0,62	1,19
	51,22	0,15	0,29
	51,22	0,15	0,29
$pH = 1,3$			
51,07	51,22	0,15	0,29
	51,22	0,15	0,29
	51,69	0,62	1,19
	51,69	0,62	1,19
$pH = 1,5$			
51,07	51,69	0,62	1,19
	51,22	0,15	0,29
	51,22	0,15	0,29
	51,22	0,15	0,29

MUESTRA N.º 2

Subgalato de Bismuto.—Indicador:
Violeta de pirocatequina

Gravimetría % en Bi ₂ O ₃ (media)	Volumetría complejo-métrica % en Bi ₂ O ₃	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
<i>pH = 1</i>			
53,53	51,22	-2,31	-4,5
	51,22	-2,31	-4,5
	51,69	1,84	-3,52
	51,69	1,84	-3,52
<i>pH = 1,3</i>			
53,53	51,69	1,84	-3,52
	51,69	1,84	-3,52
	51,69	1,84	-3,52
	51,69	1,84	-3,52
<i>pH = 1,5</i>			
53,53	51,22	-2,31	-4,5
	51,69	1,84	-3,52
	51,22	2,31	-4,5
	51,22	2,31	-4,5

MUESTRA N.º 2

Subgalato de Bismuto.—Indicador:
Tiourea

Gravimetría % en Bi ₂ O ₃ (media)	Volumetría complejo-métrica % en Bi ₂ O ₃	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
<i>pH = 1</i>			
53,53	51,22	2,31	-4,5
	51,22	2,31	-4,5
	51,69	1,84	-3,52
	51,69	1,84	-3,52
<i>pH = 1,5</i>			
53,53	51,22	2,31	-4,5
	51,22	2,31	-4,5
	51,69	1,84	-3,52
	51,69	1,84	-3,52
<i>pH = 1,8</i>			
53,53	51,69	1,84	-3,52
	51,69	1,84	-3,52
	51,69	1,84	-3,52
	51,22	2,31	-4,5

MUESTRA N.º 2

Subgalato de Bismuto.—Indicador:
Yoduro potásico

Gravimetría % en Bi ₂ O ₃ (media)	Volumetría complejo-métrica % en Bi ₂ O ₃	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
<i>pH = 1</i>			
53,53	51,69	1,84	-3,52
	51,69	1,84	-3,52
	51,22	2,31	-4,5
	51,22	2,31	-4,5
<i>pH = 1,3</i>			
53,53	51,22	2,31	-4,5
	51,22	2,31	-4,5
	51,22	2,31	-4,5
	51,22	2,31	-4,5
<i>pH = 1,5</i>			
53,53	51,69	1,84	-3,52
	51,69	1,84	-3,52
	51,22	2,31	-4,5
	51,22	2,31	-4,5

MUESTRA N.º 3

Subgalato de Bismuto.—Indicador:
Violeta de pirocatequina

Gravimetría % en Bi ₂ O ₃ (media)	Volumetría complejo-métrica % en Bi ₂ O ₃	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
<i>pH = 1</i>			
41,98	44,37	2,39	5,38
	43,89	1,91	4,35
	44,37	2,39	5,38
	44,37	2,39	5,38
<i>pH = 1,3</i>			
41,98	43,89	1,91	4,35
	43,89	2,39	5,38
	43,89	2,39	5,38
	43,89	2,39	5,38
<i>pH = 1,5</i>			
41,98	43,89	1,91	4,35
	43,89	1,91	4,35
	43,89	1,91	4,35
	43,89	1,91	4,35

MUESTRA N.º 3

Subgalato de Bismuto.—Indicador:
Tiourea

Gravimetría % en Bi ₂ O ₃ (media)	Volumetría complejométrica % en Bi ₂ O ₃	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
$pH = 1$			
41,98	43,89	1,91	4,35
	44,37	2,39	5,38
	43,89	1,91	4,35
	43,89	1,91	4,35
$pH = 1,5$			
41,98	44,37	2,39	5,38
	44,37	2,39	5,38
	44,37	2,39	5,38
	44,37	2,39	5,38
$pH = 1,8$			
41,98	44,37	2,39	5,38
	44,37	2,39	5,38
	43,89	1,91	4,35
	43,89	1,91	4,35

MUESTRA N.º 3

Subgalato de Bismuto.—Indicador:
Yoduro potásico

Gravimetría % en Bi ₂ O ₃ (media)	Volumetría complejométrica % en Bi ₂ O ₃	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
$pH = 1$			
41,98	44,37	2,39	5,38
	44,37	2,39	5,38
	44,37	2,39	5,38
	43,89	1,91	4,35
$pH = 1,3$			
41,98	44,37	2,39	5,38
	44,37	2,39	5,38
	43,89	1,91	4,35
	43,89	1,91	4,35
$pH = 1,5$			
41,98	44,37	2,39	5,38
	43,89	1,91	4,35
	43,89	1,91	4,35
	44,37	2,39	5,38

MUESTRA N.º 4

Subgalato de Bismuto.—Indicador:
Violeta de pirocatequina

Gravimetría % en Bi ₂ O ₃ (media)	Volumetría complejométrica % en Bi ₂ O ₃	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
$pH = 1$			
50,02	50,27	0,25	0,48
	49,80	0,22	— 0,44
	50,27	0,25	0,48
	50,27	0,25	0,48
$pH = 1,3$			
50,02	50,27	0,25	0,48
	50,27	0,25	0,48
	50,27	0,25	0,48
	50,27	0,25	0,48
$pH = 1,5$			
50,02	50,27	0,25	0,48
	50,27	0,25	0,48
	50,27	0,25	0,48
	49,80	0,22	— 0,44

MUESTRA N.º 4

Subgalato de Bismuto.—Indicador:
Tiourea

Gravimetría % en Bi ₂ O ₃ (media)	Volumetría complejométrica % en Bi ₂ O ₃	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
$pH = 1$			
50,02	50,27	0,25	0,48
	50,27	0,25	0,48
	50,75	0,73	1,43
	50,27	0,27	0,48
$pH = 1,5$			
50,02	50,27	0,25	0,48
	49,80	0,22	— 0,44
	49,80	0,22	— 0,44
	49,80	0,22	— 0,44
$pH = 1,8$			
50,02	50,27	0,25	0,48
	50,27	0,25	0,48
	50,27	0,25	0,48
	50,27	0,25	0,48

MUESTRA N.º 4

Subgalato de Bismuto.—Indicador:
Yoduro potásico

Gravimetría % en Bi_2O_3 (media)	Volumetría complejométrica % en Bi_2O_3	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
$pH = 1$			
50,02	49,80	0,22	— 0,44
	50,27	0,25	0,48
	50,27	0,25	0,48
	50,27	0,25	0,48
$pH = 1,3$			
50,02	49,80	0,22	— 0,44
	49,80	0,22	— 0,44
	49,80	0,22	— 0,44
	49,80	0,22	— 0,44
$pH = 1,5$			
50,02	50,27	0,25	0,48
	50,27	0,25	0,48
	50,27	0,25	0,48
	50,27	0,25	0,48

MUESTRA N.º 5

Subgalato de Bismuto.—Indicador:
Tiourea

Gravimetría % en Bi_2O_3 (media)	Volumetría complejométrica % en Bi_2O_3	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
$pH = 1$			
51,26	52,48	1,22	2,32
	52,95	1,69	3,19
	52,95	1,69	3,19
	52,95	1,69	3,19
$pH = 1,5$			
51,26	52,48	1,22	2,32
	52,95	1,69	3,19
	52,95	1,69	3,19
	52,48	1,22	2,32
$pH = 1,8$			
51,26	52,95	1,69	3,19
	52,95	1,69	3,19
	52,95	1,69	3,19
	52,95	1,69	3,19

MUESTRA N.º 5

Subgalato de Bismuto.—Indicador:
Violeta de pirocatequina

Gravimetría % en Bi_2O_3 (media)	Volumetría complejométrica % en Bi_2O_3	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
$pH = 1$			
51,26	52,48	1,22	2,32
	52,95	1,69	3,19
	52,48	1,22	2,32
	52,48	1,22	2,32
$pH = 1,3$			
51,26	52,48	1,22	2,32
	52,48	1,22	2,32
	52,48	1,22	2,32
	52,48	1,22	2,32
$pH = 1,5$			
51,26	52,48	1,22	2,32
	52,48	1,22	2,32
	52,48	1,22	2,32
	52,48	1,22	2,32

MUESTRA N.º 5

Subgalato de Bismuto.—Indicador:
Yoduro potásico

Gravimetría % en Bi_2O_3 (media)	Volumetría complejométrica % en Bi_2O_3	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
$pH = 1$			
51,26	52,95	1,69	3,19
	52,95	1,69	3,19
	52,95	1,69	3,19
	52,95	1,69	3,19
$pH = 1,3$			
51,26	52,48	1,22	2,32
	52,48	1,22	2,32
	52,95	1,69	3,19
	52,48	1,22	2,32
$pH = 1,5$			
51,26	52,95	1,69	3,19
	52,95	1,69	3,19
	52,48	1,22	2,32
	52,95	1,69	3,19

CONCLUSIONES

1.^a Los resultados obtenidos operando con la muestra de control, tanto por gravimetría como por volumetría con AEDT, confirman la concordancia de ambos métodos, oscilando las diferencias entre 0,14 y 1,03 %.

2.^a Se observa que, al operar con productos farmacéuticos de distinta procedencia, se acentúan las diferencias entre el método gravimétrico y el volumétrico, siendo considerables los errores observados, como puede apreciarse en las muestras números 2, 3 y 5.

3.^a La sencillez del método volumétrico, su precisión y exactitud permite aconsejar sea tenido en cuenta en la nueva edición de la Farmacopea Española, pudiéndose emplear indistintamente cualquiera de los indicadores ensayados siguiendo el método que se ha descrito.

RESUMEN

Se revisan las técnicas gravimétrica y complexométrica de valoración del Subgalato de Bismuto y se

aconseja la técnica complexométrica con AEDT, empleando como indicadores yoduro potásico, violeta de pirocatequina y tiourea indistintamente, para la nueva edición de la Farmacopea Española.

RESUMÉ

On révisé les techniques gravimétrique y complexométrique de dosification de «Gallate basique de Bismuth» et on conseille une technique complexométrique avec de EDTA et le yodure potasique, violet de pyrocatechol et thiourée comme indicateurs sans faire de différence pour la nouvelle édition de la Pharmacopée Espagnole.

SUMMARY

A gravimetric and complexometric technics of evaluation of «bismuth subgallate» has been revised. We recommended a complexometric technic, using EDTA and a potassium iodide, Pyrocatechol Viol and thiourea as indicator indifferently, in order to include it in the new Spanish Pharmacopoeia edition.