

CATEDRA DE FARMACIA GALENICA Y TECNICA PROFESIONAL Y LEGISLACION

Prof. Dr. José M.^a Suñé Arbussa

CATEDRA DE ANALISIS QUIMICO Y BROMATOLOGIA

Prof. Dr. Rafael García-Villanova

Nota a la Farmacopea Española, IX Edición: Subsalicilato de Bismuto

por

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

Solamente la D. A. B. VII valora el subsalicilato de bismuto con EDTA y naranja de xilenol como indicador. Al estado de Bi_2O_3 , por gravimetría, lo hacen Ph. Japan VII, F. N. Argentina IV, Ph. Belga V, F. Bras. II, Codex VII, Ph. Helv. V, y Ph. Internacional. Este artículo ha sido suprimido en Codex VIII, Br. Ph. última edición, U. S. P. XVII y Ph. URSS.

Como veníamos haciendo (1), se han realizado determinaciones gravimétricas practicadas en la sal bismútica y determinaciones volumétricas con AEDT y violeta de pirocatequina, tiourea y yoduro potásico como indicadores con el propósito de orientar en la modificación del correspondiente artículo

monográfico de la próxima edición de nuestra Farmacopea.

PARTE EXPERIMENTAL

Con una muestra de subsalicilato de bismuto Bayer, que elegimos como control, previamente desecada, se practicaron 10 determinaciones gravimétricas siguiendo la técnica de F. E. IX con ligeras modificaciones, partiendo de un gramo del producto.

Las determinaciones complexométricas se realizaron sobre 25 ml de una disolución de la muestra preparada tomando 10 g de la sal previamente desecada, pesados con exactitud, calcinando suavemente en cápsula de por-

(1) R. García Villanova, J. Thomas y F. Bosch. — *Ars Pharmaceutica*, VI, 3, (1965). VI, 165 (1965) y VII, (1966).

celana. Se enfría y se disuelve el residuo en 40 ml de ácido nítrico concentrado, calentando ligeramente si es preciso, y se traslada cuantitativamente a un matraz aforado de 1000 ml lavando y completando con agua destilada hasta el enrase. Conviene agitar continuamente durante la dilución para evitar la precipitación de la sal bismútica.

25 ml de la disolución así preparada se llevan a un matraz erlenmeyer de 250 ml, se diluyen con unos 30 ml de agua destilada quedando la disolución a pH 1 aproximadamente.

De emplear indicador violeta de pi-

rocatequina, se ponen 3 gotas de disolución al 2%. Empleando tiourea, se agregan 40 ml, de disolución al 2%. Con yoduro potásico, se agregan al comienzo de la valoración 2 ml de disolución al 0,5 y otros dos un poco antes de terminar la titulación para que el punto final se vea con más facilidad.

Las experiencias realizadas se efectuaron al pH que se indica. La modificación del pH se practicó agregando la cantidad suficiente de disolución de hidróxido amónico 3N agregándola casi al final de la valoración para evitar la hidrólisis de la sal de bismuto.

ENSAYO DE CONTROL

Subsalicilato de Bismuto Bayer.

Indicador: Tiourea

Gravimetría % en Bi ₂ O ₃ (media)	Volumetría Complejo- métrica % en Bi ₂ O ₃	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
<u>pH = 1,3</u>			
64,72	64,77	0,05	0,07
	64,77	0,05	0,07
	64,30	0,42	0,64
	64,30	0,42	0,64
	64,77	0,05	0,07
<u>pH = 1,6</u>			
64,72	64,77	0,05	0,07
	64,30	0,42	0,64
	64,30	0,42	0,64
	64,30	0,42	0,64
	64,77	0,05	0,07

ENSAYO DE CONTROL

Subsalicilato de Bismuto Bayer.

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 %
<u>pH = 1</u>			
64,72	65,28	0,56	0,86
	64,77	0,05	0,07
	65,28	0,56	0,86
	65,28	0,56	0,86
	64,77	0,05	0,07
<u>pH = 1,3</u>			
64,72	64,77	0,05	0,07
	64,77	0,05	0,07
	64,77	0,05	0,07
	65,28	0,56	0,86
	65,28	0,56	0,86

ENSAYO DE CONTROL

MUESTRA N.º 1

Subsalicilato de Bismuto Bayer:
Indicador: Yoduro potásico

Subsalicilato 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 %
---	---	--	------------

pH=1

64,72	65,28	0,56	0,86
	65,28	0,56	0,86
	65,28	0,56	0,86
	65,28	0,56	0,86
	64,77	0,05	0,07

pH=1,3

64,72	65,28	0,56	0,86
	65,28	0,56	0,86
	64,77	0,05	0,07
	64,77	0,05	0,07
	65,28	0,56	0,86

Gravimetría % en Bi ₂ O ₃ (media)	Volumetría Complejo- métrica % en Bi ₂ O ₃	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
---	---	--	------------

pH=1

61,07	61,51	0,44	0,72
	61,51	0,44	0,72
	61,51	0,44	0,72
	61,51	0,44	0,72
	61,04	0,03	0,05

pH=1,3

61,07	61,04	0,03	-0,05
	60,58	0,49	-0,80
	60,58	0,49	-0,80
	60,58	0,49	-0,80
	60,58	0,49	-0,80

MUESTRA N.º 1

Subsalicilato de Bismuto.
Indicador: Tiourea

MUESTRA N.º 1

Subsalicilato 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 %
---	---	--	------------

pH=1,3

61,07	61,04	0,03	-0,05
	61,51	0,44	0,72
	61,51	0,44	0,72
	61,04	0,03	-0,05
	61,04	0,03	-0,05

pH=1,6

61,07	61,04	0,03	0,05
	60,58	0,49	0,80
	60,58	0,49	0,80
	61,04	0,03	0,05
	60,58	0,49	0,80

Gravimetría % en Bi ₂ O ₃ (media)	Volumetría Complejo- métrica % en Bi ₂ O ₃	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
---	---	--	------------

pH=1

61,07	61,51	0,44	0,72
	61,97	0,90	1,47
	61,97	0,90	1,47
	61,97	0,90	1,47
	61,51	0,44	0,72

pH=1,3

61,07	61,04	0,03	-0,05
	61,51	0,44	0,72
	61,04	0,03	-0,05
	61,04	0,03	-0,05
	65,51	0,44	0,72

MUESTRA N.º 2

Subsalicilato 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 %
---	---	--	------------

pH=1,3

62,23	61,51	-0,72	-1,15
	61,97	-0,26	-0,41
	61,97	-0,29	-0,41
	61,51	-0,72	-1,15
	61,51	-0,72	-1,15

pH=1,6

62,23	61,51	-0,72	-1,15
	61,97	-0,26	-0,41
	61,97	-0,26	-0,41
	61,97	-0,26	-0,41
	61,97	-0,26	-0,41

MUESTRA N.º 2

Subsalicilato 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 %
---	---	--	------------

pH=1

62,23	61,97	0,26	-0,41
	62,44	0,21	0,33
	62,44	0,21	0,33
	62,44	0,21	0,33
	61,97	-0,26	-0,41

pH=1,3

62,23	62,44	0,21	0,33
	62,44	0,21	0,33
	62,44	0,2	50,33
	62,44	0,2	10,33
	62,44	0,2	10,33

MUESTRA N.º 2

Subsalicilato 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 %
---	---	--	------------

pH=1

62,23	62,44	0,21	0,33
	62,91	0,68	1,09
	62,91	0,68	1,09
	62,91	0,68	1,09
	62,44	0,21	0,33

pH=1,3

62,23	62,44	0,21	0,33
	62,91	0,68	1,09
	62,91	0,68	1,09
	62,91	0,68	1,09
	61,44	0,21	0,33

MUESTRA N.º 3

Subsalicilato 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 %
---	---	--	------------

pH=1,3

63,05	61,97	-1,08	-1,71
	61,97	-1,08	-1,71
	61,97	-1,08	-1,71
	61,97	-1,08	-1,71
	61,97	-1,08	-1,71

pH=1,6

63,05	1,97	-1,08	-1,71
	61,97	-1,08	-1,71
	61,50	-1,54	-2,44
	61,50	-1,54	-2,44
	61,97	-1,08	-1,71

MUESTRA N.º 3

Subsalicilato 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 %
---	---	--	------------

pH=1

63,05	61,51	-1,54	-2,44
	61,51	-1,54	-2,44
	61,97	-1,08	-1,71
	61,97	-1,08	-1,71
	61,51	-1,54	-2,44

pH=1,3

63,05	61,97	-1,08	-1,71
	61,97	-1,08	-1,71
	61,51	-1,54	-2,44
	61,51	-1,54	-2,44
	61,51	-1,54	-2,44

MUESTRA N.º 3

Subsalicilato 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 %
---	---	--	------------

pH=1

63,05	61,97	-1,08	-1,71
	61,97	-1,08	-1,71
	61,97	-1,08	-1,71
	61,51	-1,54	-2,44
	61,97	-1,08	-1,71

pH=1,3

63,05	61,51	-1,54	-2,44
	61,51	-1,54	-2,44
	61,51	-1,54	-2,44
	61,51	-1,54	-2,44
	61,51	-1,54	2,44

MUESTRA N.º 4

Subsalicilato de Bismuto

Indicador: Tiourea

Gravimetría % en Bi ₂ O ₃ (media)	Volumetría Complejo- métrica % en Bi ₂ O ₂	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
---	---	--	------------

pH=1,3

61,03	61,04	0,01	0,01
	61,51	0,48	0,78
	61,51	0,48	0,78
	61,51	0,48	0,78
	61,04	0,01	0,01

pH=1,6

61,03	60,58	-0,55	0,90
	60,58	-0,55	0,90
	61,04	0,01	0,01
	60,58	-0,55	0,90
	60,58	-0,55	0,90

MUESTRA N.º 4

Subsalicilato 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 %
---	---	--	------------

pH=1

61,03	61,04	0,01	0,01
	61,04	0,01	0,01
	61,51	0,48	0,78
	61,04	0,01	0,01
	61,04	0,01	0,01

pH=1,3

61,03	61,51	0,48	0,78
	61,51	0,48	0,78
	61,51	0,48	0,78
	61,51	0,48	0,78
	61,51	0,48	0,78

MUESTRA N^o 4Subsalicilato de Bismuto Bayer
Indicador: Yoduro potásico

Gravimetría % en Bi ₂ O ₃ (media)	Volumetría complexo- métrica % en Bi ₂ O ₃	Diferencia con la media gravimétrica	Error %
<u>pH=1</u>			
61,03	61,97	0,94	1,54
	61,97	0,94	1,54
	61,97	0,94	1,54
	61,97	0,94	1,54
	61,97	0,94	1,54

<u>pH=1,3</u>			
61,03	61,51	0,48	0,78
	61,51	0,48	0,78
	61,51	0,48	0,78
	61,51	0,48	0,78
	61,04	0,01	0,01

CONCLUSIONES

1.^a Los resultados encontrados, tanto al operar por el método gravimétrico y por volumetría complexométrica, en la muestra de control, confirman una vez más la concordancia de ambos métodos estando comprendidas las diferencias entre 0,07 y 0,86%.

2.^a En productos farmacéuticos de distinta procedencia y riqueza se hacen más patentes las diferencias entre ambos métodos como puede observarse en la muestra n.º 3.

3.^a La sencillez y precisión de la volumetría complexométrica permite aconsejar sea tenido en cuenta en la

nueva edición de la Farmacopea Española pudiéndose utilizar cualquiera de los indicadores ensayados.

RESUMEN

Se revisan las técnicas gravimétricas y complexométrica de valoración del Subsalicilato de Bismuto y se aconseja la técnica complexométrica con AEDT empleando como indicadores el yoduro potásico, violeta de pirocatequina y tiurea indistintamente, para la nueva edición de la Farmacopea Española.

RESUMÉ

On révisé les techniques gravimétrique et complexométrique de dosification de «Salicilate Basique de Bismuth» et on conseille une technique complexométrique avec de EDTA et le yodure potasique, violet de pirocatéchol et thiourée come indicateurs sans faire de différence pour nouvelle édition de la Pharmacopée Espagnole.

SUMMARY

A gravimetric and complexometric technics of evaluation Bismuth Subsalicylate 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.