

CATEDRA DE FARMACIA GALENICA Y TECNICA PROFESIONAL Y LEGISLACION

Prof. Dr. J. M.^a Suñé

CATEDRA DE ANALISIS QUIMICO APLICADO Y BROMATOLOGIA

Prof. Dr. R. García Villanova

Nota a la Farmacopea Española, IX Edición: Carbonato cálcico

por

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

El carbonato cálcico es valorado tratando con exceso de ácido clorhídrico y por retorno con disolución de hidróxido sódico en F.E. IX, F.O Argentina IV, Ph. B. V, F. Bras. II, Br. Ph. 1963, Codex 1965, Ph. Helv. V, F.U.I. VIII. Solamente Ph. J. VII valora el Ca^{++} por permanganimetría indirecta. DAB VII, OAB IX, U.S.P. XVII y Ph. URSS IX valoran con disolución de AEDT aun cuando emplean diferentes indicadores. No se encuentra citado este artículo en Ph.I.

Continuando nosotros el criterio seguido (1), hemos realizado una serie de determinaciones de muestras de carbonato cálcico siguiendo la técnica de F.E. IX y la volumetría complejométrica con el fin de modificar

el correspondiente artículo monográfico en la próxima edición del texto oficial.

PARTE EXPERIMENTAL

Para el control del método se parte de una muestra de carbonato cálcico «Riedel» R.A. y se determina la riqueza por la técnica descrita en F.E. IX partiendo como allí se indica de 1 g.

La disolución de ClH N se tituló frente a óxido de mercurio R.A. y yoduro potásico. La disolución de NaOH N se valoró frente a la de HCl N.

Los resultados encontrados se exponen en la Tabla I

(1) R. G.^a Villanova, J. M.^a Suñé y J. Thomas.—Ars Pharmaceutica, IV, 109 (1963) y R. G.^a Villanova, J. Thomas y F. Bosch.—Ars Pharmaceutica, VI, 3 (1965), VII, 123 (1966) y VII (1966)

TABLA I

CO_2Ca puesto, g.	HCl N gastada ml.	NaOH N gastada ml.	CO_2Ca encontrado g.	Diferencia g.	Error %
1.0000	25	5.00	1.0000	0.0	0,
1.0000	25	4.95	0.9975	-0,0025	-0,25
1.0000	25	5.05	1.0025	0,0025	0,25
1.0000	25	5.00	1.0000	0.0	0
1.0000	25	4.95	0.9975	0,0025	-0.25
1.0000	25	4.95	0.9975	0,0025	-0.25
1.0000	25	4.95	0.9975	0,0025	-0.25
1.0000	25	5,05	1.0025	0,0025	0,25

Comprobada la pureza del carbonato cálcico empleado se tituló frente a él la disolución de AEDT 0,1 molar empleando murexia como indicador. Para ello se pesaron 5 grs. del CO_2Ca reactivo en balanza analítica e interpuestos en 100 ml de agua, se trataron en vaso de precipitados con ácido clorhídrico concentrado hasta disolución total, trasladando cuantitativamente el contenido del vaso a un matraz aforado de 500 ml y completando con agua hasta el enrase.

Partiendo de muestras de 50 ml se tituló la disolución de AEDT a pH 13 aproximadamente.

A continuación se exponen los resultados encontrados en cinco muestras de carbonato cálcico para uso farmacéutico de distinta procedencia operando con ellas como se indica en Farmacopea Española IX y valorando posteriormente el Ca^{++} con AEDT 0,1 molar en las mismas condiciones anteriores.

MUESTRA NUM. 1

Carbonato cálcico.—Valoración alcalimétrica (F.E., IX)

CO_2Ca puesto, g	HCl N agregado, ml.	NaOH N gastado, ml	CO_2Ca encontrado, g.
1.0000	25	5,35	0,9825
		5,30	0,9850
		5,35	0,9825
		5,30	0,9825
		5,30	0,9850
		5,35	0,9825
		5,30	0,9850
		5,35	0,9825
		5,30	0,9850
		5,35	0,9825

Media: 98,37%

Carbonato cálcico.—Valoración complexométrica

Alcalimetría % en CO_3Ca (media)	Volumetría complexométrica % en CO_3Ca (media)	Diferencia con la media Alcal	Error %
98,37	98,17	0,20	-0,20
98,00	98,66	0,29	0,29
98,00	98,17	0,20	-0,20
98,00	98,17	0,20	-0,20
98,00	98,17	0,20	-0,20
98,00	98,66	0,29	0,29
98,00	98,66	0,29	0,29
98,00			
98,00			

MUESTRA NUM. 2

Carbonato cálcico.—Valoración alcalimétrica (F.E. IX)

CO_3Ca Puesto, g.	HCl N. agregado, ml.	NaOH N. gastado, ml.	CO_3Ca encontrado
1.0000	25	5,55	0,9725
		5,60	0,9700
		5,55	0,9725
		5,50	0,9750
		5,50	0,9750
		5,55	0,9725
		5,55	0,9725
		5,50	0,9750

Media: 97,31%

Carbonato cálcico.—Valoración complexométrica.

Alcalimetría % en CO_3Ca (media)	Volumetría complexométrica % en CO_3Ca (media)	Diferencia con la media alcal.	Error %
97,31	98,00	0,69	0,70
	98,16	0,85	0,86
	98,16	0,85	0,86
	98,00	0,69	0,70
	98,00	0,69	0,70
	98,16	0,85	0,86
	98,16	0,85	0,86

MUESTRA NUM. 3

Carbonato cálcico.—Valoración alcalimétrica (F.E. IX)

CO_2Ca puesto, g.	HCl N. agregado, ml.	NaOH N. gastado, ml.	CO_2Ca encontrado, g.
1.0000	25	5,75	0,9875
		5,70	0,9850
		5,70	0,9850
		5,75	0,9875
		5,75	0,9875
		5,75	0,9875
		5,70	0,9850
		5,70	0,9850

Media: 98,37%

Carbonato cálcico.—Valoración complexométrica.

Alcalimetría % en CO_2Ca (media)	Volumetría complexométrica % en CO_2Ca (media)	Diferencia con la media alcal.	Error %
98,37	98,40	0,03	0,03
	98,60	0,23	0,23
	98,60	0,23	0,23
	98,40	0,03	0,03
	98,60	0,23	0,23
	98,60	0,23	0,23
	98,40	0,03	0,03

MUESTRA NUM. 4

Carbonato cálcico.—Valoración alcalimétrica (F.E., IX)

CO_2Ca puesto, g.	HCl N. agregado, ml.	NaOH N. gastado, ml.	CO_2Ca encontrado, g.
1.0000	25	5,20	0,9900
		5,15	0,9925
		5,15	0,9925
		5,15	0,9925
		5,20	0,9900
		5,20	0,9900
		5,15	0,9925
		5,20	0,9900

Media: 99,12%

Carbonato cálcico.—Valoración complexométrica

Alcalimetría % en CO_3Ca (media)	Volumetría complexométrica % en CO_3Ca (media)	Diferencia con la media alcal.	Error %
99,12	98,60	0,48	-0,48
	98,80	0,68	-0,68
	98,80	0,68	-0,68
	98,60	0,48	-0,48
	98,60	0,48	-0,48
	98,60	0,48	-0,48
	98,80	0,68	-0,68

MUESTRA NUM. 5

Carbonato cálcico.—Valoración alcalimétrica.

CO_3Ca puesto, g.	HCl N. agregado, ml.	NaOH N. gastado, ml.	CO_3Ca encontrado, g.
1,0000	25	5,55	0,9725
		5,60	0,9700
		5,60	0,9700
		5,55	0,9725
		5,55	0,9725
		5,60	0,9700
		5,60	0,9700
		5,55	0,9725

Media: 87,12%

Carbonato cálcico.—Valoración complexométrica.

Alcalimetría % en CO_3Ca (media)	Volumetría complexométrica % en CO_3Ca (media)	Diferencia con la media alcal.	Error %
97,12	96,80	0,32	-0,33
	97,00	0,12	-0,12
	97,00	0,12	-0,12
	96,80	0,32	-0,33
	96,80	0,32	-0,33
	96,80	0,32	-0,33
	97,00	0,12	-0,12

CONCLUSIONES

1.º—Se observa gran concordancia en los resultados encontrados al operar por alcalimetría por retorno y al valorar por volumetría complexométrica oscilando las diferencias entre ambos métodos del 0,03 al 0,86% según las muestras ensayadas.

2.º—La valoración directa por complexometría frente a la valoración por retorno que implica dos disoluciones valoradas hace que se disminuyan las causas de error en la titulación del carbonato cálcico, por lo que debe tenerse en cuenta en la nueva edición de la Farmacopea Española.

RESUMEN

Se revisan las técnicas volumétrica y complexométrica de valoración de carbonato cálcico y se aconseja la

técnica complexométrica con AEDT empleando murexida como indicador, para la nueva Farmacopea Española.

RESUMÉ

On a révisé les techniques volumétrique et complexométrique de dosification de carbonate de calcium et on conseille une technique complexométrique avec de EDTA et la murexide comme indicateur pour la nouvelle édition de la Pharmacopée Espagnole.

SUMMARY

A titrimetry and complexometric technics of evaluation of calcium carbonate has been revised. We recommended a complexometric technic, using EDTA and a murexide as indicator, in order to include it in the new Spanish Pharmacopoeia edition.

0,700	0,80	0,23
0,720	0,35	0,23
0,740	0,35	0,23
0,760	0,60	0,23
0,780	0,80	0,23
0,800	0,35	0,23

Carbonato cálcico—Valoración complexométrica

Alcalimetría por retorno (media)	Alcalimetría por retorno (media)	Alcalimetría por retorno (media)
0,700	0,80	0,23
0,720	0,35	0,23
0,740	0,35	0,23
0,760	0,60	0,23
0,780	0,80	0,23
0,800	0,35	0,23