

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**  
**FACULTAD DE QUIMICA**

**CARACTERIZACION DE KAOLINES INORGANICOS**  
**EN LA INDUSTRIA FARMACEUTICA**

27

**T E S I S**  
**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE**  
**Q U I M I C O**  
**P R E S E N T A**

**PATRICIA ISABEL ARRUBARRENA MARTINEZ**

**MEXICO, D. F.**

**1974**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Tesis

ALQ.

Hit 24

FECHA

PROC.

1974

JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE SEGUN EL TEMA:

PRESIDENTE

RAMON ULACIA ESTEVE

VOCAL

ALBERTO OBREGON PEREZ

SECRETARIO

CARLOS ROMO MEDRANO

1er. SUPLENTE

MA. DE LOS ANGELES RODRIGUEZ ARANA

2º SUPLENTE

JOSE A. NOGUEZ AMAYA

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:

INSTITUTO DE GEOLOGIA DE LA U.N.A.M.

CIBA-GEIGY MEXICANA, S. A. DE C. V.

NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL  
SUSTENTANTE:

PATRICIA ISABEL ARRUBARRENA M.



---

NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL  
ASESOR DEL TEMA:

ALBERTO OBREGON PEREZ



---

CON CARÍÑO Y RESPETO A MIS PADRES

+ LUIS ARRUBARRENA ARRIOLA

DOLORES MARTINEZ GOMEZ

A MIS HERMANOS Y AMIGOS

## I N D I C E

	<u>Página</u>
INTRODUCCION	1- 2
GENERALIDADES	
I    Definición	3
II   Origen	3- 5
III  Estructura y Composición	5-10
IV   Obtención	10-11
USOS EN LA INDUSTRIA FARMACEUTICA	12-13
USOS GENERALES	
a)   Industria Papelera	14
b)   Cerámica	15-16
c)   Adhesivos	16
d)   Pesticidas	16-17
e)   Hule	17
f)   Industria Textil	17
ESPECIFICACIONES DEL KAOLIN FARMACEUTICO	18-19

METODOS DE ANALISIS

I	Descripción	20
II	Solubilidad	20
III	Identificación	20-21
IV	Pérdida por calcinación	21
V	Pérdida al secado	21
VI	PH	21
VII	Cloruros	21-22
VIII	Sulfatos	22
IX	Carbonatos	22
X	Arsénico	22-24
XI	Calcio, Magnesio	24-25
XII	Fierro	25
XIII	Metales pesados	25-26
XIV	Prueba específica de la reacción con la Yodocloroxiquinoleína	26
XV	Capacidad de absorción al Azul de Metileno	26-27
XVI	Componentes solubles en ácidos	28
XVII	Poder cohesivo	28
XVIII	Finura y tamaño de las partículas	28
XIX	Partículas gruesas	28-29
XX	Partículas de diámetro mayor de 10 micrones	29
XXI	Partículas de diámetro mayor de 3 micrones	29

EVALUACION DE LOS METODOS DE ANALISIS

Página

RESULTADOS EXPERIMENTALES

33-43

CONCLUSIONES

44

BIBLIOGRAFIA

45-47

## INTRODUCCION

El kaolín es una materia prima usada en muchos campos de la industria como son la producción de papel, cerámica, plásticos, cementos, insecticidas, productos farmacéuticos, etc.

El presente trabajo tiene por objeto el estudio de los métodos de análisis aplicados a los kaolines existentes en el mercado que puedan ser empleados en la industria farmacéutica como materia prima para la elaboración de algunos de sus productos.

Por lo general, los minerales no metálicos que se explotan en México se extraen de los yacimientos y se venden sin haber recibido tratamiento alguno, a excepción de molienda y una clasificación deficiente en la mayoría de los casos, lo cual trae como consecuencia que se rechacen por no cumplir las especificaciones indicadas para cada uso que se le quiera dar.

En un laboratorio de control, para poder aceptar una materia prima debe pasar ciertos requerimientos estrictos, en este caso importantes en la elaboración de productos medicinales con fines terapéuticos.

Se trata de encontrar entre los proveedores nacionales de kaolines, cual tiene el producto más apropiado, tanto por sus propiedades físicas como químicas, para su empleo en la producción de algunos medicamentos.

Existen muchos métodos de análisis que producen resultados muy exactos

y precisos, pero se valen de aparatos muy complicados y valiosos, lo que hace incosteable a un laboratorio poseerlos, por lo que los métodos que emplearemos en el presente trabajo serán simples y con instrumentos sencillos, al alcance de la mayoría de los laboratorios; tal vez no den resultados muy precisos, pero si lo suficientemente exactos para cumplir con sus especificaciones.

## GENERALIDADES

### I. Definición

En términos generales, se define al kaolín como una roca compuesta esencialmente de un material arcilloso de color blanco o casi blanco, pulverulento, refractario y friable, que proviene de la descomposición de materiales aluminosos tales como: feldespato, mica, etc.; cuyo proceso de formación se conoce con el nombre de "kaolinización".

El nombre de kaolín se deriva de la palabra china "Kao-ling", siendo éste el nombre de una montaña situada cerca da Jauchau-Fu, en China, donde fue encontrada por primera vez.

A través del tiempo se le han dado otros nombres tales como: Kaolín, Bolus Alba, Arcilla de la China, Arcilla Porcelana, Bolo Blanco, etc.

### II. Origen

El kaolín como material arcilloso puede tener diferentes orígenes:

- a) El kaolín que proviene de la descomposición "in-situ" de rocas feldespáticas, o sea que los yacimientos se encuentran en el lugar donde se formaron originalmente, a éste se le denomina

"residual o primario".

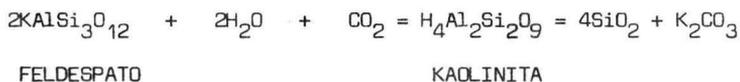
- b) El kaolín que ha sido transportado por el viento o por el agua de su lugar de origen; a éste se le denomina "sedimentario o secundario".

El kaolín sedimentario se distingue de los depósitos residuales, tanto por su estratificación, como por el hecho de que no existe relación alguna entre ellos y la roca sobre la cual yacen.

Se le atribuyen al kaolín varios orígenes según la naturaleza de su yacimiento, por más que en todos los casos sea un producto de descomposición de rocas feldespáticas, unos kaolines resultan de descomposición de rocas volcánicas por efecto de emanaciones gaseosas o de vapores procedentes algunas veces de fumarolas. Otros kaolines tienen su origen en la lenta descomposición de rocas feldespáticas por la acción de la intemperie, especialmente por la acción de las aguas, del aire húmedo y de cambios de temperatura que aceleran la oxidación de ciertos compuestos minerales. La kaolinización por intemperismo se atribuye a la infiltración de aguas meteóricas que substraen la potasa de los feldespatos y dejan el silicato de aluminio; también por la acción de las aguas de las ciénegas y los pantanos que llevan en solución sales amoniacales y ácidos orgánicos, que son en este caso, agentes de kaolinización.

El kaolín no tiene una estructura definida pero se sabe que el principal constituyente que posee es la kaolinita, de la cual su estructura es conocida.

La formación de la kaolinita a partir del feldespato puede formularse de una manera general con la siguiente reacción:



La kaolinita de fórmula  $\text{H}_4\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_9$  puede ser escrita de la siguiente manera:  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

### III Estructura y Composición

Según su composición química los kaolines o kaolinitas son silicatos de aluminio hidratados resultantes de la meteorización y descomposición térmica de las rocas ricas en aluminio.

La estructura de los minerales del kaolín está basada en una unidad fundamental llamada capa de kaolinita, la cual está constituida esencialmente por dos unidades estructurales.

La primera unidad está formada por dos capas de átomos de oxígeno o hidroxilos en los cuales los átomos de aluminio, fierro o magnesio están fijos en coordinación octaedral, de tal manera que equidistan de los seis oxígenos o hidroxilos, figura (A). Cuando el aluminio

FIG. A

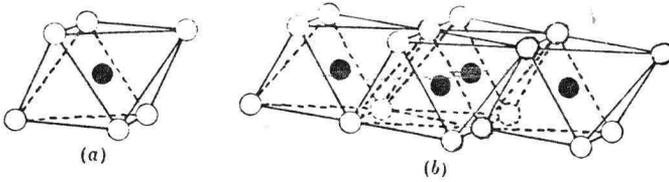


Diagrama que muestra:

- a) Unidad octaedral simple.
- b) Estructura planar de las unidades octaedrales.

FIG. B

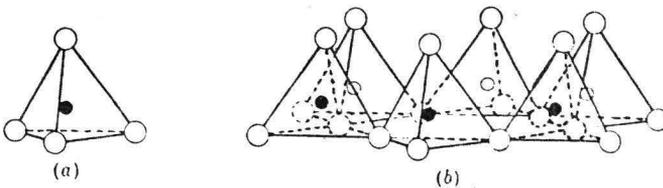


Diagrama que muestra:

- a) Tetraedro simple de sílica.
- b) Estructura planar de los tetraedros de sílica arreglados en forma de red hexagonal.

FIG. C

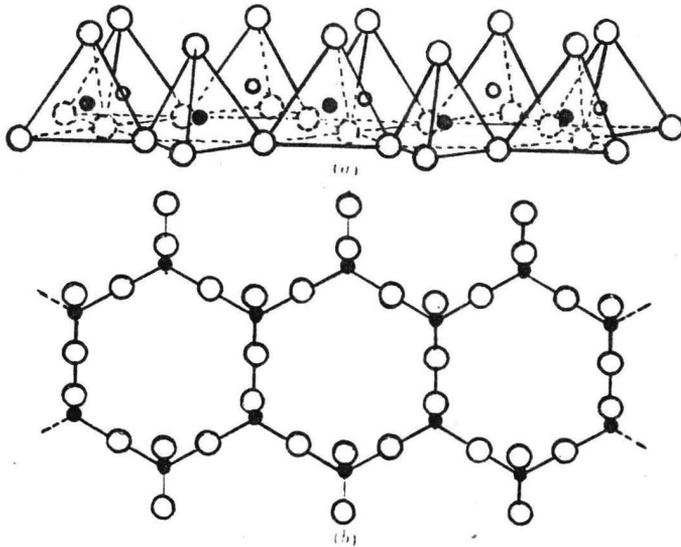


Diagrama que muestra la doble cadena de tetraedros de sílica como ocurre en el tipo de minerales arcillosos.

- a) En perspectiva
- b) Proyectadas en el plano de la base de los tetraedros.

FIG. D

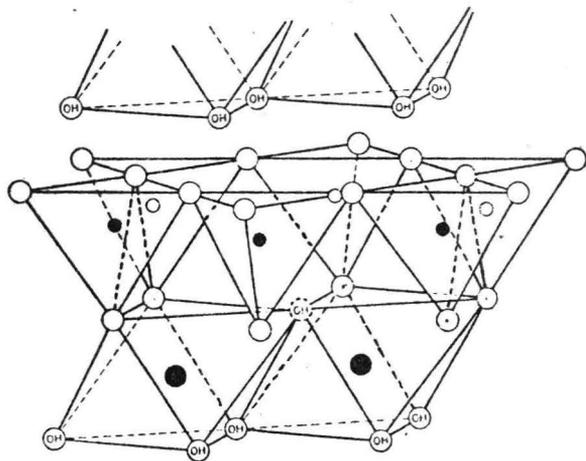


Diagrama que muestra la estructura de la capa de kaolinita, según Gruner (1932).

está presente solamente 2/3 partes de las posiciones posibles se encuentran para balancear la estructura, la cual es una estructura de gibsita, y tiene la fórmula de:  $Al_2(OH)_6$ . Cuando el magnesio está presente todas las posiciones se encuentran balanceando la estructura, la cual es la de la brucita y tiene la fórmula  $Mg_3(OH)_6$ .

La distancia común entre oxígeno y oxígeno es de 2.60 Å, y la distancia común de hidróxilo a hidróxilo es de 2.94 Å, el espacio disponible para el átomo en la coordinación octaédrica es aproximadamente de 0.61 Å. La dimensión de la unidad es de 5.05 Å en las estructuras de estas arcillas.

La segunda unidad está constituida por tetraedros de silicio. En cada tetraedro un átomo de silicio equidista de 4 oxígenos o hidroxilos necesarios para balancear la estructura, y arreglados en forma de tetraedros con el átomo de silicio en el centro.

Los grupos de tetraedros de silicio están acomodados en forma de red hexagonal, la cual es repetida indefinidamente hasta formar una lámina de composición  $Si_4O_6(OH)_4$ , figura (B). Los tetraedros están arreglados de tal forma que todos los puntos de ellos se encuentran en la misma dirección y las bases de todos los tetraedros se encuentran en el mismo plano.

La estructura fundamental de la kaolinita está compuesta por una sola lámina tetraedral de silicio y una sola lámina de alúmina octae-

dral combinadas entre sí en una unidad, de tal manera que las puntas de los tetraedros de sílica y una de las capas de la lámina octaedral forman una capa común, figura (C).

En las kaolinitas en especial su equidistancia basal es de 7 Å, su fórmula general por celdilla unitaria es:  $2(2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$  no existiendo una variedad químicamente establecida.

La composición química de los kaolines se expresa generalmente en términos de los óxidos de varios elementos como en todos los análisis de rocas.

La composición ideal de un kaolín es:

$\text{Al}_2\text{O}_3$	=	39.8%
$\text{SiO}_2$	=	46.3%
$\text{H}_2\text{O}$	=	<u>13.9%</u>
		100.0%

#### IV. Obtención

El kaolín obtenido directamente de la mina se debe procesar según el empleo que se le vaya a dar; existen dos métodos básicos de obtención que son:

- 1) Proceso de flotación neumática

2) Proceso húmedo o clasificación en suspensión de agua.

Además de los kaolines de alta calidad que se obtienen por los métodos arriba mencionados, existe un método de obtención para un kaolín con determinada textura y tamaño de partícula, consistente a grandes rasgos en lo siguiente:

- El material indicado se peptiza en agua usando pirofosfato de sodio como electrolito, el cual confiere a las partículas una carga eléctrica, guardando en suspensión las partículas más pequeñas, por lógica las más pesadas se irán al fondo. Así se separa la suspensión de kaolín coloidal, el cual puede flocularse mediante la adición de otro electrolito o aplicando un campo eléctrico, una vez hecho esto se recoge el material y se somete a lavado y secado.

### USOS EN LA INDUSTRIA FARMACEUTICA

Por muchos años el kaolín se ha usado en terapéutica intestinal por medio de preparaciones adsorbentes para combatir la irritación de los intestinos. Se ha creído que las arcillas funcionan adsorbiendo toxinas o bacterias, las cuales, se piensa son responsables de la diarrea, vómito, náuseas y calambres en varios tipos de infecciones intestinales y por la inflamación de la membrana mucosa que reviste el tubo digestivo (Goodman y Guilman, 1955).

El kaolín usado en farmacia para uso interno debe estar libre de metales pesados o de alguna otra substancia que el organismo humano no pueda tolerar. Este tipo de arcillas contienen generalmente, pequeñas cantidades de plomo, arsénico, etc.; por lo que continuamente deben analizarse para tener la certeza de que cumplen con las especificaciones indicadas.

De acuerdo con Barr (1958), la toxicidad del kaolín en si es sumamente baja. Estudios clínicos han demostrado que el kaolín es tolerado por el organismo, además de que no se ha observado que produzca efectos secundarios a las dosis terapéuticas habituales.

El kaolín usado en la industria farmacéutica, según el uso que se le vaya a dar, ha sido clasificado en 4 tipos generales, dependiendo de sus propiedades, tanto físicas, como químicas:

- 1) El kaolín usado como excipiente en la fabricación de comprimidos y

grageas, el cual confiere a estos productos características de dureza y consistencia.

- 2) El kaolín usado como principio activo por sus cualidades adsorbentes, para la fabricación de comprimidos y grageas así como en emulsiones y suspensiones. Estos productos son usados en el tratamiento de diarreas, y es empleado, tanto en seres humanos como en animales.
- 3) El kaolín usado como soporte de diferentes principios activos en medicamentos, o bien como soporte de otras sustancias químicas como por ejemplo, insecticidas para combatir plagas.
- 4) El kaolín usado en la fabricación de cosméticos.

Arcillas de varias clases, entre las que se encuentra el kaolín, han sido usadas por mucho tiempo en la preparación de pastas, ungüentos y lociones para uso externo; tal vez el más conocido de estos usos es la preparación de antiflogistina para tratar las inflamaciones.

Fisher e Ivanoff (1943) indican el uso de arcillas como el kaolín en la separación de sustancias tales como la cafeína, cantaridina y santonina en análisis toxicológicos.

## USOS GENERALES

### a) Industria Papelera

El kaolín es usado con dos propósitos en la manufactura del papel, el primero es usarlo como relleno, y el segundo para recubrir la superficie del papel conocido como proceso de satinado.

El papel es una lámina delgada compuesta de finas fibras de celulosa de alta calidad; dichas fibras son obtenidas a partir de materias primas tales como el algodón o de una gran variedad de maderas tratadas.

Una lámina de celulosa pura, presenta irregularidades en su superficie, estas deficiencias se corrigen agregando elementos tales como el almidón o rosina y por la incorporación mecánica de cargas minerales como son el carbonato de calcio, sulfato de calcio y especialmente arcillas como el kaolín; durante el proceso, las partículas minerales son atrapadas entre los espacios que quedan libres entre las fibras, proporcionándole un acabado brillante, opaco y liso.

Las especificaciones en esta industria toman muy en cuenta el color, tamaño de partícula y propiedades reológicas del kaolín usado en la fabricación del papel.

b) Cerámica

El proceso de la cerámica consiste a grandes rasgos en que una pasta preparada con arcilla mojada, a la que se le da forma convencional, se convierte, mediante la acción del calor en una substancia dura. El secreto de este fenómeno radica en que ciertas partículas de la arcilla se funden por la acción del calor y actúan como aglutinante para unir a las demás.

Las arcillas que proceden de fuentes sedimentarias suelen ser impuras pues contienen compuestos de fierro y carbonatos de calcio y magnesio. Los objetos de barro, como tejas, ladrillos y cántaros se fabrican con arcilla impura, los de loza y porcelana se hacen con arcilla pura, exenta de fierro, a la que se añade feldespato para descender la temperatura de cocción, la cantidad utilizada depende de la calidad del artículo que interesa.

Para barnizar o vidriar piezas de cerámica, con el fin de cerrar sus poros, se introduce cloruro de sodio en el horno después de haberlos cocido; a temperatura elevada (al rojo, unos 840°C), la sal reacciona con la arcilla de la superficie, se desprende ácido clorhídrico y se forman silicatos de sodio fundidos, que rellenan los poros exteriores. La loza y la porcelana se barnizan, extendiendo sobre la superficie porosa una pasta de feldespato y sílice, finamente molidos, a veces óxido de plomo, y recociendo a temperaturas elevadas.

El decorado en color se practica aplicando al material esmaltado óxidos de metales apropiados, y cociendo por tercera vez, con lo que los óxidos forman silicatos coloreados.

El material para esta industria debe llenar especificaciones de tamaño de partícula, plasticidad, cono pirométrico, comportamiento en floculación, y defloculación, y composición química, todas estas pruebas deben efectuarse antes del quemado; blancura, vitrificación, porosidad, absorción, densidad, módulo y contracción, después del quemado.

c) Adhesivos

Arcillas como el kaolín son usadas en la elaboración de una gran variedad de adhesivos con lignina, salicilato de soda, almidón latex, etc. Cada adhesivo tiene sus requerimientos particulares desde el punto de vista de la arcilla utilizada para cada caso.

El costo es, por supuesto, una consideración básica para seleccionar la arcilla, en suma, los siguientes factores pueden ser importantes dependiendo del adhesivo: poder cohesivo, color, dispersión, penetración, tersura, estabilidad, viscosidad, etc.

d) Pesticidas

Los pesticidas son sustancias químicas usadas para reducir o eliminar plagas en la agricultura y en la ganadería.

Estas substancias se obtienen altamente concentradas, por lo que para usarse requieren de diluyentes que permitan que su aplicación sea económica y efectiva. Estos pesticidas pueden obtenerse en forma de polvos, aerosoles, soluciones y emulsiones.

Los diluyentes pueden ser líquidos o sólidos. Por las propiedades físicas y el bajo costo de ciertas arcillas del kaolín, son aprovechadas para ser usadas como diluyentes en la fabricación de pesticidas en forma de polvo o en aerosoles, los cuales usan más o menos del 1-20% de substancia activa por 80-99% de diluyente.

e) Hule

El kaolín se usa como material de relleno en la industria de los plásticos, esta substancia se considera importante ya que proporciona propiedades reforzantes y aumenta considerablemente la resistencia a la tensión.

f) Industria Textil

Se usa junto con otros muchos productos para dar peso y apresto a la tela.

El kaolín usado para este propósito debe ser completamente blanco, estar libre de arena de grano muy fino, libre de carbonato de calcio y solo puede contener huellas de fierro.

ESPECIFICACIONES DEL KAOLIN FARMACEUTICO

I	Descripción	Polvo blanco o blanco amarillento
II	Solubilidad	Pase la prueba
III	Identificación	Positiva
IV	Pérdida por calcinación	Máximo 15%
V	Pérdida por secado	Máximo 1.5%
VI	pH	Entre 6.5 y 8
VII	Cloruros	Máximo 400 p.p.m.
VIII	Sulfatos	Máximo 600 p.p.m.
IX	Carbonatos	Pase la prueba
X	Arsénico	Máximo 2 p.p.m.
XI	Calcio, magnesio	Máximo 0.04% calculado como Ca.
XII	Fierro	Máximo 20 p.p.m.
XIII	Metales pesados	Máximo 30 p.p.m.
XIV	Componentes solubles en ácidos	Máximo 1%
XV	Capacidad de absorción	Mínimo 10 mg. de azul de metileno

ESPECIFICACIONES DEL KAOLIN FARMACEUTICO

XVI	Poder cohesivo	Pase la prueba
XVII	Finura y tamaño de las partículas	99.99% pase por tamiz No. 200
XVIII	Partículas gruesas	Máximo 0.05%
XIX	Partículas de diámetro mayor de 10 micras	Más de 1.0086 g/ml.
XX	Partículas de diámetro mayor de 3 micras	Más de 1.0063 g/ml.
XXI	Velocidad de sedimentación	2 horas máximo 99 ml. 24 horas máximo 87 ml.
XXII	Prueba de la yodocloroquinoleína	Pase la prueba

## MÉTODOS DE ANALISIS

### I Descripción

Polvo blanco o ligeramente amarillento, fino al tacto, de sabor ligeramente astringente, inodoro, exento de toda materia extraña, como son restos de insectos o materias vegetales.

### II Solubilidad

Es insoluble en agua, en ácidos diluidos fríos y en soluciones de hidróxidos alcalinos.

### III Identificación

Mézclense en un crisol de platino (si se carece de él puede utilizarse uno de níquel) 1.0 g. de kaolín con 2 g. de hidróxido de sodio y se calienta con el mechero hasta que se funda, la mezcla así obtenida se deja enfriar por unos minutos, en seguida se agregan 20 ml. de agua destilada y se calienta hasta ebullición, la mezcla se filtra y el líquido que fluya se acidula con una solución de ácido clorhídrico diluido hasta obtener pH ácido al papel tornasol, nuevamente la mezcla se filtra y al filtrado se le añaden unas gotas de una solución de hidróxido de amonio o de sulfuro de amonio, de esta forma se produce un precipitado blanco gelatinoso de hidróxido de aluminio, soluble en una solución de ácido clorhídrico di-

luido, ácido acético, e hidróxido de sodio, pero insoluble en soluciones diluidas de hidróxido de amonio y en soluciones de sales de amonio.

IV Pérdida por Calcinación

En un crisol de porcelana previamente tarado y puesto a peso constante se pesa 1 g. de la muestra, se calcina en la mufla a una temperatura de 800° hasta que se haya constancia en el peso.

V Pérdida al secado

En un vaso de precipitados previamente tarado se pesa 1 g. de la muestra, se mete a la estufa a una temperatura de 110° durante tres horas hasta que haya constancia en el peso.

VI pH

A 5 g. de la muestra se le agregan 50 ml. de agua destilada, se agita la mezcla en un agitador magnético durante media hora y se lee el pH en un potenciómetro.

VII Cloruros

Dos gramos de la muestra se calientan a reflujo durante cinco minutos con 80 ml. de agua destilada y 20 ml. de una solución 2N de ácido nítrico, se enfría a 20° y se filtra, a 50 ml. del filtrado se le

agrega 1 ml. de una solución 0.1 N de nitrato de plata y al cabo de un minuto se compara el enturbiamiento con respecto a una solución que contenga 1 ml. de una solución 0.1 N de ácido clorhídrico y 10 ml. de una solución 2N y 1 ml. de una solución 0.1 N de nitrato de plata y 39 ml. de agua destilada.

#### VIII Sulfatos

Un gramo de muestra se calienta a reflujo durante cinco minutos con 20 ml. de una solución 2N de ácido clorhídrico, se enfría a 20° y la mezcla se filtra. El filtrado se trata con 30 ml. de agua y 1 ml. de una solución 0.5N de cloruro de bario y al cabo de cinco minutos es comparado el enturbiamiento producido con respecto a una solución de 1.5 ml. de una solución 0.01N de ácido sulfúrico, con 20 ml. de una solución 2N de ácido clorhídrico y 1 ml. de una solución 0.5N de cloruro de bario y 30 ml. de agua destilada.

#### IX Carbonatos

Se suspende 1 g. de muestra con 2 ml. de agua destilada y entonces se calienta hasta ebullición, se trata con 2 ml. de una solución 5N de ácido clorhídrico, no debe producirse efervescencia.

#### X Arsénico

##### Solución Tipo

Se pesan con exactitud 100 mg. de  $As_2O_3$  y se disuelven en 5 ml. de

de una solución 1 en 5 de hidróxido de sodio y se pasan a un matraz aforado de 1,000 ml.; la mezcla se neutraliza con una solución de ácido sulfúrico diluida y se agregan 10 ml. de esta solución en exceso y se lleva al volumen indicado con agua destilada hervida recientemente; se pipetea 10 ml. de esta solución y se llevan a otro matraz aforado de 1,000 ml., se agregan 10 ml. de una solución de ácido sulfúrico diluido y se lleva al volumen indicado con agua destilada hervida recientemente; la concentración así obtenida es de 1 mcg/ml = 1 p.p.m.

#### Solución de Prueba

Se pesa con exactitud 1 g. de la muestra y se le agrega 1 ml. de ácido sulfúrico concentrado, entonces se agrega 10 ml. de una solución saturada de ácido sulfuroso, la mezcla se calienta y se evapora hasta que quede libre de ácido sulfuroso y tenga un volumen de aproximadamente 2 ml. de diluye hasta 5 ml. con agua destilada.

#### Procedimiento

En los matraces de los aparatos para determinar arsénico se colocan, en uno la solución de prueba, y en el otro 2 ml. de la solución tipo (2 p.p.m.) a ambos se les adicionan 5 ml. de una solución S.R. de yoduro de potasio, 5 ml. de una solución de ácido clorhídrico estanoico y 28 ml. de agua destilada, los aparatos así preparados se dejan durante 10 minutos a temperatura ambiente y enseguida se les agrega 1.5 g. de zinc finamente dividido, los aparatos se sellan y se dejan reaccionar durante 1 hora, al cabo

de la cual los papeles indicadores de bromuro mercúrico presentan unas manchas amarillas las cuales se comparan, la mancha producida por la solución de prueba debe ser menor o igual a la producida por la solución tipo.

Esta determinación es aplicable a todos los compuestos de arsénico y debe efectuarse bajo campana de extracción ya que todos los compuestos del arsénico son tóxicos al organismo humano.

#### XI Calcio, Magnesio

Se calientan al reflujo durante 5 minutos 5 g. de la muestra con 25 ml. de una solución 2N de ácido clorhídrico, se enfrían a 20° y se filtran por un filtro de papel. El filtrado se neutraliza con una solución 2N de hidróxido de sodio, se trata con 0.5 ml. de una solución tampón, con 0.25 ml. de negro eriocromo y se titula con una solución 0.01 M de E.D.T.A. hasta el viraje de rojo violeta a azul puro.

1 ml. de E.D.T.A. 0.01 M = 0.400 mg. de Ca. ó a  
0.243 de Mg respectivamente

#### Solución Tampón

Se disuelven 350 ml. de amoníaco al 25% en peso y 54 g. de cloruro de amonio con agua hasta un volumen de 1,000 ml. (pH entre 8 y 10)

### Negro Eriocromo

Se disuelven 0.4 g. de Negro Eriocromo T en 100 ml. de alcohol; solo puede conservarse 8 días.

### XII Fierro

Se agita 1 g. de muestra con 20 ml. de una solución 0.5N de ácido acético durante 15 minutos a 20 - 25° y se filtra por un filtro de papel. A 10 ml. del filtrado claro se agregan 5 ml. de una solución 2N de ácido clorhídrico, una gota de peróxido de hidrógeno al 30% en peso y 5 ml. de una solución al 10% en peso de tiocianato de potasio y se compara la coloración que se ha producido eventualmente con una solución en blanco, preparada del mismo modo, a la que se agrega 0.1 ml. de una solución de cloruro férrico que contenga 0.1 mg. de Fe en un mililitro.

### XIII Metales Pesados

Se pesa con exactitud 0.1 g. de la muestra y se coloca en un tubo de ensayo con tapón esmerilado con capacidad de 25 ml.; se le agrega 5 ml. de solución tampón de citrato de amonio (pH entre 3 y 4) y se le agrega 1 ml. de solución de prueba de ditizona (0.001%) y se agita vigorosamente durante cinco minutos; si la coloración producida es verde, azul-verde, o azul la determinación ha terminado y se puede repetir para mayor exactitud con medio ml. de ditizona.

La prueba se hace en comparación con una solución que contenga 30 mcg/ml. de plomo (30 p.p.m.) de la cual se toma 1 ml. para la prueba.

Los mililitros de ditizona utilizados para producir el color azul o verde en el problema deben ser menores o iguales que los necesarios para producir el mismo color en un ml. de la solución tipo de plomo.

XIV Prueba específica de la Reacción con la Yodocloroxiquinoleína

Se pesan con exactitud 3 g. de la muestra, 1 g. de yodocloroxiquinoleína y se les agregan 7 ml. de agua destilada, se homogeneiza y entonces se le agrega 1 g. de E.D.T.A. se agita nuevamente y se incuba durante 7 días a una temperatura de 50° en frascos herméticamente cerrados, no se debe producir cambio en el color y mucho menos deberá producir una coloración verde.

XV Capacidad de Absorción al Azul de Metileno

Reactivos

Solución patrón de azul de metileno N.F.X.

Disuélvase 385 mg. de azul de metileno en suficiente agua destilada, llévese a un volumen de 500 ml. Déjese reposar 24 horas, fíltrese a través de un filtro de vidrio poroso.

Solución Tipo Azul de Metileno

Pásese 1 ml. de la solución patrón de azul de metileno a un matraz aforado de 500 ml. agréguese 80 ml. de ácido acético glacial y afórese con agua destilada.

Procedimiento

Transfiéranse 750 mg. de muestra a un tubo de centrifuga con tapón esmerilado de 30 ml. de capacidad; agréguese 25 ml. de solución patrón de azul de metileno, tápese y agítese vigorosamente a mano durante 2 minutos, pásese a un agitador mecánico y agítese durante 30 minutos, centrifúguese a 2,000 rpm; transfírase 1 ml. de la solución sobrenadante a un matraz aforado de 250 ml. agréguese 40 ml. de ácido acético glacial, afórese con agua destilada y mezclese.

Se determina la densidad óptica de la solución problema y de la solución tipo de azul de metileno a 670 m usando ácido acético al 16% (v/v) como testigo.

Cálculos

Miligramos de azul de metileno adsorbido por g. de kaolín:

$$\frac{(2 D_t - D_p) 6250}{275 P} = \text{mg. de azul de metileno}$$

D<sub>p</sub> = Densidad óptica de la solución tipo

D<sub>t</sub> = Densidad óptica de la muestra

P = Peso de la muestra en gramos

XVI Componentes Solubles en Acidos

Se calientan al reflujo 2 g. de la muestra durante 5 minutos con 100 ml. de solución 0.5 N de ácido clorhídrico, la mezcla se enfría hasta tenerla a 20° y se filtra por un filtro de papel. Se desechan los primeros 20 ml. del filtrado y los 50 ml. siguientes se evaporan a sequedad en el baño María.

Con el peso obtenido del residuo se calcula el porcentaje de componentes solubles en ácidos contenidos en 1 gramo de muestra.

XVII Poder Cohesivo

Se mezcla 1 g. de kaolín en una cápsula de porcelana con 1.5 ml. de agua destilada; la mezcla no debe poder verse.

XVIII Finura y Tamaño de las Partículas

El 99.95% pasa a través de un tamiz No. 325.

XIX Partículas Gruesas

5 g. de kaolín se ponen en una probeta con tapón esmerilado, de aproximadamente 3.5 cm. de diámetro y 17 cm. de largo. Se añaden 60 ml. de una solución de pirofosfato de sodio al 1%. Se mezcla y se deja en reposo durante cinco minutos. Mediante una pipeta se sacan 50 ml. introduciendo la pipeta hasta 5 c. deba-

jo del nivel del líquido. Al líquido restante se le añaden 50 ml. de agua, se agita y se deja reposar 5 minutos y se vuelven a sacar 50 ml. de la manera descrita. Esta operación se repite hasta que se hayan sacado un total de 400 ml. bajo las condiciones descritas. El líquido de la probeta se pasa a una cápsula y se evapora a baño María. El residuo, después de secarse a peso constante a 105° no debe pesar más de 25 mg

XX Partículas de Diámetro Mayor de 10 Micrones

20 g. de kaolín se pasan a una probeta de 1,000 ml. con tapón esmerilado y se añaden suficiente agua a 20° para completar 1,000 ml. Se agita fuertemente durante 2 minutos. Se deja en reposo a 20° durante 20 minutos. Mediante una pipeta se sacan 25 ml. del líquido, introduciendo la punta de la pipeta hasta 10 cm. debajo del nivel del líquido. El peso de la suspensión retirada, por ml. y a 20°, deberá ser mayor de 1.0086 g.

XXI Partículas de Diámetro Mayor de 3 Micrones

La muestra tomada en el ensayo anterior se regresa a la probeta y se vuelve a agitar fuertemente, durante 2 minutos. Se deja en reposo a 20°, 3 horas y media. Mediante una pipeta se sacan 25 ml. del líquido introduciendo la punta de la pipeta hasta 10 cm. del nivel del líquido. El peso de la suspensión retirada, por ml. a 20° deberá ser mayor de 1.0063 g.

### EVALUACION DE LOS METODOS DE ANALISIS

El kaolín coloidal utilizado en la industria farmacéutica debe reunir ciertas características dependientes del uso al que se haya destinado. Estos requerimientos se determinan por medio de especificaciones dadas; cada una de ellas con un objeto determinado.

En primer lugar se observa la descripción de la materia prima, la muestra tendrá que presentar un aspecto homogéneo, su color debe ser uniforme, debe carecer de olor, ya que puede afectar las propiedades del producto elaborado. La descripción puede darnos una idea de que las propiedades físicas cumplen con las especificaciones de nuestra muestra.

La identificación se determina detectando el aluminio contenido en el silicato de aluminio hidratado de nuestra muestra.

Las declaraciones relativas a solubilidades, no se proponen como ensayos o tipos de pureza, sino primordialmente como información requerida por los encargados de la fabricación de productos, en este caso farmacéuticos.

Se considera que la solubilidad de los compuestos farmacopéicos reviste importancia secundaria como medio de identificación o determinación de pureza habiendo que atenerse para estos fines a otras normas señaladas.

La pérdida por secado nos indica la cantidad de humedad y ó impurezas volátiles que se encuentran adsorbidas o impurificando nuestro problema.

Siendo el kaolín un silicato de aluminio hidratado, al someterlo a calcinación, pierde el agua de cristalización contenida en su molécula.

Una forma de evaluar las sales presentes es extraerlas en medio ácido.

Si nuestro kaolín va a ser utilizado en la fabricación de comprimidos o núcleos para grageas, el poder cohesivo puede afectar la dureza y la desintegración de los mismos.

La presencia de electrolitos en general, puede causar que una suspensión fabricada con ésta materia prima, se rompa, echando a perder el producto; con este objeto se determinan en nuestra muestra las pruebas para sulfatos, cloruros, carbonatos, calcio, magnesio, etc.

Para la conservación de productos farmacéuticos se utilizan por lo general derivados fenólicos; la presencia de iones metálicos, como por ejemplo, el fierro, reaccionan con los hidróxilos de los conservadores formando complejos coloridos que pueden hacer variar el aspecto y las propiedades del producto elaborado.

Algunas veces los depósitos naturales de kaolín, presentan impurezas en forma de sales de arsénico y plomo, las cuales por ser tóxicas para el organismo, es conveniente que no sobrepasen los límites de nuestras es-

pecificaciones.

Siendo una de las propiedades del kaolín que nos interesan su poder adsorbente, se lo determinamos mediante la cantidad de azul de metileno que puede adsorber.

El poder adsorbente de un kaolín depende también del tamaño de las partículas que los constituyen, ya que mientras más pequeñas sean éstas, mayor es la superficie de contacto.

La velocidad de sedimentación es importante para mantener cierto tiempo una suspensión como tal, ya que partículas pesadas de kaolín tenderán a sedimentarse más rápidamente.

## RESULTADOS EXPERIMENTALES

Muestra No.	Nombre	Descripción
1	Kaolín Coloidal N.P.	Polvo fino blanco-amarillento
2	Kaolín Clay "P"	Polvo fino blanco ligeramente grisáceo
3	Kaolín Clay "B"	Polvo fino blanco ligeramente grisáceo
4	Kaolín Coloidal	Polvo fino blanco-amarillento
5	Kaolín Farmacéutico	Polvo fino blanco ligeramente amarillento
6	Kaolín Coloidal N.F.	Polvo fino blanco-amarillento
7	Kaolín Coloidal	Polvo fino blanco-amarillento
8	Kaolín Apulco	Polvo fino blanco en terrones con vetas naranja
9	Kaolín Coloidal Importado	Polvo fino blanco-amarillento
10	Kaolín (a)	Polvo fino blanco ligeramente grisáceo
11	Kaolín Plástico	Polvo fino blanco ligeramente amarillento
12	Kaolín A. H.	Polvo fino blanco ligeramente amarillento
13	Kaolín Micronizado P	Polvo fino blanco ligeramente grisáceo
14	Kaolín Micronizado B. N.	Polvo fino blanco-amarillento
15	Kaolín (b)	Polvo fino blanco ligeramente rosado

Nota: Las anotaciones (a) y (b) corresponden al nombre del proveedor del producto.

Muestra	Cloruros Norma $\approx$ 400 p.p.m.	Sulfatos Norma = 600 p.p.m.	Carbonatos Con HCL no debe efervescer
1	P.L.P.	P.L.P.	P.L.P.
2	P.L.P.	P.L.P.	P.L.P.
3	P.L.P.	P.L.P.	P.L.P.
4	P.L.P.	N.P.L.P.	P.L.P.
5	N.P.L.P.	P.L.P.	N.P.L.P.
6	P.L.P.	N.P.L.P.	P.L.P.
7	P.L.P.	P.L.P.	P.L.P.
8	N.P.L.P.	P.L.P.	P.L.P.
9	P.L.P.	P.L.P.	P.L.P.
10	P.L.P.	N.P.L.P.	P.L.P.
11	P.L.P.	N.P.L.P.	P.L.P.
12	P.L.P.	N.P.L.P.	P.L.P.
13	P.L.P.	N.P.L.P.	P.L.P.
14	P.L.P.	N.P.L.P.	P.L.P.
15	N.P.L.P.	N.P.L.P.	N.P.L.P.

Nota: Las iniciales P.L.P. y N.P.L.P. significan Pasa la Prueba y No Pasa la Prueba.

Muestra No.	Solubilidad	Identificación
1	P.L.P.	Positiva
2	P.L.P.	Positiva
3	P.L.P.	Positiva
4	P.L.P.	Positiva
5	P.L.P.	Positiva
6	P.L.P.	Positiva
7	P.L.P.	Positiva
8	P.L.P.	Positiva
9	P.L.P.	Positiva
10	P.L.P.	Positiva
11	P.L.P.	Positiva
12	P.L.P.	Positiva
13	P.L.P.	Positiva
14	P.L.P.	Positiva
15	P.L.P.	Positiva

Nota: Las iniciales P.L.P. significan Pasa la Prueba.

Muestra No.	$\%$ Pérdida por Secado Norma $\leq$ 1.5%	$\%$ Pérdida por Calcinación Norma $\leq$ 15%
1	.3592	13.0007
2	.1118	12.1347
3	.1784	18.1393
4	.2773	13.2671
5	.2011	14.6792
6	.4476	13.0130
7	.5687	13.3604
8	.1513	25.9978
9	.3797	13.3403
10	.1162	8.4890
11	.1755	13.2640
12	.1505	8.2105
13	.2313	16.9358
14	.2793	25.5039
15	1.6524	16.0546

VELOCIDAD DE SEDIMENTACION

Muestra No.	2 horas ml. Norma $\geq$ 99 ml.	24 horas ml. Norma $\geq$ 87 ml.
1	99.5	97.0
2	63.0	44.0
3	56.0	36.0
4	99.5	96.0
5	72.0	56.0
6	99.5	96.0
7	100.0	98.0
8	47.0	38.0
9	99.5	97.0
10	48.0	28.0
11	58.0	40.0
12	58.0	35.0
13	70.0	48.0
14	63.0	41.0
15	65.0	42.0

Muestra No.	Partículas de Diámetro Mayor de 10 Micras g/ml. Norma: más de 1.0086 g/ml.	Partículas de Diámetro Mayor de 3 Micras g/ml. Norma: más de 1.0063 g/ml.
1	1.0154	1.0125
2	1.0037	1.0026
3	1.0046	1.0037
4	1.0135	1.0114
5	1.0058	1.0021
6	1.0148	1.0101
7	1.0118	1.0115
8	1.0046	1.0022
9	1.01354	1.0115
10	1.0016	1.0011
11	1.0040	1.0023
12	1.0030	1.0012
13	1.0035	1.0019
14	1.0019	1.0013
15	1.0051	1.0045

Muestra No.	Prueba de la Yodocloroxiquinoleina
1	Pasa la prueba
2	Pasa la prueba
3	Pasa la prueba
4	Pasa la prueba
5	Pasa la prueba
6	Pasa la prueba
7	Pasa la prueba
8	Pasa la prueba
9	Pasa la prueba
10	Pasa la prueba
11	Pasa la prueba
12	Pasa la prueba
13	Pasa la prueba
14	Pasa la prueba
15	Pasa la prueba

Muestra No.	Capacidad de Absorción Norma: ≤ 10 mg. de Azul de Metileno	Poder Cohesivo
1	P.L.P.	No P.L.P.
2	No P.L.P.	No P.L.P.
3	No P.L.P.	No P.L.P.
4	P.L.P.	P.L.P.
5	No P.L.P.	P.L.P.
6	P.L.P.	No P.L.P.
7	P.L.P.	P.L.P.
8	No P.L.P.	No P.L.P.
9	P.L.P.	No P.L.P.
10	No P.L.P.	No P.L.P.
11	No P.L.P.	No P.L.P.
12	No P.L.P.	No P.L.P.
13	No P.L.P.	No P.L.P.
14	P.L.P.	No P.L.P.
15	P.L.P.	No P.L.P.

Nota: Las iniciales P.L.P. y No P.L.P. significan que pasan la prueba o no pasan la prueba.

Muestra No.	Fierro Norma ≤ 20 p.p.m.	pH Norma entre 6.5.-8	Componentes Solubles en Acidos % Norma: Máximo 1%
1	No P.L.P.	7.17	1.0680
2	P.L.P.	5.55	0.7080
3	P.L.P.	6.28	1.6800
4	P.L.P.	7.00	2.6500
5	P.L.P.	8.27	14.5900
6	No P.L.P.	6.94	1.4300
7	P.L.P.	7.05	0.9000
8	P.L.P.	5.20	0.6700
9	P.L.P.	7.01	1.7000
10	P.L.P.	6.78	2.2300
11	No P.L.P.	6.76	1.7600
12	No P.L.P.	6.83	1.8500
13	No P.L.P.	8.04	2.3900
14	P.L.P.	6.60	2.5100
15	P.L.P.	8.95	17.6500

Nota: Las iniciales P.L.P. y No P.L.P. significan que pasan la prueba o no pasan la prueba.

Muestra No.	Arsénico Norma $\leq$ 2 p.p.m.	Metales Pesados Norma $\leq$ 30 p.p.m.	Calcio Magnesio Como % de CA Norma : = 0.04%
1	P.L.P.	No P.L.P.	0
2	P.L.P.	P.L.P.	0
3	P.L.P.	P.L.P.	0.0288
4	P.L.P.	P.L.P.	0
5	P.L.P.	P.L.P.	0.1280
6	P.L.P.	No. P.L.P.	0
7	P.L.P.	P.L.P.	0
8	P.L.P.	P.L.P.	0.0800
9	P.L.P.	No P.L.P.	0.4000
10	P.L.P.	P.L.P.	0
11	P.L.P.	P.L.P.	0
12	P.L.P.	P.L.P.	0
13	P.L.P.	P.L.P.	0.0960
14	P.L.P.	P.L.P.	0.0480
15	P.L.P.	No P.L.P.	0.3200

Nota: Las iniciales P.L.P. y No P.L.P. significan que pasan la prueba o no pasan la prueba.

### CONCLUSIONES

Analizando los resultados obtenidos en nuestras muestras llegamos a la conclusión que el kaolín indicado para uso en medicamentos de uso interno es la Muestra No. 7, ya que cumplió correctamente con todas las especificaciones; las otras muestras pueden utilizarse en otras industrias, como las indicadas en usos generales.

El tratamiento de los kaolines extraídos en minas mexicanas, podría efectuarse física y químicamente mediante procesos, tales como molien-  
das y tratamientos químicos, para eliminar substancias que lo contaminan y así podrían utilizarse no solo para la industria farmacéutica; sino para una gran variedad de industrias, algunas de las cuales hemos mencionado en este trabajo.

BIBLIOGRAFIA

BRITISH PHARMACOPEIA  
GENERAL MEDICAL COUNCIL  
LONDON, 1968. Pág. 538-40

EACHEVERRIA ARMENDARIZ, J. H.  
ESTUDIO PARA ANALIZAR EL KAOLIN DE LA MINA "LA GLORIA" EDO. DE GUERRERO  
TESIS  
MEXICO, 1969.

FARMACOPEA NACIONAL DE LOS ESTADOS UNIDOS MEXICANOS  
SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA PUBLICA  
2a. EDICION  
MEXICO, 1952. Pág. 104

GRIM, RALPH E.  
CLAY MINERALOGY  
MCGRAW HILL BOOK CO., INC.  
NUEVA YORK, 1968.

HUBER, J. M. CORPORATION  
KAOLIN CLAYS AND THEIR INDUSTRIAL USES  
2a. EDICION  
J. M. CORPORATION  
E. U. A. 1955.

MARTINEZ IZAGUIRRE, E. P.  
METODOS APLICABLES AL ESTUDIO DE DIEZ KAOLINES MEXICANOS  
TESIS  
MEXICO, 1970.

LADDO, R. R.  
NON METALLIC MINERALS  
McGRAW HILL BOOK CO. INC.  
NUEVA YORK, 1951.

OROZCO, R.  
EL KAOLIN EN MEXICO  
SECRETARIA DE LA ECONOMIA NACIONAL  
MEXICO, 1933.

PHARMACOPEA HELVETICA  
EDITIO QUINTA (EDITION FRANCAISE)  
CENTRALE FEDERALE DES IMPRIMES ET DU MATERIEL  
BERNE, 1949. Pág. 203

RIES H. CLAYS  
OCCURRENCE, PROPERTIES AND USES  
WILEY  
NUEVA YORK, 1958.

SEARLE, A. B. Y R. W. GRIMSHAW  
"THE CHEMISTRY AND PHYSICS OF CLAYS"  
3a. EDICION E. BENN LIMITED  
LONDON, 1961.

THE MERCK INDEX  
MERCK & CO., INC.  
SEVENTH EDITION  
RAHWAY  
N. J. U. S. A. 1960. Pág. 587

THE NATIONAL FORMULARY  
THIRTEENTH EDITION  
AMERICAN PHARMACEUTICAL ASSOCIATION  
WASHINGTON, D. C. 1970. Pág. 387-8

THE UNITED STATES PHARMACOPEIA  
SEVENTEENTH REVISION  
MACK PUBLISHING CO.  
EASTON PASADEN, 1965. Pág. 868.

ULACIA E. RAMON  
KAOLIN COLOIDAL DE USO INTERNO (2-PGF/64)  
REVISTA DE LA SOCIEDAD QUIMICA DE MEXICO  
JULIO-AGOSTO 1964.

VILLASEÑOR CABRAL, M. G.  
DETERMINACION ESPECTROGRAFICA DE PLOMO Y ARSENICO EN KAOLINES  
Y TALCOS MEXICANOS.  
TESIS  
MEXICO, 1966.

Doy las gracias al Ing. Alberto Obregón por haberme dirigido este trabajo y a la compañía CIBA-GEIGY MEXICANA, en especial al Ing. Hans von Mohr, por haberme facilitado el desarrollo de ésta, en estos Laboratorios.