



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE
MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

TESIS

ANÁLISIS DE LAS MATERIAS PRIMAS:

ACEITE DE MAÍZ Y ACEITE DE RICINO. DESARROLLO
DE DOS PRÁCTICAS COMO PROPUESTA PARA EL
LABORATORIO DE ANÁLISIS DE MEDICAMENTOS.

CLAVE 1705.

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

QUÍMICA FARMACÉUTICA BIÓLOGA

PRESENTA

LORELAY CHANTAL CAHUICH TREJO



CIUDAD DE MÉXICO.

2018



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.

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: **Profesor:** GEORGINA MARGARITA MAYA RUIZ

VOCAL: **Profesor:** JUAN MANUEL RODRÍGUEZ

SECRETARIO: **Profesor:** ENRIQUE AMADOR GONZÁLEZ

1er. SUPLENTE: **Profesor:** NATIVIDAD GARCÍA ESCAMILLA

2° SUPLENTE: **Profesor:** MARÍA EUGENIA IVETTE GÓMEZ SÁNCHEZ

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

Laboratorio 1E

Facultad de Química

Universidad Nacional Autónoma de México

ASESOR DEL TEMA:

Q.F.B. GEORGINA MARGARITA MAYA RUIZ

SUSTENTANTE:

LORELAY CHANTAL CAHUICH TREJO

ÍNDICE

Página.

CAPÍTULO 1.

1. Introducción.	1
-----------------------	---

CAPÍTULO 2.

2. Objetivos.	2
--------------------	---

CAPÍTULO 3

3. Generalidades.	3
3.1. Aceites, grasas y mantecas	6
3.1.1. Aceite de maíz.	7
3.1.2. Aceite de ricino.	9
3.1.3. Instrumentos y parámetros.	11
3.1.3.1. Solubilidad.	11
3.1.3.1.1. Disolvente.	12
3.1.3.1.2. Solvente.	12
3.1.3.2. Densidad relativa.	12
3.1.3.2.1. Picnómetro.	14
3.1.3.3. Índice de acidez.	14
3.1.3.4. Índice de refracción.	15
3.1.3.4.1. Refractómetro de Abbe.	16
3.1.3.5. Rotación óptica.	16
3.1.3.6. Determinación de agua.	17
3.1.3.6.1. Reactivo de Karl-Fischer.	18
3.1.3.6.2. Acuómetro.	19

CAPÍTULO 4.

4. Monografías.	
4.1. Aceite de maíz.	20
4.1.1. Desarrollo experimental	22
4.1.1.1. Descripción.	22
4.1.1.2. Solubilidad.	23
4.1.1.3. Densidad relativa.	28
4.1.1.4. Índice de refracción.	32

4.1.1.5.	Índice de acidez.	34
4.1.1.6.	Determinación del contenido de agua.	43
4.1.1.7.	Análisis de resultados	48
4.1.1.8.	Conclusiones.....	48
4.2.	Aceite de Ricino.	49
4.2.1.	Desarrollo experimental	51
4.2.1.1.	Descripción.	51
4.2.1.2.	Solubilidad.	52
4.2.1.3.	Densidad relativa.	56
4.2.1.4.	Rotación óptica.	60
4.2.1.5.	Índice de refracción.	62
4.2.1.6.	Índice de acidez.	64
4.2.1.7.	Determinación del contenido de agua.	74
4.2.1.8.	Análisis de resultados.	79
4.2.1.9.	Conclusiones.	79
CAPÍTULO 5.		
5.	Análisis de resultados.	80
6.	Conclusiones.	80
7.	Acrónimos.....	82
8.	Bibliografía.	84
CAPÍTULO 6.		
9.	Anexo I.	86
9.1.	Propuesta protocolo.	
9.1.1.	Análisis de una materia prima: Aceite de Maíz.	87
1.	Objetivo general.	87
1.1.	Objetivos particulares.	87
2.	Antecedentes.	87
3.	Procedimiento experimental.	89
3.1.	Descripción.	89
3.2.	Solubilidad.	90
3.3.	Densidad relativa.	93
3.4.	Índice de refracción.	96

3.5. Índice de acidez.	99
3.6. Determinación del contenido de agua.	108
9.1.2. Análisis de una materia prima: Aceite de Ricino.....	114
1. Objetivo general.	114
1.1. Objetivos particulares.	114
2. Antecedentes.	114
3. Procedimiento experimental.	116
3.1. Descripción.	116
3.2. Solubilidad.	117
3.3. Densidad relativa.	120
3.4. Rotación óptica.	123
3.5. Índice de refracción.	125
3.6. Índice de acidez.	138
3.7. Determinación del contenido de agua.	136
10. Anexo II	
10.1. Manual de operación del Karl-Fischer.	143

CAPÍTULO 1.

1. Introducción.

La asignatura de Análisis de Medicamentos en el plan de estudios de la carrera de Química Farmacéutica Biológica es de carácter obligatorio, es teórico-práctica y el laboratorio cuenta con una base de prácticas, cada semestre los profesores eligen de este compendio las prácticas que realizarán durante el semestre en curso.¹

El objetivo del laboratorio de la asignatura es integrar y aplicar los conocimientos obtenidos a lo largo de la carrera, (analíticos, químicos y microbiológicos) para evaluar la calidad de los medicamentos, aplicar de manera correcta los procedimientos descritos en las farmacopeas y las normas oficiales para estas evaluaciones, además de realizar las prácticas siguiendo las Buenas Prácticas de Laboratorio y de documentación.¹

El motivo de este trabajo es adicionar dos prácticas más a la base de prácticas de la asignatura para así brindar más opciones de prácticas al curso, y conocimientos a los alumnos que ayudarán a su vida laboral.

La razón por el cual se eligieron el aceite de maíz y el aceite de ricino, para realizar los análisis, es por qué los análisis indicados en la farmacopea señalan parámetros como índice de acidez, porcentaje de agua, índice de refracción y rotación óptica, para no solo determinar la calidad del aceite, sino también para identificarlo.

La realización de estas dos prácticas cumple con las características necesarias para ser realizadas en el laboratorio 1E durante el curso de análisis de medicamentos, considerando reactivos y material de vidrio. Además de ser consideradas prácticas verdes, lo que quiere decir que generan pocos residuos y estos pueden ser tratados para utilizarse nuevamente y en los casos que no puede ser así, los residuos son mínimos y su tratamiento no implica mayores gastos para el tratamiento de estos, ambos aceites son económicos y se necesitan en pocas cantidades para realizar su análisis por lo que el comprarlas también resulta económico.

¹ <https://quimica.unam.mx/wp-content/uploads/2017/03/1705AM.pdf>

CAPÍTULO 2.

2. Objetivos.

- ∂ Realizar el análisis de dos materias primas: aceite de maíz y aceite de ricino, siguiendo los métodos indicados tanto en la Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos segunda edición, así como en la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos undécima edición.

- ∂ Determinar tiempo, material, equipo e instrumentos necesarios para la realización de estos análisis en el laboratorio.

- ∂ Realizar con la ayuda de la Unidad de Gestión Ambiental (UGA), la elaboración de diagramas de flujo con la identificación de residuos y establecer el tratamiento correcto para estos.

- ∂ Adicionar las prácticas propuestas en el manual de prácticas de la asignatura Análisis de Medicamentos siguiendo el formato establecido.

CAPÍTULO 3

3. Generalidades.

El gobierno de los Estados Unidos Mexicanos, se encuentra conformado por tres poderes: ejecutivo, legislativo y judicial. Teniendo cada uno de ellos, una función específica, así al legislativo le compete la creación de las leyes, al judicial la aplicación de estas y al ejecutivo la administración de los recursos públicos.²

A su vez cada poder tiene diferentes dependencias, instauradas con el objetivo de mejorar sus funciones, existiendo dependencias centralizadas y descentralizadas, estas se desprenden de las centralizadas, sin embargo tienen autonomía de recursos y operación, en consecuencia, están facultadas para crear normas, reglamentos y manuales de procedimientos.²

Siendo el poder ejecutivo el encargado de la atención de la salud pública, delega esa función en la Secretaría de Salud, quien se encarga principalmente de prevenir las enfermedades y promocionar la salud entre la población.

La Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios (COFEPRIS) es un organismo descentralizado que depende de la Secretaría de Salud. La COFEPRIS emite Normas y Reglamentos, que ayudan a regular la investigación, fabricación, distribución, venta e incluso, la publicidad de los medicamentos, así como, de los cosméticos, entre otros.³

Entre las normas que emite se encuentran las Normas Oficiales Mexicanas (NOM), estas son de carácter obligatorio, por lo que todo aquel que investigue, fabrique, distribuya, venda o publique sobre medicamentos o productos de belleza, deberá observarlas.

La Secretaría de Salud creó e implementó el uso de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, (FEUM) para así regular tanto los medicamentos como las materias primas, con

² Sistema político mexicano. Omar Bandela Fonseca. Red tercer Milenio. Primera edición. México, 2012.

³ Reglamento de la Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios

el cumplimiento de los métodos generales de análisis, y siguiendo las Buenas Prácticas de Laboratorio se puede determinar que las materias primas cumplen con los requerimientos de calidad para la fabricación de los medicamentos, mientras que realizando los análisis con los medicamentos, se determina que cumplen con la calidad necesaria para su distribución, venta y consumo.

La FEUM es un documento que “consigna los métodos generales de análisis y los requisitos sobre identidad, pureza y calidad de los fármacos, aditivos, medicamentos, productos biológicos y biotecnológicos”⁴. La 11° edición es la vigente y esta es la que se debe de cumplir, cabe aclarar que toda empresa que produzca cualquier insumo tanto farmacéutico, como cosmético debe contar con la 11° edición, así como realizar cualquier tipo de análisis bajo los métodos generales de análisis publicados dentro de la FEUM.

A partir de la 9° edición, la FEUM no incluye los productos herbolarios los cuales se encuentran en la primera edición de la Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos (FHEUM). La FHEUM “consigna los métodos generales de análisis y especificaciones técnicas que deberán cumplir las plantas y los derivados de ellas que se utilicen en la elaboración de medicamentos, remedios herbolarios y cosméticos”⁵.

Actualmente la segunda edición de la FHEUM es la vigente. Al igual que la FEUM, toda empresa que utilice algún producto debe contar con la edición vigente para realizar los análisis adecuados. La segunda edición cuenta también con los métodos generales de análisis provenientes de la FEUM que se utilizan para el análisis de los productos herbolarios. ⁴

Ahora bien, para la regulación tanto de cosméticos como de medicamentos, no solo rigen la FEUM, la FHEUM y las NOM, sino también las leyes competentes, como la Ley General de Salud (LGS) y el Reglamento de Insumos para la Salud (RIS).

⁴ <http://www.farmacopea.org.mx/inicio.php>

⁵ <http://www.farmacopea.org.mx/publicaciones.php?m=3&sb=5&f=0>

Para el cumplimiento de todos estos, debe quedar claro que ninguno puede ir en contra de la Constitución de los Estados Unidos Mexicanos, que es la carta Magna de nuestro país. Por lo que el cumplimiento de estas disposiciones se rige por el orden jerárquico de estos. Se muestra en la imagen 1, la posición de estos documentos quedando en la punta de la pirámide la Constitución de los Estados Unidos Mexicanos. ²

Imagen 1. Pirámide jerárquica de las leyes aplicables a los medicamentos y cosméticos.



Sistema político mexicano. Omar Bandela Fonseca. Red tercer Mienio. Primera edición. México, 2012.

En cualquier proceso de fabricación desde las materias primas hasta la venta y distribución, incluyendo la publicidad y el etiquetado se debe cumplir con las Normas que apliquen, así como con la Ley General de Salud, sin embargo en el proceso de análisis se debe cumplir con las Buenas Prácticas de Laboratorio y de Documentación, en el proceso de fabricación debe cumplir con las Buenas Prácticas de Manufactura. Si se cumple con lo anterior se puede ofrecer al consumidor productos que cumplan y garanticen su eficacia.

El presente trabajo se realizó siguiendo los análisis establecidos en la FEUM y la FHEUM para las materias primas: aceite de maíz y aceite de ricino, siguiendo las Buenas Prácticas

de Laboratorio y de Documentación, con el fin de generar otras propuestas para los alumnos que cursan Análisis de medicamentos.

Se seleccionaron estos dos aceites, ya que tienen relevancia para la industria cosmética y farmacéutica utilizándose como materias primas para la creación de diferentes productos como son: shampoo, cremas, mascarillas, vehículo para soluciones inyectables entre otros.

3.1. Aceites, grasas y mantecas

Los lípidos son un grupo importante de moléculas para los seres vivos, así como los carbohidratos y las proteínas. Los lípidos se caracterizan entre otras cosas por su solubilidad, siendo solubles en disolventes orgánicos y muy poco solubles en agua.⁶

Los lípidos son fundamentales para la vida, por tal motivo todo ser vivo cuenta con ellos, dentro de cada célula de los organismos se encuentran, formando diferentes moléculas necesarias para la vida.⁶

Existen lípidos de origen animal (ej. manteca) y origen vegetal (ej. aceite de oliva). Además de la clasificación por su origen los lípidos se dividen en grasas y aceites, esta división consiste en su consistencia a temperatura ambiente, si son sólidos se les denominan grasas y si son líquidos se denominan aceites; sin embargo ya que la temperatura ambiente es muy variable, se considera a los aceites cuando son de origen vegetal y las grasas cuando son de origen animal.⁶

“Tanto en grasas como aceites, los lípidos contienen dentro de los triglicéridos los ácidos grasos (fundamentalmente palmítico, esteárico, oléico y linoleico), cuyas cantidades influyen en sus propiedades físicas y químicas”.⁷

Dependiendo de la composición de los aceites y las grasas, estos tendrán diferentes características y por lo tanto diferentes aplicaciones, dentro de estas, destacan como parte

⁶ Química de los Alimentos. Salvador Badui Dregal.

⁷ Toxicología alimentaria. Ana María Cameán, Manuel Repetto. Editorial Díaz de Santos. 2012. Pp. 516-519.

fundamental de la alimentación, como materias primas para medicamentos y cosméticos. De acuerdo a esto se conocen los beneficios que otorgan, cómo utilizarlos y para qué.⁷

En este trabajo se mencionan los aceites, que cómo ya se mencionó son lípidos líquidos, solubles en disolventes orgánicos y de origen vegetal. Por lo que dependerá de estas características, como se utilizarán, así como en qué productos se ocuparán y sobre todo que proceso se debe seguir, desde su extracción hasta su almacenamiento.

3.1.1. Aceite de maíz.

El maíz tiene una gran relevancia para nuestro país, ya que desde la antigüedad se conocía por sus propiedades alimenticias, y se consideró la base de la alimentación. Los mexicas dentro de su religión creían que el dios del maíz era hijo de la diosa madre, por lo que era uno de sus dioses más venerados.⁸

Antes de la llegada de los españoles, el maíz tenía diversos usos aparte de la alimentación, los curanderos pronosticaban las enfermedades con ayuda de los granos de maíz, a su vez dependiendo de la enfermedad se realizaban diferentes curaciones, con las diversas partes del maíz.⁸

En la actualidad se continúa utilizando el maíz para curar padecimientos digestivos (dolor de estómago, estreñimiento, pujo y vómito). En lo que concierne al aceite de maíz se le atribuyen propiedades digestivas y diuréticas.⁸

Se realizan diferentes estudios farmacológicos con el maíz, en animales. En estos estudios se ha observado que el aceite de maíz, induce la producción de diversas enzimas, así como la disminución de otras. Se administró aceite vía intraperitoneal en ratones, observándose una actividad antimutagénica, administrado vía intragástrica se observó disminución de colesterol sérico.⁸

⁸ <http://medicinatradicionalmexicana.unam.mx/monografia.php?l=3&t=Ma%C3%ADz&id=7592>

El aceite de maíz sirve como materia prima tanto para productos farmacéuticos como para productos cosméticos. En los productos farmacéuticos, se debe conocer el principio activo, y la forma farmacéutica que se requiere, con la finalidad de saber que materias primas se deben utilizar, por ejemplo el aceite de maíz se emplea en la formulación de un inyectable, también se utiliza como lubricante y en el área cosmética tiene muchas aplicaciones como lubricante, cremas, shampoos y otros. Otorgando propiedades de suavidad en estos productos.⁹

Para la extracción del aceite de maíz, se utilizan las semillas, ya que estas cuentan con un porcentaje de aceite del 8% al 80%, el proceso inicia con el almacenamiento de las semillas, los tanques donde se almacenan las semillas deben que tener un flujo de aire para ir disminuyendo la humedad, así como un regulador de temperatura, la humedad debe llegar a un 17%, para evitar la germinación. Una vez que comienza el proceso de extracción es necesario llevar a cabo una separación de las semillas, separando las que pudieran tener algún problema, (dañadas por plagas, o bien que ya hayan iniciado su proceso de germinación). Después de la separación, se realiza una maceración, una desodorización y un desgerminador. Se realiza un lavado y limpieza. Posterior a esto se realiza un prensado obteniéndose aceite de maíz crudo; se extrae el aceite de maíz con solventes, éste se destila obteniendo aceite de maíz crudo; al final este aceite de maíz tiene una serie de pasos para refinar el aceite y éste se envasa y se vende.¹⁰

Por todo el proceso que se realiza desde la selección de las semillas que se van a almacenar hasta el proceso de destilación, la calidad del aceite puede ser afectada, ya que inicia por la calidad de las semillas, el almacenaje debe ser adecuado, mantener las condiciones necesarias dentro de este. Se han realizado estudios para determinar cómo estos pasos afectan la calidad del aceite, sobre todo durante el almacenamiento, determinando las mejores calidades de almacenamiento de las semillas para la obtención de un aceite de mayor calidad.¹¹

⁹ Extracción de aceites de Germen de Maíz (*Zea Mays L.*) usando CO₂ supercrítico. Jorge Andrés González Cruz, Karen Giovanna Aramburo de la Cruz.

¹⁰ http://www.alimentosargentinos.gob.ar/contenido/sectores/aceites/productos/Maiz/2001/Aceite_Maiz_01.pdf

¹¹ https://scielo.conicyt.cl/scielo.php?pid=S0718-07642009000400004&script=sci_arttext

Composición de la fracción de ácidos grasos del aceite de maíz:¹²

Ácidos grasos saturados de longitud de cadena inferior a C ₁₆	No más de 0.6 por ciento.
Ácido palmítico	Entre 8.6 por ciento y 16.5 por ciento.
Ácido esteárico.	No más de 3.3 por ciento
Ácido oleico	Entre 39.4 por ciento y 65.6 por ciento
Ácido linoleico	Entre 12.3 por ciento y 43.0 por ciento
Ácido linolénico	Entre 0.5 por ciento y 1.5 por ciento
Ácido araquídico	No más de 0.8 por ciento
Ácido icosenóico	No más de 0.5 por ciento
Ácido behénico	No más de 0.5 por ciento
Otros ácidos grasos	No más de 0.5 por ciento

3.1.2. Aceite de ricino.

El aceite de ricino proviene de una planta llamada *Ricinus communis* L. esta planta es originaria de Etiopía sin embargo en la actualidad el principal exportador del aceite de ricino es la India, desde la antigüedad los egipcios la utilizaban como remedio para limpiar el interior del cuerpo y eliminar sus alteraciones.¹³

En la actualidad el aceite de ricino sirve como un laxante este es considerado seguro por la FDA, la FAO y la OMS, la dosis para un adulto va de 0 a 0.7 mg/kg, este aceite solo debe administrarse de manera hospitalaria ya que es un purgante muy fuerte. El aceite de ricino se hidroliza en el intestino delgado, liberando ácido ricinoleico y este irrita la mucosa intestinal provocando un incremento peristáltico. Además de laxante en la industria farmacéutica se utiliza como vehículo en preparados inyectables.¹³

¹² Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos. Segunda edición.

¹³ Aceites Vegetales con actividad terapéutica II. María Emilia Carretero Accame.

En la industria cosmética se usa como agente acondicionador, tanto para la piel, como el cabello, sirve como estabilizante de emulsiones, por su alto nivel de acondicionamiento se utiliza en labiales. ¹³

La FEUM indica que el aceite de ricino debe ser obtenido por expresión en frío, esto se realiza primero realizando un descascarado a las semillas, posteriormente se llevan a una máquina de prensado cuidando que la temperatura no supere los 45 °C aquí se obtiene el aceite esencial de las semillas que se filtra y se envasa para su comercialización, posteriormente la torta obtenida por este proceso puede ser tratada con un disolvente (como hexano) para obtener aceite, sin embargo este aceite ya no conserva la misma calidad del aceite esencial y tiene que tener un proceso de purificación para poder ser comercializado. ¹⁴

Composición de la fracción de ácidos grasos del aceite:¹²

Ácido palmítico	No más del 2.0 por ciento
Ácido esteárico.	No más de 2.5 por ciento
Ácido oleico e isómeros	Entre 2.5 por ciento y 6.0 por ciento
Ácido linoleico	Entre 2.5 por ciento y 7.0 por ciento
Ácido linolenico	No más de 1.0 por ciento
Ácido icosenoico	No más de 1.0 por ciento
Ácido ricinoleico	Entre 85.0 por ciento y 92.0 por ciento
Cualquier otro ácido graso	No más de 1.0 por ciento

¹⁴ Extracción y caracterización fisicoquímica de aceite fijo obtenido por expresión de 5 especies nativas y cultivadas en Guatemala. Iris María José Sánchez Paz, Marcela del Rosario Figueroa Barrera.

3.1.3. Instrumentos y parámetros.

3.1.3.1. Solubilidad.

La solubilidad es la propiedad por la cual un solvente es disuelto, formando así una mezcla homogénea, para llegar a esta es necesario conocer las cualidades tanto del disolvente como del soluto. Hay diferentes grados de solubilidad dependiendo de la cantidad de disolvente necesario para solubilizar el soluto.¹⁵

La solubilidad puede ser alterada por la temperatura y la presión, por lo que para realizar las pruebas es necesario controlarlos para que el resultado no se vea afectado.¹⁵

Tabla 1. Análisis comparativo de las FEUM 9°, 10° y 11° ediciones.

	FEUM 9°	FEUM 10°	FEUM 11°
TÉRMINO	Partes de disolvente en volumen requerido para una parte de soluto	Partes de disolvente en volumen requerido para una parte de soluto	Partes de disolvente en volumen requerido para una parte de soluto
Muy soluble	Menos de una parte	Menos de una parte	Menos de una parte
Fácilmente soluble	De 1 a 10 partes	De 1 a 10 partes	De 1 a 10 partes
Soluble	De 11 a 30 partes	De 11 a 30 partes	De 11 a 30 partes
Ligeramente soluble	De 101 a 1000 partes	De 31 a 100 partes	De 31 a 100 partes
Poco soluble	De 31 a 100 partes	De 101 a 1000 partes	De 101 a 1000 partes
Muy poco soluble	De 1001 a 10000 partes	De 1001 a 10000 partes	De 1001 a 10000 partes
Casi insoluble	Más de 10000 partes	Más de 10000 partes	Más de 10000 partes

En la monografía del soluto a analizar, la farmacopea señala el solvente así como el término que aplica, por lo que para realizar el análisis, se toma una parte del soluto, y las partes indicadas en la tabla de solubilidad (se encuentra en el apartado de generalidades) del solvente, se mezcla vigorosamente por 30 segundos, en intervalos de 5 minutos, se repite

¹⁵ Química. Raymond Chang, Kenneth A. Goldsby. Mc Graw Hill.

la mezcla, si aún se observa la separación de soluto y el disolvente se agrega el máximo de partes del disolvente indicado en el término y se vuelve a mezclar. Si en un tiempo máximo de 30 minutos no se obtiene una mezcla homogénea el soluto no cumple con la clasificación indicada.

3.1.3.1.1. Disolvente.

Es la sustancia en una mezcla homogénea que se encuentra en mayor proporción, comúnmente se cree que son sustancias líquidas a temperatura y presión ambiente, sin embargo puede ser cualquier sustancia líquido, o gas capaz de disolver otra sustancia.¹⁵

Los disolventes se dividen en dos, los acuosos son aquellos que son dipolos, la molécula tiene una parte positiva y una negativa. Los no acuosos son los que las moléculas no tienen cargas.¹⁵

3.1.3.1.2. Solvente.

Es la sustancia que en la mezcla homogénea se encuentra en menor proporción, este puede ser sólido, líquido o gas. Esta sustancia tiene características particulares, y para su solubilidad es necesario conocerlas para saber con qué tipo de disolvente es soluble.¹⁵

3.1.3.2. Densidad relativa.

La densidad es una relación entre masa y volumen. La densidad relativa, es aquella masa que tiene una sustancia, en este caso el aceite en relación al agua, esta se determina en un volumen igual y a la misma temperatura, para mantener las condiciones lo más parecidas posibles para así asegurar que es el mismo volumen.¹⁶

Lo más común es que al realizarse este parámetro en aceites, ya que son líquidos a temperatura ambiente, este parámetro se realiza a 20°C a menos que la monografía indique otra cosa. Al realizar este parámetro, es necesario enfriar el agua y el aceite, para que al llenar el picnómetro esté a una temperatura menor, así se garantiza que una vez que se lleve la muestra y el agua a la temperatura, requerida, ambas muestras ocuparán el mismo volumen dentro del picnómetro.¹⁶

Realizando el pesado tanto del aceite como del agua y realizando los cálculos se obtiene la densidad relativa del aceite, respecto al agua.¹⁶

Para la medición de la densidad relativa la farmacopea el procedimiento a seguir, se encuentra en el MGA 0251 y viene la verificación y el procedimiento para la muestra.¹⁶

Verificación del picnómetro. Efectuar la calibración a 20°C. Ensamblar y pesar el picnómetro vacío y seco en una balanza analítica, registrando la masa en gramos, hasta la cuarta cifra decimal.

Retirar la tapa del tubo capilar y el tapón esmerilado con el termómetro. Llenar el picnómetro con agua purificada recientemente hervida y enfriada a 20°C. Colocar el tapón esmerilado con el termómetro adaptado cuidadosamente y dejar que el exceso de agua salga por el tubo capilar.

Verificar que no haya burbujas en el interior del cuerpo del picnómetro y del capilar. Colocar el picnómetro lleno y ensamblado, pero sin tapa, en un baño a 20°C. El nivel de agua del baño, quedará arriba de la marca de graduación del picnómetro. Al equilibrar el sistema a 20°C, ajustar el volumen del tubo capilar, de tal manera que el menisco del líquido quede tangente al aforo. Secar muy bien el exterior con papel absorbente, hasta que no queden gotas ni rastro de humedad, tener especial cuidado con la base del ramal y en la comisura de la junta del tapón esmerilado con el cuello del cuerpo. Registrar la masa hasta la cuarta cifra decimal.

Procedimiento. Las mediciones se realizarán a la temperatura indicada en la monografía individual. En caso contrario realizar las mediciones a 20°C. Proceder como se indica en Verificación del picnómetro, sustituyendo el agua por la muestra.¹⁶

¹⁶ Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, Undécima Edición.

Tabla 2. Análisis comparativo de las FEUM 9°, 10° y 11°.

FEUM 9°	FEUM 10°	FEUM 11°
No señala a que temperatura se debe realizar	Señala que el análisis se realiza a 20 °C	Señala que el análisis se realiza a 20 °C
Solo maneja un método.	Maneja dos métodos	Maneja dos métodos.
Describe como se debe limpiar el picnómetro.	Para limpiar el picnómetro te dirige a “limpieza de material de vidrio, Capítulo de Generalidades.”	Para limpiar el picnómetro te dirige a “limpieza de material de vidrio, Capítulo de Generalidades.”

3.1.3.2.1. Picnómetro.

El picnómetro es un instrumento, generalmente de vidrio, con un volumen específico, cuenta con un tapón esmerilado y un termómetro que se ajusta, para así poder medir la temperatura al momento de realizar la determinación, ya que la densidad depende de la temperatura.

Se utiliza para obtener la densidad relativa, para esto se pesa el picnómetro vacío, el picnómetro con la muestra y el picnómetro con agua, con estos tres datos se realizan los cálculos necesarios, comparando el peso del agua (sin el picnómetro) y el peso de la muestra (sin el picnómetro) y realizando una división se obtiene la densidad relativa.

3.1.3.3. Índice de acidez.

La determinación del índice de acidez señala, la cantidad de hidróxido de sodio o hidróxido de potasio 0.1N requerido para neutralizar los ácidos grasos libres en 10 g de la muestra, dichos ácidos grasos libres son respecto al ácido oleico, esto quiere decir que se van a neutralizar todos los ácidos grasos menos el oleico, esto por el número de insaturaciones.¹⁷

¹⁷www.molidelavallmajor.es/es/aceite-de-oliva-vigen-extra/parametros-fisicoquimicos.

El índice de acidez también es conocido como la rancidez del aceite, el proceso de rancidez comienza desde la obtención del aceite, ya que los ácidos grasos libres reaccionan con el oxígeno formando peróxidos, esta oxidación es acelerada por la temperatura, la humedad, la luz y el calor, por lo que el almacenamiento se debe realizar en buenas condiciones para así retardar este proceso. ¹⁷

Los peróxidos que se forman de este proceso, son aquellos que producen un mal sabor, olor e incluso color, por lo que mientras menor sea este índice de acidez mejor será la calidad del aceite, por tanto es importante que sea lo menor posible. ¹⁸

Para la determinación del índice de acidez del aceite suceden las siguientes reacciones:

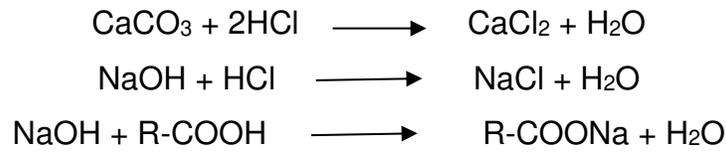


Tabla 3. Análisis comparativo de índice de acidez.

FEUM 9°	FEUM 10°	FEUM 11°
Solo menciona que se realiza con hidróxido de potasio.	Se puede realizar con hidróxido de potasio e hidróxido de sodio	Se puede realizar con hidróxido de potasio e hidróxido de sodio
No indica en que concentración se necesita el hidróxido de potasio.	Indica que el hidróxido de sodio o hidróxido de potasio debe ser 0.1 M	Indica que el hidróxido de sodio o hidróxido de potasio debe ser 0.1 M

¹⁸ Análisis químico de alimentos de Pearson.

3.1.3.4. Índice de refracción.

Se basa en la velocidad de la luz en el aire y la velocidad de la luz en la sustancia a analizar, por definición es la relación entre el seno del ángulo formado por la incidencia de un rayo de luz en la sustancia a analizar y el seno del ángulo de refracción por el mismo rayo.¹⁶

El aparato está calibrado adecuadamente. La temperatura a la que se realiza la determinación se ajustará debidamente y se conservará durante el tiempo que requiera la prueba ya que el índice de refracción varía significativamente con la temperatura, los valores del índice de refracción dados en esta Farmacopea son para la línea D de sodio (uniforme a 589.0 nm y 589.6 nm). Y la temperatura es de 25.0°C ±0.2 °C.¹⁶

3.1.3.4.1. Refractómetro de Abbe.

Es un aparato que su parte principal es un prisma, que funciona para ver la refracción de la luz en el líquido. Este fue creado por el Dr. Ernst Abbe, el refractómetro de Abbe fue el primero en existir, maneja gran precisión en las lecturas, por lo que se sigue utilizando en la mayoría de los análisis.¹⁹

El índice de refracción es sensible a la temperatura, puede variar considerablemente a diferentes temperaturas, por lo que los refractómetros deben contar con un sistema para modificar la temperatura, teniendo en cuenta que la medición se realiza (en la mayoría de los casos) a 20°C. Existen tablas que contienen diferentes índices de refracción y la temperatura a la que se realizó la medición.¹⁹

3.1.3.5. Rotación óptica.

Las moléculas poseen la propiedad de rotar o desviar el plano de luz polarizada que incide sobre ellas, formando un ángulo medible con el plano de la luz incidente. Cuando este fenómeno es muy definido, se puede medir con suficiente precisión y aprovechar como base de algunas valoraciones, así como para ensayos de identidad. La rotación óptica se

¹⁹ Refractómetros e Interferómetros. Jose Ramón Bertomeu Sánchez.

expresa en grados, ya sea como rotación angular (observada) o como rotación específica (calculada con referencia a la concentración específica de 1.0 g de soluto en 1.0 mL de solución y medida bajo condiciones de 1.0 dm a una longitud de 589 nm y a 25°C).¹⁶

Las sustancias ópticamente activas, son dextrorrotatorias o dextrógiras si desvían el plano de luz polarizada hacia la derecha, y se designan (+) o (D); y son levorrotatorias o levógiras si lo desvían hacia la izquierda, y se designan (-) o (L).¹⁶

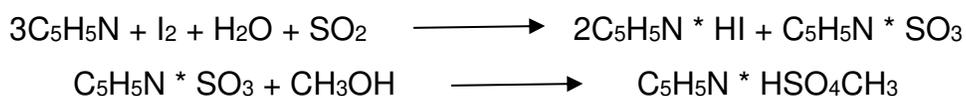
La rotación específica se expresa, generalmente, mediante el término $[\alpha]_x^t$ en el que t es la temperatura en grados Celsius, a la que se efectúa la determinación y x representa la línea espectral características o longitud de onda de luz empleada. A menos que se indique otra cosa en la monografía respectiva.¹⁶

3.1.3.6. Determinación de agua.

La determinación de agua por el método de Karl-Fischer se basa en la reacción del agua con el yodo libre del reactivo de Karl-Fischer, al llegar al punto final de la reacción se produce un cambio de color así como un diferencia de potencial, por lo que se determina con un microamperímetro.¹⁶

Ya que este método cuantifica la cantidad de agua por la reacción antes mencionada, es indispensable que se tomen precauciones como son el almacenaje adecuado de los reactivos, así como, tratar en lo posible de realizar el análisis con condiciones de humedad atmosférica lo menor posible para que esta no afecte los resultados.¹⁶

El método se basa en la relación cuantitativa que se produce entre el agua y un reactivo constituido por dióxido de azufre y yodo en piridina anhidra y metanol anhidro, de acuerdo con las siguientes reacciones¹⁶



La estequiometría de la reacción no es exacta y la reproducibilidad de la determinación depende de factores tales como las concentraciones relativas de los ingredientes del reactivo, la naturaleza del disolvente utilizado para disolver la muestra y la técnica utilizada en la determinación específica. Por esta razón, es necesario estandarizar la técnica para alcanzar la precisión adecuada.¹⁶

En la Farmacopea están establecidas las fórmulas para calcular tanto el Factor de Karl-Fischer como el contenido de agua de la muestra, las cuales son las siguientes: El factor equivalente de agua "F" en miligramos de agua por mililitro de reactivo, se obtiene por medio de la fórmula¹⁶

$$F = 2 \left(\frac{18.02}{230.08} \right) \left(\frac{p}{v} \right)$$

18.02= peso molecular del agua.

230.08= peso molecular de tartrato sódico dihidratado.

p= peso e miligramos del tartrato de sodio dihidratado.

v= volumen en mililitro del reactivo usado en la titulación.

Calcular el contenido de agua en la muestra, en por ciento, de acuerdo con la fórmula siguiente:

$$\% \text{ agua} = 100S \left(\frac{F}{P} \right)$$

S= volumen en mililitros de reactivo de Karl-Fischer consumido.

F= factor equivalente de agua del reactivo de Karl-Fischer.

P= peso en miligramos de la muestra. ¹⁶

3.1.3.6.1. Reactivo de Karl-Fischer.

El reactivo de Karl-Fischer se puede preparar en el laboratorio, la Farmacopea señala el procedimiento, sin embargo, se puede comprar este reactivo, este debe almacenarse en

un recipiente ámbar, y bien cerrado para evitar su degradación y que la humedad del ambiente reaccione con él.

3.1.3.6.2. Acuómetro.

El acuómetro es un instrumento que contiene una celda para la medición del cambio de potencial, este tiene implementado un vaso de titulación así como un sistema de inyector tanto para el etanol como para el reactivo de Karl-Fischer, todo esto tiene que estar en lo posible aislado de la humedad del ambiente.

Cuenta así mismo con una bureta, en la que se contendrá el reactivo de Karl-Fischer con el que se titulará el agua que pudiera tener la muestra a analizar. Puede tener un sistema de registro para los volúmenes gastados de reactivo o bien con base en la bureta medir la cantidad de reactivo gastado.

CAPÍTULO 4.

4. Monografías.

4.1. Aceite de maíz.

Monografía presentada en la FHEUM 2° Ed.

Aceite de maíz.¹²

Zea mays L.

DEFINICIÓN. Aceite fijo de las semillas de *Zea mays L.* Familia Poaceae, obtenido por expresión extracción y subsiguiente refinado.

DESCRIPCIÓN. Líquido amarillo claro.

SOLUBILIDAD. Miscible en éter de petróleo y cloruro de metileno. Casi insoluble en agua y en alcohol.

ENSAYOS DE IDENTIDAD.

- A. MGA-FH0220. El cromatograma obtenido exhibe manchas comparables con las de la figura 0220.1.
- B. MGA-FH 0230. Cumple los requisitos. Proceder como se indica en la prueba de composición de ácidos grasos.

DENSIDAD RELATIVA. MGA 0251. Aproximadamente 0.920.

ÍNDICE DE REFRACCIÓN. MGA 0741. Aproximadamente 1.474.

ÍNDICE DE ACIDEZ. MGA 0001. No más de 0.5. Si se emplea en la fabricación de preparaciones parenterales, no más de 0.3; determinar en 10.0 g del aceite a examinar.

ÍNDICE DE PERÓXIDO. MGA 0681. No más de 10.0. Si se emplea en la fabricación de preparaciones, no más de 5.0.

DETERMINACIÓN DE MATERIA INSAPONIFICABLE. MGA 0541. No más de 2.58 por ciento. Determinar en 5.0 g del aceite a examinar.

PRUEBA LÍMITE DE IMPUREZAS ALCALINAS EN ACEITES. MGA 0499. Cumple los requisitos.

AGUA. MGA 0041. No más de 0.1 por ciento. Determinar en 1.0 g del aceite a examinar.

COMPOSICIÓN DE ÁCIDOS GRASOS. MGA-FH 0230. *Método I.* utilizar la mezcla de calibración indicada.

ESTEROLES EN ACEITES GRASOS. MGA-FH 0240. No más del 0.3 por ciento de brasicasterol en la fracción de esteroides.

CONSERVACIÓN. En envases herméticos, protegidos de la luz y a temperatura no mayor de 25°C.

NOTA:

Los MGA-FH se encuentran en la Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos segunda edición.

Los MGA se encuentran en la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos undécima edición.

4.1.1. Desarrollo experimental

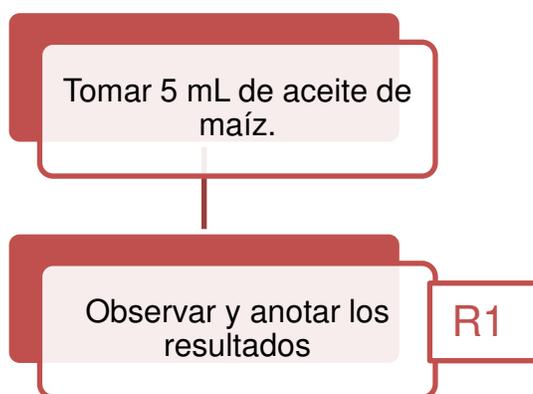
4.1.1.1. Descripción.

Líquido amarillo claro.

Procedimiento.

Tomar 5mL de aceite de maíz en un vaso de precipitados de 50 mL, observar el aceite y registrar las observaciones.

Diagrama de flujo, descripción aceite de maíz



Residuos.

Tabla 4. Residuos generados por la prueba de descripción del aceite de maíz.

RESIDUO	TRATAMIENTO
R1: Aceite de maíz.	Guardar para su uso posterior.

Revisado por la UGA

Materiales y reactivos.

Tabla 5. Material utilizado para la prueba de descripción del aceite de maíz.

CANTIDAD	MATERIAL
1	Vaso de precipitados 50 mL

RESULTADOS.

Líquido transparente, amarillo, con olor característico.

Dictamen.

CUMPLE.

4.1.1.2. Solubilidad.

Miscible en éter de petróleo y cloruro de metileno. Casi insoluble en agua y en alcohol.

Fundamento.

Es el grado de disolución de un soluto dentro de 30 minutos en un disolvente a la temperatura de 25°C, con una agitación vigorosa durante 30 segundos a intervalos de 5 minutos.²⁰

Tabla 6.Solubilidad indicada en la FEUM 9° edición.

TÉRMINO	Partes de disolvente en volumen requerido para una parte de soluto
Muy soluble	Menos de una parte
Fácilmente soluble	De 1 a 10 partes
Soluble	De 11 a 30 partes
Poco soluble	De 31 a 100 partes
Ligeramente soluble	De 101 a 1000 partes
Muy poco soluble	De 1001 a 10000 partes
Casi insoluble	Más de 10000

El término miscible se utiliza para describir un líquido que es miscible en todas las proporciones con el disolvente indicado

Procedimiento.

Tomar 5 mL de aceite de maíz en un matraz Erlenmeyer de 150 mL, añadir 5 mL de cloruro de metileno y mezclar por 30 segundos con agitación vigorosa.

Tomar una gota de aceite de maíz en un matraz Erlenmeyer de 1000 mL y pesar, añadir agua hasta completar más de 10000 partes, con ayuda de una parrilla de agitación agitar por 30 segundos. Repetir alcohol.

²⁰ Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos novena edición.

Diagrama de flujo, solubilidad en cloruro de metileno.

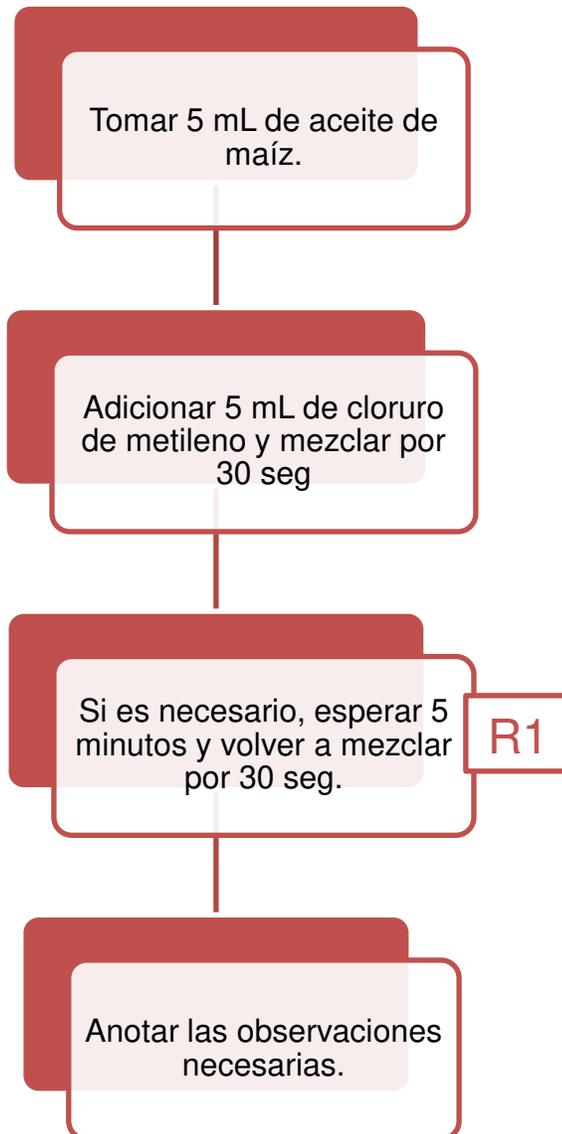


Diagrama de flujo, solubilidad en agua.

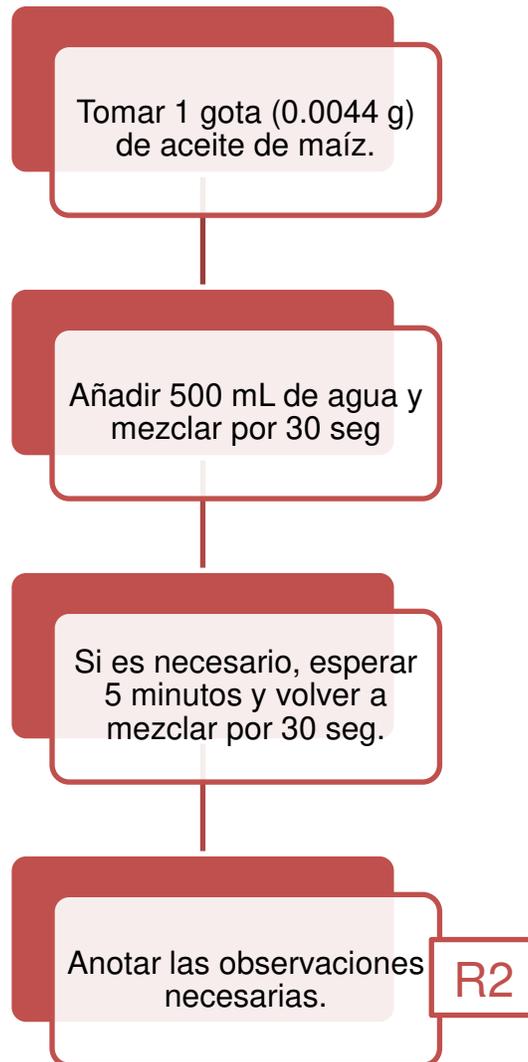
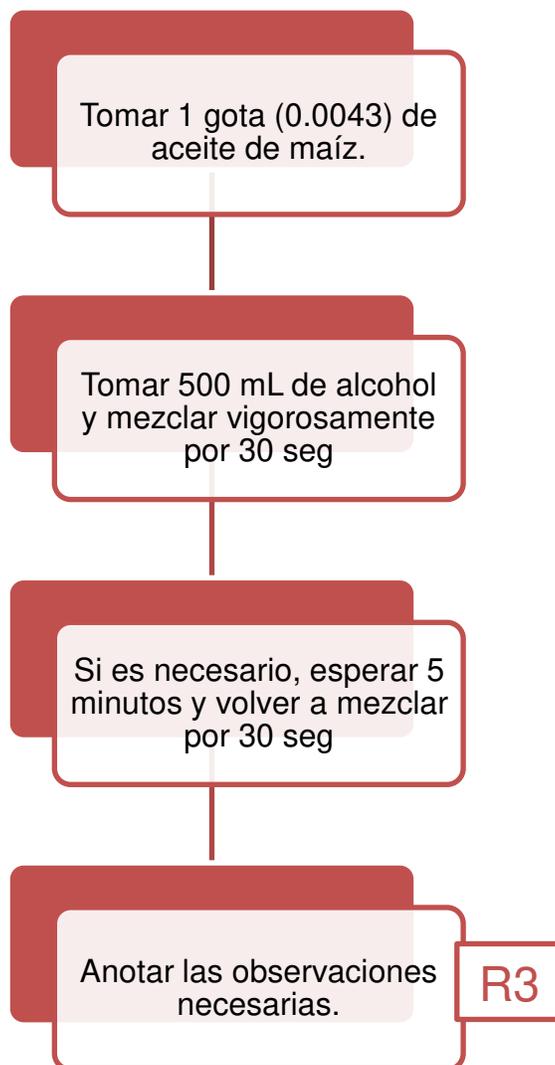


Diagrama de flujo, solubilidad en alcohol.



Residuos.

Tabla 7. Residuos generados por la prueba de solubilidad del aceite de maíz.

RESIDUO	TRATAMIENTO
R1: cloruro de metileno con aceite de maíz	Recuperar el disolvente para su uso posterior.
R2: alcohol con aceite de maíz	Recuperar el disolvente para su uso posterior.
R3: agua con aceite de maíz	Emulsionar y desechar al drenaje.

Revisado por la UGA.

Materiales y reactivos.

Tabla 8. Material utilizado para la prueba de solubilidad.

CANTIDAD	MATERIAL
3	Matraz Erlenmeyer 150 mL
6	Matraz Erlenmeyer 1000 mL
1	Probeta 10 mL
1	Pipeta berel
3	Vaso de precipitados 50 mL
1	Piseta
1	Parrilla de agitación.

Tabla 8. Índices de seguridad de los reactivos utilizados en la prueba de solubilidad.

Reactivo	SALUD	INFLAMABILIDAD	REACTIVIDAD	ICONOGRAMA
Alcohol	0	3	0	
Cloruro de metileno	2	1	0	

Resultados.

Registre los resultados obtenidos.

Con los 3 disolventes (Alcohol, Agua y Cloruro de metileno) en los primeros 30 segundos de agitación no se observó ninguna separación entre ambos líquidos, se esperaron los 30 minutos y continuo de la misma manera.

Dictamen.

Alcohol: CUMPLE.

Agua: CUMPLE.

Cloruro de metileno: CUMPLE.

4.1.1.3. Densidad relativa.

Aproximadamente 0.920.

Fundamento.

La determinación de la densidad se basa en la relación de la masa de la sustancia a 20°C y la masa de un volumen igual de agua a la misma temperatura.

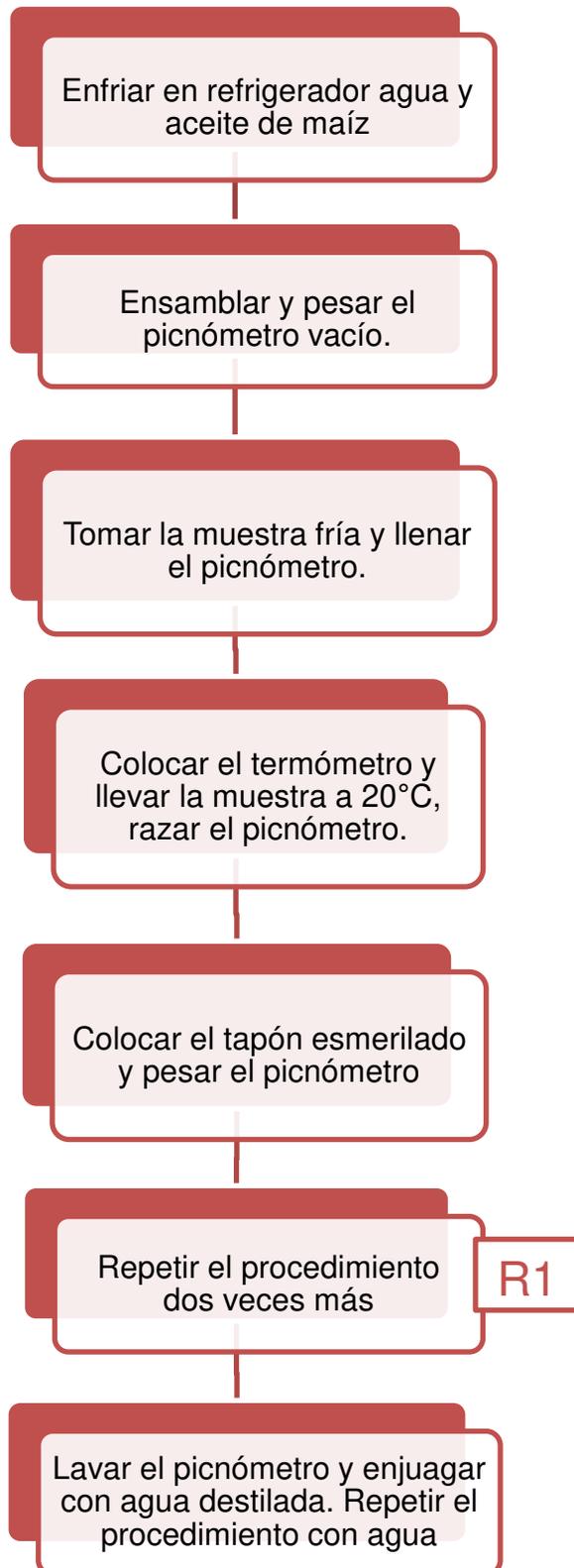
Procedimiento.

Para la realización de este procedimiento, es necesario tomar una muestra necesaria para las determinaciones tanto de aceite de maíz, así como de agua en vaso de precipitados. Se deben enfriar en el refrigerador.

Lavar completamente el picnómetro, enjuagar con abundante agua destilada y secar por completo. Una vez seco, pesar el picnómetro previamente ensamblado. Registrar esta masa.

Llenar el picnómetro con el aceite de maíz frío previamente, cubrir con papel absorbente y colocar lentamente el termómetro, el aceite saldrá por el tubo capilar, cuidando de que el aceite no cubra todo el exterior del picnómetro. Limpiar por completo el exterior del picnómetro. Con ayuda de papel absorbente envolver el picnómetro hasta que éste llegue a la temperatura de 20°C, ajustar el volumen del capilar, colocar el tapón y pesarlo. Registrar la masa. Lavar el picnómetro completamente y repetir el procedimiento con agua destilada.

Diagrama de flujo, densidad relativa del aceite de maíz



Residuos.

Tabla 9. Residuos generados por la prueba de densidad relativa del aceite de maíz.

RESIDUOS	TRATAMIENTO
R1: aceite de maíz	Guardar para su uso posterior

Revisada por la UGA

Materiales e instrumentos.

Tabla 10. Material utilizado para la prueba de densidad relativa del aceite de maíz.

Cantidad	Material
1	Picnómetro
2	Vaso de precipitados 250 mL
1	Piseta

Tabla 11. Instrumento utilizado para la prueba de densidad relativa del aceite de maíz.

Instrumento.

Balanza analítica.

Resultados.

Registre los resultados obtenidos.

	Peso
picnómetro vacío	32.2064 g
picnómetro más muestra 1	54.8422 g
picnómetro más muestra 2	54.8519 g
picnómetro más muestra 3	54.8596 g
picnómetro más muestra 4	54.8567 g
picnómetro más muestra 5	54.8514 g
picnómetro más muestra 6	54.8534 g
picnómetro más agua	56.7922 g

Equipo utilizado: Balanza analítica VI; DF-IN016.

Utilizando la fórmula indicada en la FEUM se resta el peso del picnómetro vacío al peso del picnómetro con agua, para así obtener el peso del agua dentro del picnómetro.

$$C = B - A$$

$$C = 56.7922 \text{ g} - 32.2064 \text{ g} = 24.5858 \text{ g}$$

La siguiente fórmula de la FEUM se resta el peso del picnómetro vacío al picnómetro con muestra y a este resultado se divide entre el peso del agua dentro del picnómetro.

$$DR = \frac{D - A}{C}$$

$$DR = \frac{54.8422 \text{ g} - 32.2064 \text{ g}}{24.5858 \text{ g}} = 0.921$$

Al final se obtiene la densidad relativa de la muestra siguiendo estos cálculos para cada muestra, se calcula el promedio de las muestras así como el C.V.

Tabla 12. Densidad relativa de las seis muestras del aceite de maíz.

Muestra	Densidad
1	0.921
2	0.921
3	0.921
4	0.921
5	0.921
6	0.921
Promedio	0.921
C.V.=	0.0 %

Dictamen.

El valor establecido en la FHEUM es de 0.920 por lo que la muestra cumple.

4.1.1.4. Índice de refracción.

Aproximadamente de 1.474.

Fundamento.

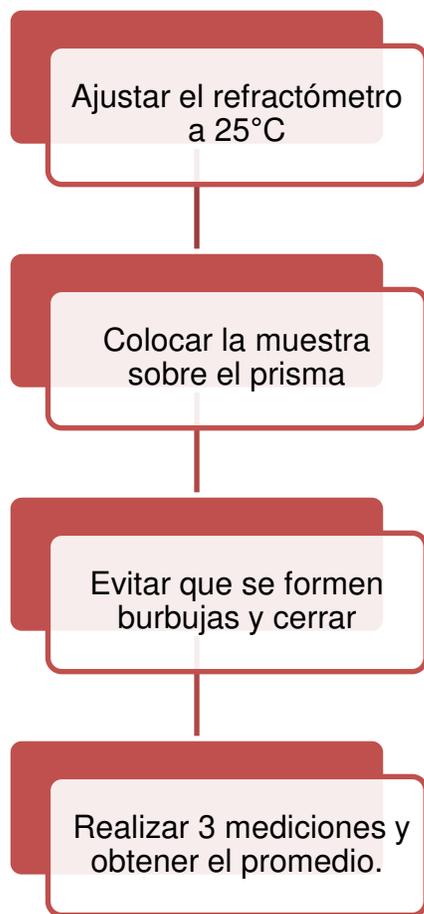
El índice de refracción de una sustancia está basado en la relación que existe entre la velocidad de la luz en el aire y su velocidad en la sustancia que se analiza. Se define también como la relación entre el seno del ángulo incidente formado por la incidencia de un rayo de luz en una sustancia dada, entre el seno del ángulo de refracción formado por el mismo rayo refractado dentro de esa sustancia.

Procedimiento.

Preparar la muestra como se indica en la monografía correspondiente. Ajustar la temperatura del aparato y de la muestra según se requiera, depositar una gota sobre la superficie del prisma de medición, evitar que se formen burbujas cerrar y obtener un mínimo de tres lecturas por muestra, calcular el promedio.

El promedio obtenido está comprendido dentro de los límites especificados en la monografía correspondiente.

Diagrama de flujo, índice de refracción del aceite de maíz.



Residuos

Esta prueba no genera residuos.

Materiales e instrumentos.

Tabla 13. Materiales utilizados en la prueba índice de refracción del aceite de maíz.

CANTIDAD	MATERIAL
1	Vidrio de reloj.
1	Pipeta berel.
1	Piseta con agua.
2	Vaso de precipitados 50 mL
1	Parrilla de calentamiento.

Tabla 14. Instrumento utilizado en la prueba índice de refracción del aceite de maíz.

Instrumento
Refractómetro de Abbe.

Resultados.

Registre los resultados obtenidos.

Muestra	Índice de refracción.
1	1.473
2	1.474
3	1.471.
4	1.471.
5	1.471.
6	1.471.
Promedio.	1.472
C.V.	0.1%

Dictamen.

El valor asignado por la FHEUM es de aproximadamente de 1.474 por lo que la muestra Cumple.

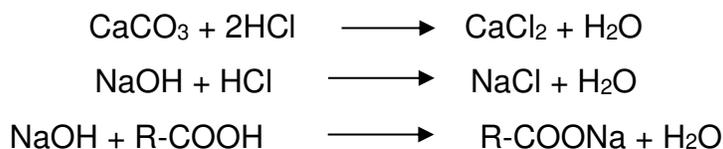
4.1.1.5. Índice de acidez.

No más de 0.5. Si se emplea en la fabricación de preparación parenterales, no más de 0.3; determinar en 10.0 g del aceite a examinar.

Fundamento.

La acidez de las grasas y mezclas de aceites, puede ser expresada como el número de mililitros de SV de hidróxido de potasio 0.1 M ó SV de hidróxido de sodio 0.1 M, requeridos para neutralizar los ácidos libres en 10 g de la muestra por analizar.

Reacciones involucradas.



Preparación de reactivos.

Preparación de HCl 0.1 N.

En un matraz volumétrico de 1000 mL, depositar 200 mL de agua, agregar lentamente 8.5 mL de ácido clorhídrico. Enfriar a temperatura ambiente y llevar a volumen con agua.

Valoración HCl 0.1N

Disolver 100 mg de carbonato de sodio anhidro, (secar previamente a 270°C durante 1h) en 20 mL de agua y mezclar hasta disolución completa, agregar 0.1 mL de SI anaranjado de metilo y titular con la SV de ácido clorhídrico hasta vire amarillo rojizo. Calentar a ebullición, enfriar y continuar la titulación hasta que el color amarillo rojizo no desaparezca. Calcular la normalidad o molaridad considerando que cada mililitro de SV de ácido clorhídrico 0.1 N o 0.1 M es equivalente a 5.3 mg de Na_2CO_3 anhidro.

Diagrama de flujo, preparación de HCl 0.1N.

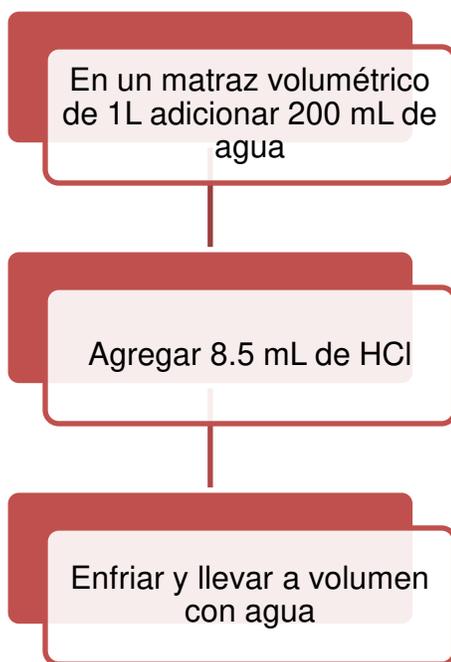
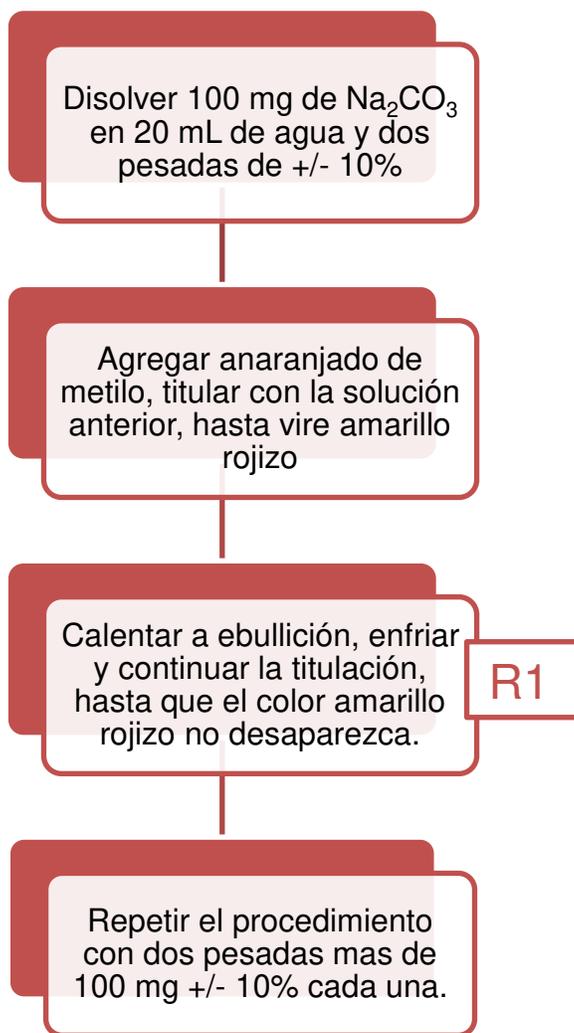


Diagrama de flujo, valoración de HCl 0.1N.



Resultados

Registre los datos obtenidos.

Tabla 15. Valoración de HCl 0.1 N.

Muestra	g Na ₂ CO ₃	mL gastados HCl
1	0.0923	18.15
2	0.1063	20.9
3	0.1091	21.45

Cálculos.

$$(0.0923g Na_2CO_3) \left(\frac{1 mol Na_2CO_3}{105.988 g Na_2CO_3} \right) \left(\frac{2 Eq Na_2CO_3}{1 mol Na_2CO_3} \right) \left(\frac{1 Eq HCl}{1 Eq Na_2CO_3} \right) \left(\frac{1}{0.01815 L HCl} \right) = 0.0960 N HCl$$

Se repite el cálculo con las tres muestras de Na_2CO_3 y se calcula el promedio y el C.V.

Muestra	Normalidad HCl
1	0.0960
2	0.0960
3	0.0961
promedio	0.0960
C.V.	0.06%

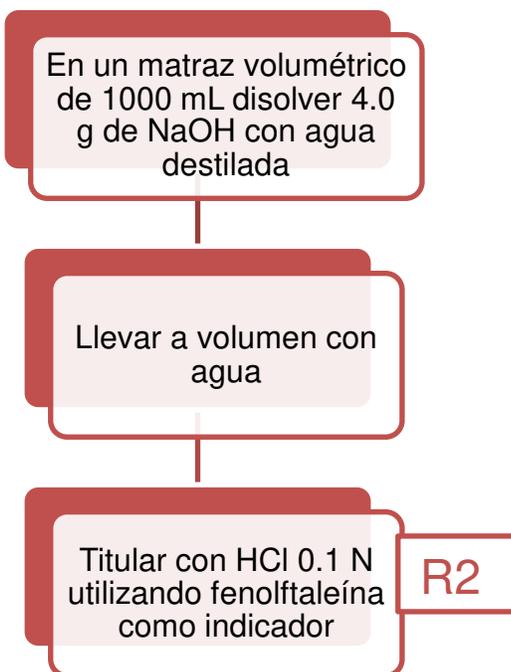
Preparación NaOH 0.1 N.

En un matraz volumétrico de 1000 mL, disolver 4.2g de hidróxido de sodio en agua libre de dióxido de carbono. Llevar a volumen con el mismo disolvente.

Valoración de NaOH 0.1 N.

Titular 20 mL de la solución con SV de ácido clorhídrico 0.1 N o 0.1 M usando el indicador prescrito en el ensayo en el cual se va a utilizar la solución.

Diagrama de flujo, preparación y valoración de NaOH 0.1 N.



Resultados

Registre los resultados obtenidos.

Tabla 16. Valoración NaOH 0.1 N.

Muestra	mL HCl	mL NaOH gastados
1	20.0	19.2
2	20.0	19.2
3	20.0	19.1

Cálculos.

Con los mililitros tomados del HCl 0.0960 N, se multiplica por la normalidad calculada anteriormente, y estos se dividen entre los mililitros gastados de NaOH para obtener la normalización del NaOH.

$$\frac{(20.0 \text{ mL HCl}) \times (0.0960 \text{ N HCl})}{19.2 \text{ mL NaOH}} = 0.1000 \text{ N NaOH}$$

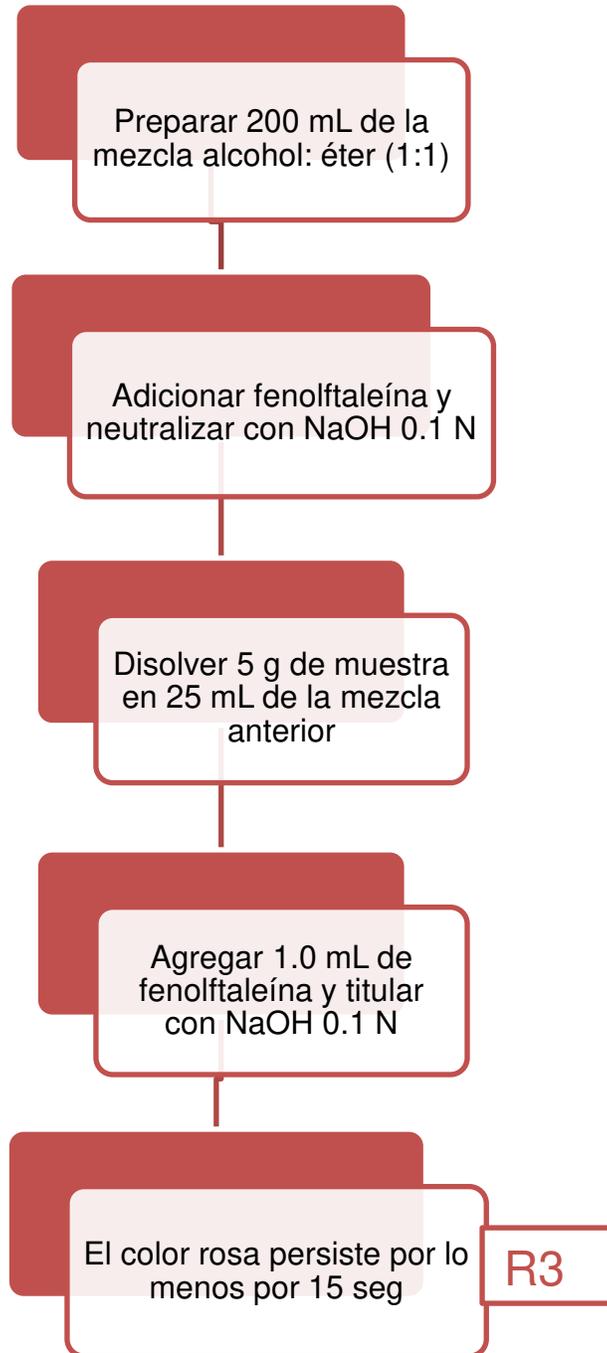
Se realiza el mismo cálculo para cada una de las muestras y se obtiene el promedio, así como el C.V.

Muestra	Normalidad NaOH
1	0.1000
2	0.1000
3	0.1005
Promedio	0.1002
C.V.	0.29%

Procedimiento del índice de acidez.

En un matraz Erlenmeyer de 250 mL con tapón esmerilado, disolver 10.0g de la muestra en 50 mL de una mezcla de alcohol: éter dietílico (1:1), neutralizada previamente con SV de hidróxido de potasio 0.1M o SV de hidróxido de sodio 0.1 M, hasta que un color rosa persista por lo menos durante 15s.

Diagrama de flujo, índice de acidez en aceite de maíz.



Residuos

Tabla 17. Residuos generados por la prueba de índice de acidez del aceite de maíz.

RESIDUO	TRATAMIENTO
R1: HCl/ Na ₂ CO ₃ / anaranjado de metilo	Desechar neutro al drenaje.
R2. NaOH/ fenolftaleína/ HCl	Desechar neutro al drenaje
R3: alcohol/éter/aceite de maíz/NaOH/fenolftaleína	Separar las fases, recuperar el disolvente para su uso posterior y desechar a solución neutra al drenaje.

Revisado por la UGA

Materiales, reactivos e instrumentos.

Tabla 18. Material utilizado para la prueba de índice de acidez en aceite de maíz.

CANTIDAD	MATERIALES
2	Matraz volumétrico 1000 mL
2	Bureta 50 mL
3	Matraz con tapón esmerilado
2	Probeta 250 mL
1	Probeta 50 mL
4	Vaso de precipitado 250 mL
4	Vaso de precipitados 100 mL
1	Pipeta graduada 10 mL
3	Nave de pesado
1	Espátula
4	Matraz Erlenmeyer 250 mL
1	Pipeta volumétrica 20 mL

Tabla 19. Reactivos utilizados para la prueba de índice de acidez en aceite de maíz.

Reactivo	SALUD	INFLAMABILIDAD	REACTIVIDAD	ICONOGRAMA
Alcohol	0	3	0	
Éter dietílico	1	4	0	
NaOH	3	0	1	
HCl	3	0	0	
Na ₂ CO ₃	2	0	0	
Fenolftaleína	1	0	0	
Anaranjado de metilo	2	1	0	

Resultados.

Registre los resultados obtenidos.

Tabla 20. Resultado de índice de acidez del aceite de maíz.

Muestra	aceite de maíz (g)	mL NaOH 0.1 N
1	9.0166	0.25
2	9.1407	0.26
3	10.0655	0.3
4	10.1050	0.3
5	10.9691	0.31
6	10.9951	0.32

Cálculos.

La siguiente fórmula está indicada en la farmacopea, en esta se sustituyen los valores tanto del volumen gastado del NaOH 0.1002 N, así como la masa pesada del aceite de maíz.

$$I = 5.61 \left(\frac{V}{m} \right)$$

Sin embargo la solución de NaOH no es de Normalidad de 0.1N exactamente por lo que se debe considerar la variación de la Normalidad real de 0.1002 N. por lo que se cambia la fórmula, adicionando la Normalidad real. La fórmula final queda de la siguiente manera:

$$I = \frac{56.1 \frac{mEq}{g} \times (0.25 \text{ mL}) \times (0.1002 \text{ N})}{9.0166 \text{ g}} = 0.156$$

Se realiza el mismo cálculo para cada una de las muestras tomadas del aceite de maíz, así como calcular el promedio y el C.V.

MUESTRA ÍNDICE DE ACIDEZ

1	0.156
2	0.160
3	0.168
4	0.167
5	0.159
6	0.164
Promedio	0.162
C.V.	2.9%

Dictamen.

La FHEUM indica no más de 0.3 para fabricación de parenterales y no más de 0.5, por lo que la muestra cumple.

4.1.1.6. Determinación del contenido de agua.

No más del 0.2 por ciento. Determinar en 5.0 g del aceite a examinar. Si se emplea en la fabricación de preparaciones parenterales.

Fundamento.

El método se basa en la relación cuantitativa que se produce entre el agua y un reactivo constituido por dióxido de azufre y yodo en piridina anhidra y metanol anhidro.

Procedimiento.

A menos que otra cosa se indique en la monografía individual, transferir de 35 mL a 40 mL de metanol, al vaso de titulación y neutralizar el agua que pudiera contener, accionando el interruptor de la bureta automática y esperando la señal del aparato que indica el término de la reacción. Este gasto de reactivo, no debe tomarse en consideración para los cálculos.

Agregar rápidamente una porción de la muestra exactamente pesada o medida, al vaso de titulación, agitar y titular otra vez con el reactivo de Karl-Fischer hasta el punto final.

Diagrama de flujo, estandarización del Reactivo de Karl-Fischer.

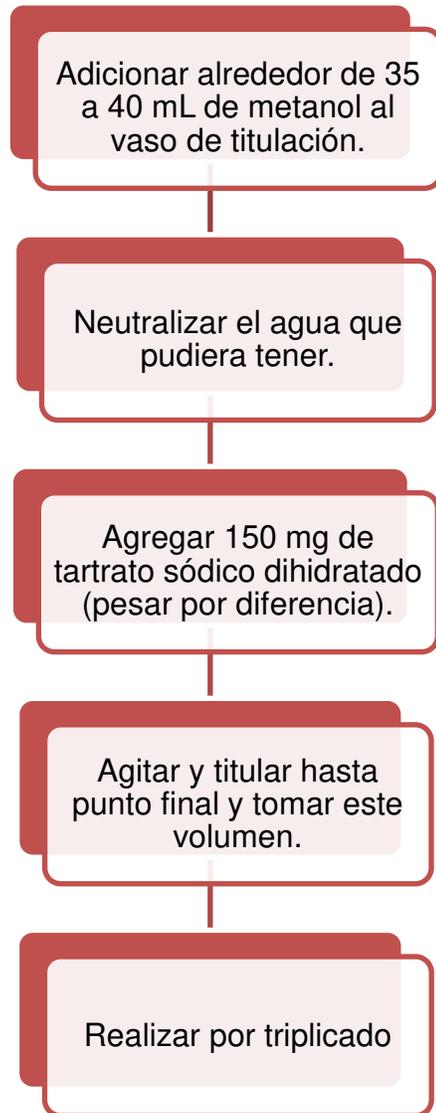
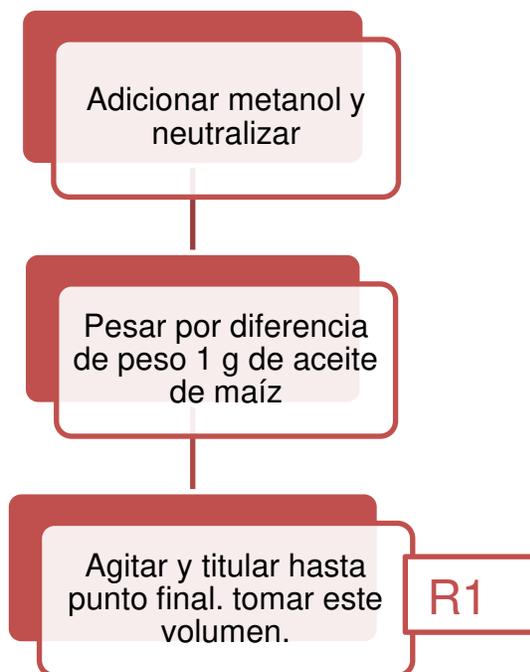


Diagrama de flujo, determinación de agua del aceite de maíz.



Residuos

RESIDUOS	TRATAMIENTO
Reactivo de Karl-Fischer+ aceite de maíz+ metanol	Incineración

Revisado por la UGA.

Materiales, reactivos e instrumentos.

Tabla 21. Materiales utilizados en la determinación de agua del aceite de maíz.

CANTIDAD	MATERIALES
3	Vaso de precipitados 100 mL
2	Jeringa 10 mL
1	Nave de pesado.
1	Espátula

Tabla 22. Instrumentos utilizados en la determinación de agua del aceite de maíz.

INSTRUMENTOS
Acuómetro
Balanza analítica.

Tabla 23. Reactivos utilizados en la determinación de agua del aceite de maíz.

Reactivo	SALUD	INFLAMABILIDAD	REACTIVIDAD	PROTECCIÓN
Metanol	2	3	0	
Reactivo de Karl-Fischer	2	2	0	
Tartrato de sodio	0	1	0	

Resultados.

Registre los resultados obtenidos.

Tabla 24. Estandarización del reactivo.

Muestra	Tartrato de sodio (mg)	Reactivo Karl-Fischer (mL)
1	164.1	5.3420
2	163.1	5.2750
3	163.6	5.2800

Tabla 25. Porcentaje de agua en aceite de maíz

Muestra	Aceite de maíz (mg)	Reactivo Karl-Fischer (mL)
1	904.0	0.1420
2	1026.4	0.1700
3	1077.6	0.1800

Cálculos

Estandarización del reactivo.

Para calcular el factor de Karl-Fischer se utiliza la fórmula indicada en la FEUM.

$$F = 2 \left(\frac{18.02}{230.08} \right) \left(\frac{p}{v} \right)$$

Se sustituyen los valores de peso de tartrato de sodio en miligramos y los mililitros gastados de reactivo de Karl-Fischer. Finalmente se realizan los cálculos de la fórmula y se obtiene el factor.

$$F = 2 \left(\frac{18.02}{230.08} \right) \left(\frac{164.1}{5.3420} \right)$$
$$F = 2(0.07832)(30.71883) = 4.8$$

Finalmente se realiza el mismo procedimiento para cada una de las muestras, así como calcular el porcentaje y el C.V.

Muestra	Factor Karl-Fischer
1	4.8
2	4.8
3	4.8
Promedio	4.8
C.V.	0.0 %

Utilizando la fórmula indicada en la FEUM, se calcula el porcentaje de agua en la muestra.

$$\%AGUA = 100S \left(\frac{F}{P} \right)$$

El valor del factor (4.8) se sustituye en la fórmula al igual que el peso de la muestra en miligramos y el volumen gastado del reactivo de Karl-Fischer.

$$\%AGUA = 100(0.1420) \left(\frac{4.8}{904.0} \right) = 0.075$$

Finalmente se realizan el mismo procedimiento para cada muestra y se calcula el promedio y el C.V.

Muestra	% Agua
1	0.08
2	0.08
3	0.08
Promedio	0.08
C.V.	0.0 %

Dictamen.

El valor indicado por la FHEUM es de no más de 0.2%, la muestra tiene 0.1% por lo que cumple.

4.1.1.7. Análisis de resultados

El aceite de maíz analizado en este trabajo, cumple con los parámetros evaluados, de aprobar todos los parámetros enunciados en la FHEUM se podría utilizar.

4.1.1.8. Conclusiones

La muestra cumple con los requisitos establecidos de la FHEUM, para los parámetros evaluados de la monografía.

4.2. Aceite de Ricino.

Monografía presentada en la FHEUM 2º Ed. ¹²

Ricinus communis L.

DEFINICIÓN. Aceite fijo de las semillas del *Ricinus communis L.* familia Euphorbiaceae, obtenido por expresión en frío y subsiguiente refinado. Se puede agregar un antioxidante adecuado.

Sinónimos: aceite de castor; aceite de higuerilla; aceite de palma chresti.

DESCRIPCIÓN. Líquido transparente viscoso, higroscópico, casi incoloro o ligeramente amarillo.

SOLUBILIDAD. Miscible con alcohol y ácido acético glacial. Poco soluble en éter de petróleo.

ENSAYOS DE IDENTIDAD

- A. MGA-FH 0230. Cumple los requisitos. Proceder como se indica en la prueba de *Composición de ácidos grasos.*
- B. MGA 0121. Una mezcla de 2 mL del aceite a examinar y 8 mL de alcohol se mantiene clara.

ASPECTO DE LA SOLUCIÓN. MGA 0121. El aceite a examinar es claro

COLOR DE LA SOLUCIÓN. MGA 0181, *Método II.* El color del aceite a examinar no excede al de 20 mL de la solución patrón.

Preparación de la solución patrón. Mezcla de 0.25 mL de solución de sulfato cúprico, 0.25 mL de solución de cloruro de cobalto, 0.8 mL de cloruro férrico y 18.7 mL de solución de ácido clorhídrico al 4 por ciento en agua.

DENSIDAD RELATIVA. MGA 0251. Aproximadamente 0.958.

ROTACIÓN ÓPTICA. MGA 0771. ENTRE +3.5° y +6.0°.

ÍNDICE DE REFRACCIÓN. MGA 0741. Aproximadamente de 1.479.

ÍNDICE DE ACIDEZ. MGA 0001. No más de 0.8. Disolver 5.0 g en 25 mL de la mezcla de disolventes indicada.

ÍNDICE DE PERÓXIDO. MGA 0681. No más de 5.

ÍNDICE DE HIDROXILO. MGA 0.491. No menos de 150.

ACEITE OBTENIDO POR EXTRACCIÓN Y ADULTERACIÓN. Colocar 3 mL del aceite a examinar y 3 mL de sulfuro de carbón en un tubo con tapón esmerilado, mezclar. Agregar 1 mL de ácido sulfúrico y agitar durante 3 min. La mezcla presenta una coloración menos intensa que una solución recientemente preparada de SR1 de cloruro férrico, 2.3 mL de agua y 5 mL de SR de amoníaco diluido.

COMPOSICIÓN DE ÁCIDOS GRASOS. MGA-FH 0230. Utilizar la mezcla de calibración indicada.

CONSERVACIÓN. En envases herméticos, llenos, protegidos de la luz, evitar exposición al calor.

NOTA:

Los MGA-FH se encuentran en la Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos segunda edición.

Los MGA se encuentran en la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos undécima edición.

4.2.1. Desarrollo experimental

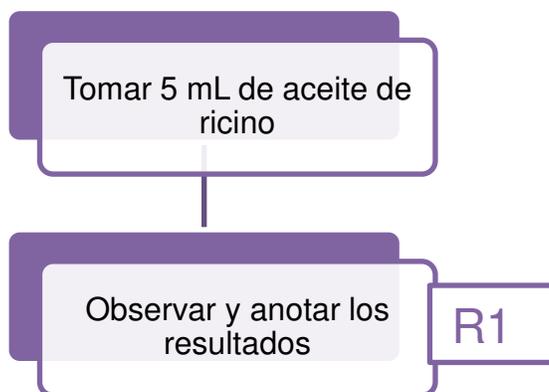
4.2.1.1. Descripción.

Líquido transparente viscoso, higroscópico, casi incoloro o ligeramente amarillo.

Procedimiento.

Tomar 5 mL de aceite de ricino en un vaso de precipitado de 50 mL, observar y registrar la descripción de la muestra.

Diagrama de flujo, descripción aceite de ricino.



Residuos.

Tabla 26. Residuos generados por la prueba de descripción del aceite de ricino

RESIDUOS	TRATAMIENTO
RI: Aceite de ricino.	Guardar para su uso posterior.

Revisado por la UGA

Materiales y reactivos.

Tabla 27. Material utilizado para la prueba de descripción del aceite de ricino

CANTIDAD	MATERIAL
1	Vaso de precipitados 50 mL

Resultados.

Registre los resultados obtenidos.

Líquido transparente, ligeramente amarillo, con olor característico, viscoso.

Dictamen.

CUMPLE.

4.2.1.2. Solubilidad.

Miscible con alcohol y ácido acético glacial. Poco soluble en éter de petróleo.

Fundamento.

Es el grado de disolución de un soluto dentro de 30 minutos en un disolvente a la temperatura de 25°C, con una agitación vigorosa durante 30 segundos a intervalos de 5 minutos.

Esta propiedad se expresa con los siguientes términos:²¹

Tabla 28.Solubilidad indicada en la FEUM 9° edición.

TÉRMINO	Partes de disolvente en volumen requerido para una parte de soluto
Muy soluble	Menos de una parte
Fácilmente soluble	De 1 a 10 partes
Soluble	De 11 a 30 partes
Ligeramente soluble	De 101 a 1000 partes
Poco soluble	De 31 a 100 partes
Muy poco soluble	De 1001 a 10000 partes
Casi insoluble	Más de 10000

El término miscible se utiliza para describir un líquido que es miscible en todas las proporciones con el disolvente indicado.

²¹ Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos 9° edición.

Procedimiento.

Tomar 5 mL de aceite de ricino en un matraz Erlenmeyer de 150 mL, añadir 5 mL de alcohol y mezclar por 30 segundos con agitación vigorosa. Repetir con 5 mL de ácido acético glacial.

Diagrama de flujo, solubilidad en ácido acético glacial.

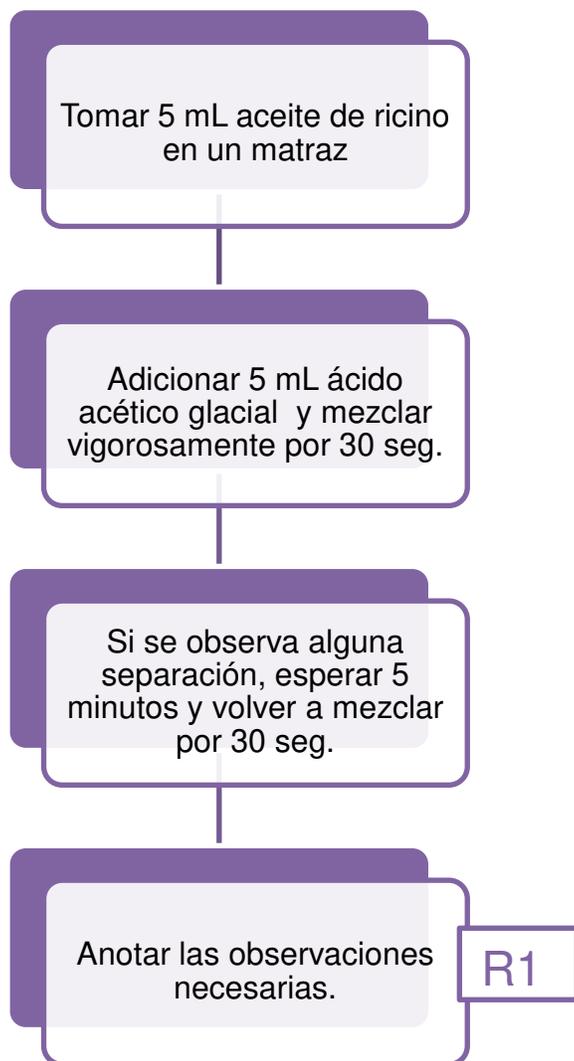
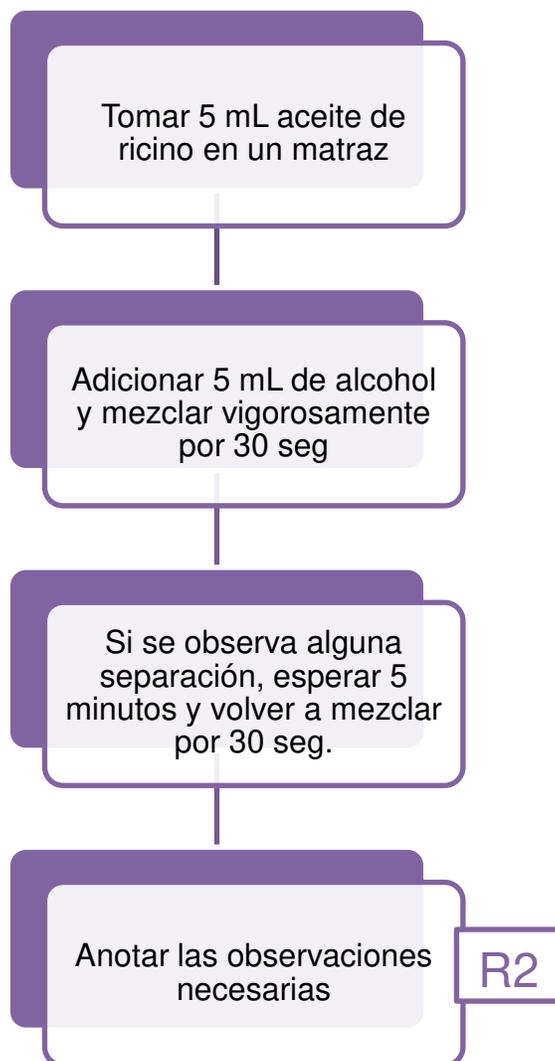


Diagrama de flujo, solubilidad en alcohol.



Residuos.

Tabla 29. Residuos generados por la prueba de solubilidad del aceite de ricino.

RESIDUOS	TRATAMIENTO
R1: alcohol con aceite de ricino	Se puede obtener el disolvente por destilación, después de realizar una comparación costo-beneficio.
R2: ácido acético glacial con aceite de ricino	Se puede obtener el disolvente por destilación, después de realizar una comparación costo-beneficio.

Revisado por la UGA.

Materiales y reactivos.

Tabla 30. Material utilizado para la prueba de solubilidad del aceite de ricino.

CANTIDAD	MATERIAL
6	Matraz Erlenmeyer 150 mL
2	Probeta 10 mL
3	Vaso de precipitados de 50 mL
1	Piseta

Tabla 31. Índices de seguridad de los reactivos utilizados en la prueba de solubilidad del aceite de ricino.

Reactivo	SALUD	INFLAMABILIDAD	REACTIVIDAD	ICONOGRAMA
Alcohol	0	3	0	
Ácido acético glacial.	3	2	0	

Resultados.

Registre los resultados obtenidos.

Al mezclarse por 30 segundos, no se observó diferencia alguna entre ambos líquidos, sin embargo se observan ligeras ondas, estas se eliminan al realizar el segundo mezclado por 30 segundos después de esperar 5 minutos. Esto se observó con ambos disolventes.

Dictamen.

Alcohol: CUMPLE.

Ácido acético glacial: CUMPLE.

4.2.1.3. Densidad relativa.

Aproximadamente 0.958.

Fundamento.

La determinación de la densidad se basa en la relación de la masa de la sustancia a 20°C y la masa de un volumen igual de agua a la misma temperatura.

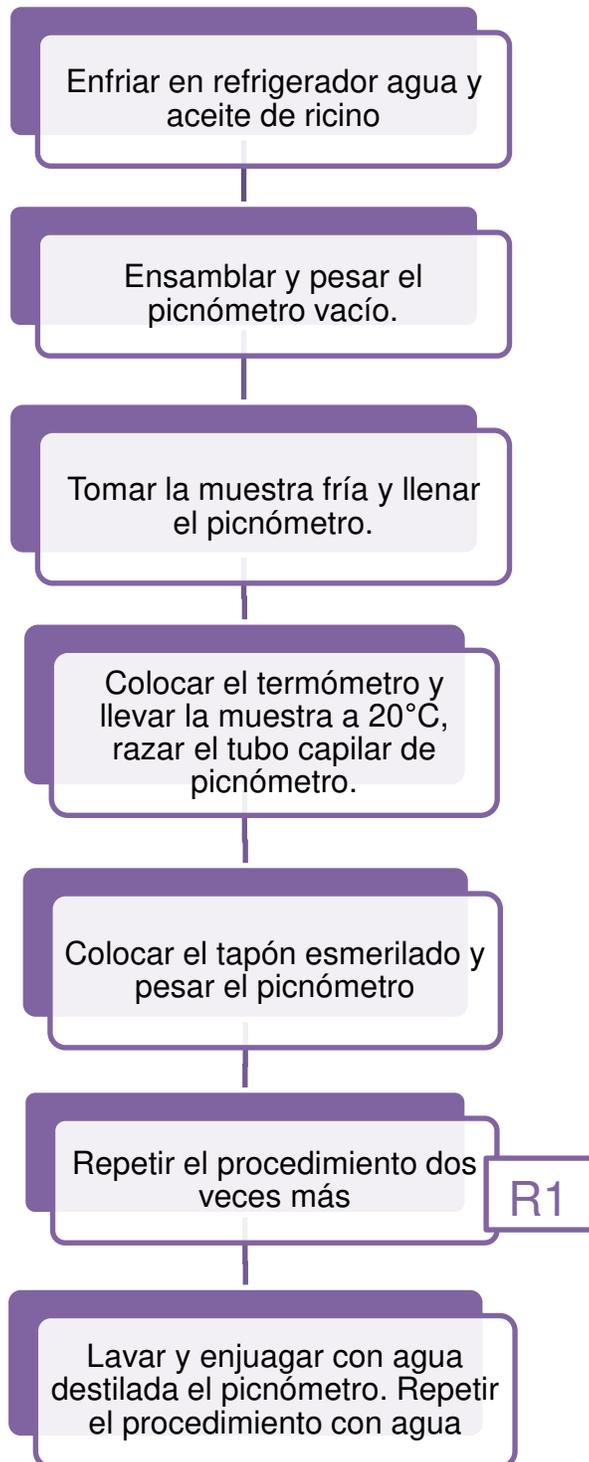
Procedimiento.

Para la realización de este procedimiento, es necesario tomar una muestra necesaria para las determinaciones tanto de aceite de ricino, así como de agua en un vaso de precipitados. Y esta muestra debe permanecer en el refrigerador.

Lavar completamente el picnómetro, enjuagar con abundante agua destilada y secar por completo. Una vez seco, pesar el picnómetro previamente ensamblado. Registrar esta masa.

Llenar el picnómetro con el aceite de ricino frío previamente, cubrir con papel absorbente y colocar lentamente el termómetro, el aceite saldrá por el tubo capilar, cuidando de que el aceite no cubra todo el exterior del picnómetro. Limpiar por completo el exterior del picnómetro. Con ayuda de las manos y un papel absorbente envolver el picnómetro hasta que este llegue a la temperatura de 20°C colocar el tapón y pesarlo. Registrar la masa. Lavar el picnómetro completamente y repetir el procedimiento con agua destilada.

Diagrama de flujo, densidad relativa del aceite de ricino.



Residuos.

Tabla 32. Residuos generados por la prueba de densidad relativa del aceite de ricino.

RESIDUOS	TRATAMIENTO
R1: aceite de ricino	Guardar para su uso posterior.

Revisada por la UGA.

Materiales y reactivos.

Tabla 33. Material utilizado para la prueba de densidad relativa del aceite de ricino.

CANTIDAD	MATERIAL
1	Picnómetro
2	Vaso de precipitados 150 mL
1	Charola
1	Piseta

Tabla 34. Instrumento utilizado para la prueba de densidad relativa del aceite de ricino.

INSTRUMENTO.

Balanza analítica.

Registre los resultados obtenidos.

	peso (gramos)
Peso picnómetro vacío	32.2168
Peso picnómetro más muestra 1	55.8334
Peso picnómetro más muestra 2	55.8410
Peso picnómetro más muestra 3	55.8435
Peso picnómetro más muestra 4	55.8428
Peso picnómetro más muestra 5	55.8367
Peso picnómetro más muestra 6	55.8373
Peso picnómetro más agua	56.8157

Balanza analítica V; DF-IN015.

Utilizando la fórmula indicada en la FEUM se resta el peso del picnómetro vacío al peso del picnómetro con agua, para así obtener el peso del agua dentro del picnómetro.

$$C = B - A$$

$$C = 56.8157g - 32.2168g = 24.5989g$$

La siguiente fórmula de la FEUM se resta el peso del picnómetro vacío al picnómetro con muestra y a este resultado se divide entre el peso del agua dentro del picnómetro.

$$DR = \frac{D - A}{C}$$

$$DR = \frac{55.8334g - 32.2168g}{24.5989g} = 0.960$$

Al final se obtiene la densidad relativa de la muestra siguiendo estos cálculos para cada muestra, se calcula el promedio de las muestras así como el C.V.

Tabla 35. Densidad relativa de las seis muestras del aceite de ricino.

Muestra	Densidad relativa
1	0.960
2	0.960
3	0.960
4	0.960
5	0.960
6	0.960
Promedio	0.960
C.V.	0.0%

Dictamen.

El valor establecido en la FHEUM es de aproximadamente 0.958 por lo que la muestra cumple.

4.2.1.4. Rotación óptica.

Entre $+3.5^\circ$ y $+6.0^\circ$.

Fundamento.

Muchas sustancias de uso farmacéutico en estado puro o en solución son ópticamente activas, es decir, sus moléculas poseen la propiedad de rotar o desviar el plano de luz polarizada que incide sobre ellas, formando un ángulo mensurable con el plano de la luz incidente.

Procedimiento.

Ajustar su temperatura a 25°C , pasar la muestra al tubo del polarímetro. Efectuar, cuando menos, cinco lecturas de la rotación observada a 25°C .

La prueba en blanco se verifica empleando un tubo seco y vacío.

“Sustituir el tubo que contiene la solución de la muestra, por el que contiene el disolvente y efectuar con este, un número igual de lecturas. Para obtener la rotación observada corregida, ajustar el aparato a cero, promediar las lecturas de la prueba en blanco y sustraer de este el promedio de las lecturas de la rotación observada, si las dos cifras son del mismo signo, o agregarlo si las cifras tienen signo opuesto.”

Diagrama de flujo, rotación óptica del aceite de ricino.



Residuos.

En esta prueba no se generan residuos.

Materiales e instrumentos.

Tabla 36. Materiales utilizados en la prueba de rotación óptica.

CANTIDAD	MATERIALES
2	Vaso de precipitados 50 mL

Tabla 37. Instrumento utilizado en la prueba de rotación óptica.

INSTRUMENTO
Polarímetro

Resultados.

Registre los resultados obtenidos.

No hay resultados, ya que no se pueden realizar las pruebas por falta de polarímetro en el laboratorio. Se espera comprar con los recursos obtenidos por el PAPIME.

Dictamen.

SIN DICTAMEN

4.2.1.5. Índice de refracción.

Aproximadamente de 1.479.

Fundamento.

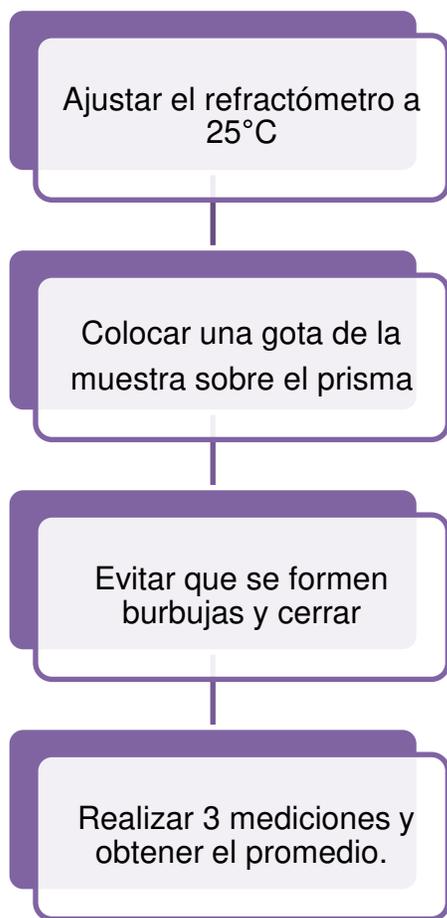
El índice de refracción de una sustancia está basado en la relación que existe entre la velocidad de la luz en el aire y su velocidad en la sustancia que se analiza. Se define también como la relación entre el seno del ángulo incidente formado por la incidencia de un rayo de luz en una sustancia dada, entre el seno del ángulo de refracción formado por el mismo rayo refractado dentro de esa sustancia.

Procedimiento.

Preparar la muestra como se indica en la monografía correspondiente. Ajustar la temperatura del aparato y de la muestra según se requiera, depositar una gota sobre la superficie del prisma de medición, evitar que se formen burbujas cerrar y obtener un mínimo de tres lecturas por muestra, calcular el promedio.

El promedio obtenido está comprendido dentro de los límites especificados en la monografía correspondiente.

Diagrama de flujo, índice de refracción del aceite de ricino.



Residuos.

En esta prueba no se generan residuos.

Materiales y reactivos.

Tabla 38. Materiales utilizados en la prueba índice de refracción del aceite de ricino.

CANTIDAD	MATERIAL
1	Vidrio de reloj.
1	Pipeta berel.
1	Piseta de agua.
2	Vaso de precipitados.
1	Parrilla de calentamiento.

Tabla 39. Instrumento utilizado en la prueba índice de refracción.

INSTRUMENTO
Refractómetro de Abbe.

Resultados

Registre los resultados obtenidos.

muestra	índice de refracción
1	1.477
2	1.478
3	1.478
4	1.478
5	1.478
6	1.478
promedio	1.478
C.V.	0.03%

Dictamen.

El valor asignado por la FHEUM es de aproximadamente de 1.479 por lo que la muestra Cumple.

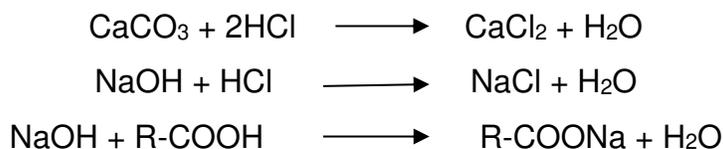
4.2.1.6. Índice de acidez.

No más de 0.8. Disolver 5.0 g en 25 mL de la mezcla de disolventes indicada.

Fundamento.

La acidez de las grasas y mezclas de aceites, puede ser expresada como el número de mililitros de SV de hidróxido de potasio 0.1 M o SV de hidróxido de sodio 0.1 M, requeridos para neutralizar los ácidos libres en 10 g de la muestra por analizar.

Reacciones involucradas.



Preparación de reactivos.

Preparación de HCl 0.1 N.

En un matraz volumétrico de 1000 mL, depositar 200 mL de agua, agregar lentamente 8.5 mL de ácido clorhídrico. Enfriar a temperatura ambiente y llevar a volumen con agua.

Valoración HCl 0.1N

Disolver 100 mg de carbonato de sodio anhidro, (secar previamente a 270°C durante 1h) en 20 mL de agua y mezclar hasta disolución completa, agregar 0.1 mL de SI anaranjado de metilo y titular con la SV de ácido clorhídrico hasta vire amarillo rojizo. Calentar a ebullición, enfriar y continuar la titulación hasta que el color amarillo rojizo no desaparezca. Calcular la normalidad o molaridad considerando que cada mililitro de SV de ácido clorhídrico 0.1 N o 0.1 M es equivalente a 5.3 mg de Na₂CO₃ anhidro.

Diagrama de flujo, preparación de HCl 0.1N.

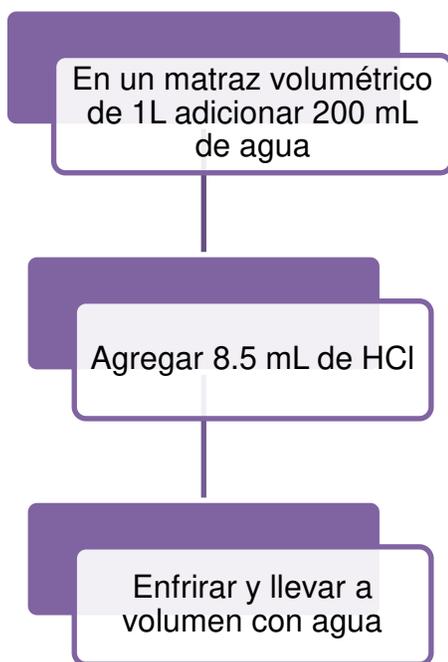
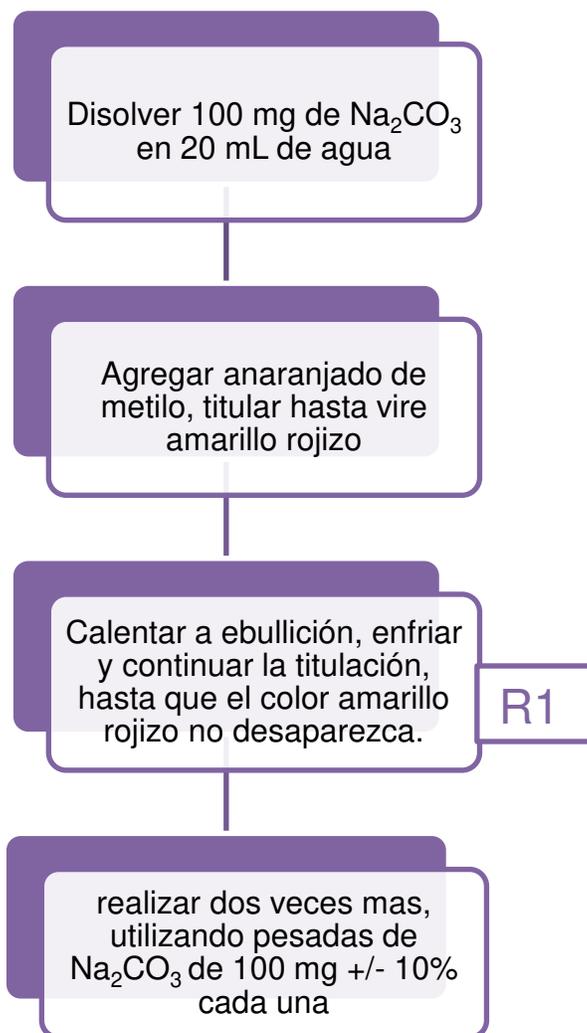


Diagrama de flujo, valoración de HCl 0.1N.



Resultados.

Registre los datos obtenidos.

Tabla 40. Valoración de HCl 0.1 N.

Muestra	g Na ₂ CO ₃	mL gastados HCl
1	0.0923	18.15
2	0.1063	20.9
3	0.1091	21.45

Cálculos.

$$(0.0923g Na_2CO_3) \left(\frac{1 mol Na_2CO_3}{105.988 g Na_2CO_3} \right) \left(\frac{2 Eq Na_2CO_3}{1 mol Na_2CO_3} \right) \left(\frac{1 Eq HCl}{1 Eq Na_2CO_3} \right) \left(\frac{1}{0.01815 L HCl} \right) = 0.0960 N HCl$$

Se repite el cálculo con las tres muestras de Na_2CO_3 y se calcula el promedio y el C.V.

Muestra	Normalidad HCl
1	0.0960
2	0.0960
3	0.0961
Promedio	0.0960
C.V.	0.06%

Preparación NaOH 0.1 N.

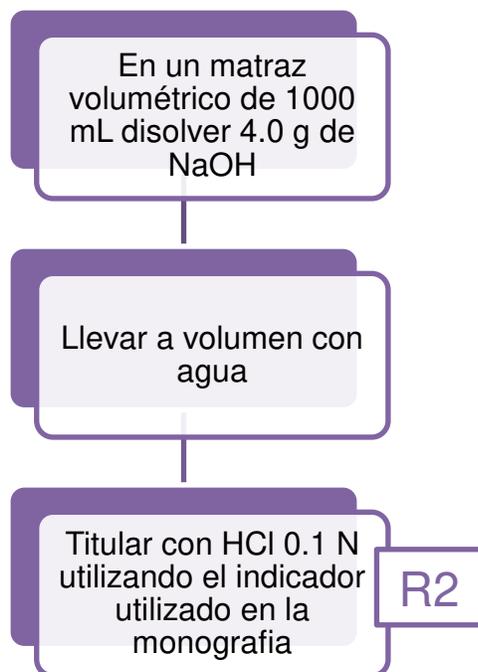
En un matraz volumétrico de 1000 mL, disolver 4.2g de hidróxido de sodio en agua libre de dióxido de carbono. Llevar a volumen con el mismo disolvente.

Valoración de NaOH 0.1 N.

Titular 20 mL de la solución con SV de ácido clorhídrico 0.1 N o 0.1 M usando el indicador prescrito en el ensayo en el cual se va a utilizar la solución.

Calcular la normalidad o molaridad considerando que cada mililitro de solución de ácido clorhídrico 0.1 N o 0.1 M es equivalente a 4.0 mg de NaOH.

Diagrama de flujo, preparación y valoración de NaOH 0.1 N.



Resultados.

Registre los resultados obtenidos.

Tabla 41. Valoración NaOH 0.1 N.

Muestra	mL HCl	mL NaOH gastados
1	20.0	19.2
2	20.0	19.2
3	20.0	19.1

Cálculos.

Con los mililitros tomados del HCl 0.0960 N, se multiplica por la normalidad calculada anteriormente, y estos se dividen entre los mililitros gastados de NaOH para obtener la normalización del NaOH.

$$\frac{(20.0 \text{ mL HCl}) \times (0.0960 \text{ N HCl})}{19.2 \text{ mL NaOH}} = 0.1000 \text{ N NaOH}$$

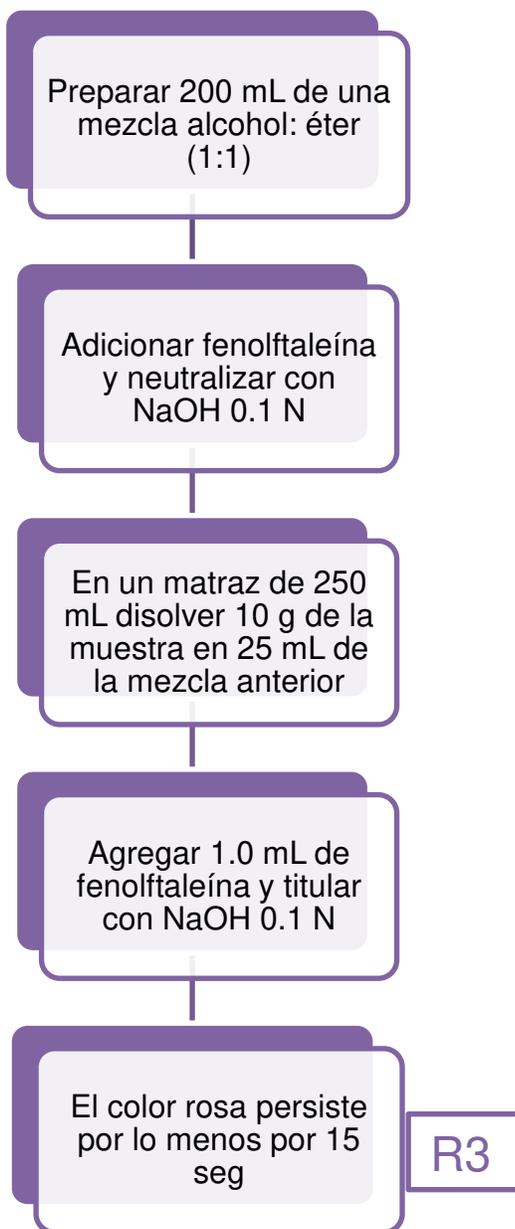
Se realiza el mismo cálculo para cada una de las muestras y se obtiene el promedio, así como el C.V.

Muestra	Normalidad NaOH
1	0.1000
2	0.1000
3	0.1005
Promedio	0.1002
C.V.	0.29%

Procedimiento del índice de acidez.

En un matraz Erlenmeyer de 250 mL con tapón esmerilado, disolver 10.0g de la muestra en 50 mL de una mezcla de alcohol:éter dietílico (1:1), neutralizada previamente con SV de hidróxido de potasio 0.1M o SV de hidróxido de sodio 0.1 M, hasta que un color rosa persista por lo menos durante 15s.

Diagrama de flujo, índice de acidez del aceite de ricino.



Residuos.

Tabla 42. Residuos generados por la prueba de índice de acidez.

RESIDUO	TRATAMIENTO
R1: HCl/ Na ₂ CO ₃ / anaranjado de metilo	Desechar neutro al drenaje.
R2. NaOH/ fenolftaleína/ HCl	Desechar neutro al drenaje.
R3: alcohol/éter/aceite de ricino/NaOH/fenolftaleína	Separar las fases, recuperar el disolvente para su uso posterior y desechar la solución neutra al drenaje.

Revisado por la UGA

Materiales y reactivos.

Tabla 43. Material utilizado para la prueba de índice de acidez en aceite de ricino.

CANTIDAD	MATERIALES
2	Matraz volumétrico 1000 mL
2	Bureta 50mL
3	Matraz con tapón esmerilado
2	Probeta 250 mL
1	Probeta 50 mL
4	Vaso de precipitados 250 mL
4	Vaso de precipitados 100 mL
1	Pipeta graduada 10 mL
3	Nave de pesado
1	Espátula
6	Matraz Erlenmeyer 250 mL
1	Pipeta volumétrica 20 mL

Tabla 44. Instrumento utilizado para la prueba de índice de acidez en aceite de ricino.

INSTRUMENTO
balanza analítica

Tabla 45. Reactivos utilizados para la prueba de índice de acidez.

Reactivo	SALUD	INFLAMABILIDAD	REACTIVIDAD	ICONOGRAMA
Alcohol	0	3	0	
Éter dietílico	1	4	0	
NaOH	3	0	1	
HCl	3	0	0	
Na ₂ CO ₃	2	0	0	
Fenolftaleína	1	0	0	
Anaranjado de metilo	2	1	0	

Resultados

Registre los resultados obtenidos.

Tabla 46. Resultados de índice de acidez del aceite de ricino 5g.

Muestra	Aceite de ricino (g)	Volumen gastado NaOH 0.1N
1	4.5088	0.96
2	4.5079	0.97
3	5.0332	1.08
4	5.1294	1.1
5	5.4534	1.18
6	5.457	1.18

Cálculos.

La siguiente fórmula está indicada en la farmacopea, en esta se sustituyen los valores tanto del volumen gastado del NaOH 0.1002 N, así como la masa pesada del aceite de ricino.

$$I = 5.61 \left(\frac{V}{m} \right)$$

Sin embargo la solución de NaOH no es de Normalidad de 0.1N exactamente por lo que se debe considerar la variación de la Normalidad real de 0.1002 N. por lo que se cambia la fórmula, adicionando la Normalidad real. La fórmula final queda de la siguiente manera:

$$I = \frac{56.1 \frac{mEq}{g} \times (0.96 \text{ mL}) \times (0.1002N)}{4.5088} = 1.197$$

Se realiza el mismo cálculo para cada una de las muestras tomadas del aceite de ricino, así como calcular el promedio y el C.V.

Muestra	Índice de acidez
1	1.197
2	1.210
3	1.206
4	1.206
5	1.216
6	1.216
Promedio	1.209
C.V.	0.59%

Dictamen.

La FHEUM indica no más de 0.8 por lo que la muestra no cumple.

4.2.1.7. Determinación del contenido de agua.

No más del 0.2 por ciento. Determinar en 5.0 g del aceite a examinar. Si se emplea en la fabricación de preparaciones parenterales.

Fundamento.

El método se basa en la relación cuantitativa que se produce entre el agua y un reactivo constituido por dióxido de azufre y yodo en piridina anhidra y metanol anhidro.

Procedimiento.

A menos que otra cosa se indique en la monografía individual, transferir de 35 mL a 40 mL de metanol, al vaso de titulación y neutralizar el agua que pudiera contener, accionando el interruptor de la bureta automática y esperando la señal del aparato que indica el término de la reacción. Este gasto de reactivo, no debe tomarse en consideración para los cálculos.

Agregar rápidamente una porción de la muestra exactamente pesada o medida, al vaso de titulación, agitar y titular otra vez con el reactivo de Karl-Fischer hasta el punto final.

Diagrama de flujo, estandarización del Reactivo de Karl-Fischer.

Adicionar alrededor de 35 a 40 mL de metanol al vaso de titulación.

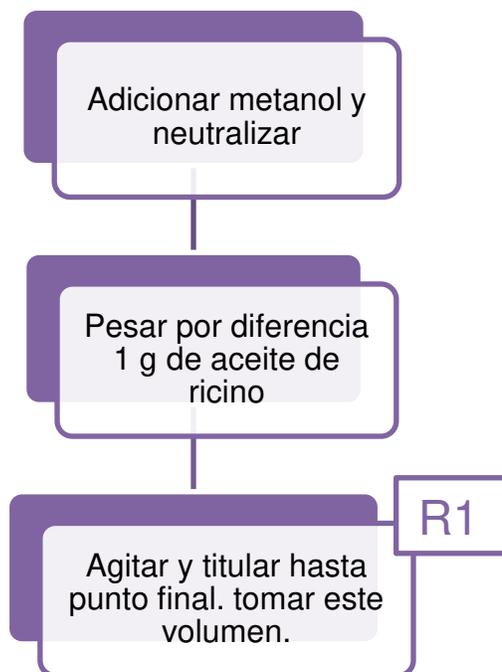
Neutralizar el agua que pudiera tener, con el reactivo de Karl-Fischer.

Agregar 150 mg de tartrato sódico dihidratado (pesar por diferencia).

Agitar y titular hasta punto final y tomar este volumen.

Realizar por triplicado

Diagrama de flujo, determinación de agua.



Residuos

RESIDUOS	TRATAMIENTO
Reactivo de Karl-Fischer+ aceite de ricino+ metanol	Incineración

Revisado por la UGA.

Materiales y reactivos.

Tabla 47. Materiales utilizados en la determinación de agua del aceite de ricino.

Cantidad	Materiales
4	Vaso de precipitados 100 mL
4	Jeringa 20 mL
3	Nave de pesado.
1	Espátula

Tabla 48. Instrumentos utilizados en la determinación de agua del aceite de ricino.

Instrumentos
Acuómetro
Balanza analítica.

Tabla 49. Reactivos utilizados en la determinación de agua del aceite de ricino.

Reactivo	SALUD	INFLAMABILIDAD	REACTIVIDAD	PROTECCIÓN
Metanol	2	3	0	
Reactivo de Karl-Fischer	2	2	0	
Tartrato de sodio	0	1	0	

Resultados.

Registre los resultados obtenidos.

Tabla 50. Estandarización del reactivo.

Muestra	Tartrato de sodio (mg)	Reactivo Karl-Fischer (mL)
1	164.1	5.3420
2	163.1	5.2750
3	163.6	5.2800

Tabla 51. Porcentaje de agua en aceite de ricino.

Muestra	Aceite de ricino (mg)	Reactivo Karl-Fischer (mL)
1	5653.5	1.1730
2	5685.8	1.1790
3	5623.6	1.1720

Cálculos.

Estandarización del reactivo.

Para calcular el factor de Karl-Fischer se utiliza la fórmula indicada en la FEUM.

$$F = 2 \left(\frac{18.02}{230.08} \right) \left(\frac{p}{v} \right)$$

Se sustituyen los valores de peso de tartrato de sodio en miligramos y los mililitros gastados de reactivo de Karl-Fischer. Finalmente se realizan los cálculos de la fórmula y se obtiene el factor.

$$F = 2 \left(\frac{18.02}{230.08} \right) \left(\frac{164.1}{5.3420} \right)$$

$$F = 2(0.07832)(30.71883) = 4.8$$

Finalmente se realiza el mismo procedimiento para cada una de las muestras, así como calcular el porcentaje y el C.V.

Muestra	Factor Karl-Fischer mg H ₂ O/mL KF
1	4.8
2	4.8
3	4.8
Promedio	4.8
C.V.	0.0%

Utilizando la fórmula indicada en la FEUM, se calcula el porcentaje de agua en la muestra.

$$\%AGUA = 100S \left(\frac{F}{P} \right)$$

El valor del factor (4.8) se sustituye en la fórmula al igual que el peso de la muestra en miligramos y el volumen gastado del reactivo de Karl-Fischer.

$$\%AGUA = 100(1.1730) \left(\frac{4.8}{5653.5} \right) = 0.100\%$$

Finalmente se realizan el mismo procedimiento para cada muestra y se calcula el promedio y el C.V.

Muestra	% Agua
1	0.1%
2	0.1%
3	0.1%
Promedio	0.1%
C.V.	0.0%

Dictamen.

El valor indicado por la FHEUM es de no más de 0.2%, la muestra tiene 0.1% por lo que cumple.

4.2.1.8. Análisis de resultados.

El aceite de ricino analizado en este trabajo, no cumple con los parámetros que marca la FHEUM segunda edición, ya que el índice de acidez que indica es de no más de 0.8%, mientras que el resultado obtenido en este trabajo es de 1.2%, lo que indica que el aceite de ricino no cumple con la calidad necesaria para su uso.

Se compró aceite de ricino pidiendo que éste fuera grado farmacéutico, sin embargo no sabemos bajo qué condiciones es almacenado al igual el tiempo de almacenamiento, así como la manera en la que se toma éste para surtir los pedido, el índice de acidez es un parámetro que indica la rancidez del aceite, y es muy susceptible a las condiciones de almacenamiento, ya que la rancidez se debe al contacto con el aire, la humedad que se tenga así como la temperatura, además que es un proceso natural de degradación del aceite por su composición química, por lo que el tiempo de almacenamiento y el tiempo en que se analiza desde su obtención es importante para que se cumpla con este parámetro de calidad.

4.2.1.9. Conclusiones.

La muestra no cumple con los parámetros indicados en la Farmacopea.

CAPÍTULO 5.

5. Análisis de resultados.

Para la realización de esta práctica es necesario la compra de refractómetro de Abbe así como de un polarímetro, estos son necesarios para seguir los análisis que indica la farmacopea, también se necesitan buretas de 5 mililitros, para garantizar que el análisis del índice de acidez se realice de manera adecuada. No se realizó la prueba de rotación óptica en el aceite de ricino, ya que no se cuenta con un polarímetro para la realización de este.

La práctica se puede realizar en las condiciones actuales del laboratorio 1E estas contemplan el tiempo, el material de vidrio y los reactivos, además de comprar lo antes mencionado, el único costo sería la compra de ambas materias primas, estas son económicas, además que siguiendo de manera adecuada el procedimiento, y no contaminando las muestras se necesita poca cantidad de aceite para realizar todo el análisis.

Los residuos que se obtienen en toda la práctica, son pocos, y en su mayoría estos se pueden reutilizar, no son peligrosos ni conllevan a un tratamiento difícil.

6. Conclusiones.

La práctica se puede realizar en el laboratorio 1E con las condiciones que tienen, se necesita una sesión para la preparación de los reactivos necesarios (NaOH y HCl) así como, sus respectivas valoraciones y se realizan los parámetros de descripción, solubilidad índice de refracción y rotación óptica. En otra sesión se realiza el índice de acidez y el porcentaje de agua. Por último en una sesión se puede dar la parte teórica por lo que en máximo 3 sesiones se concluye dicha práctica. Para la realización del porcentaje de agua (ya que solo se cuenta con un Karl-Fischer) el factor lo determina un equipo, una vez que se obtiene el factor, todos los equipos realizan la determinación de su aceite.

Ambas prácticas tienen bajo costo, además, se pueden considerar como prácticas verdes ya que tienen pocos residuos, y estos en su mayoría pueden ser tratados para ser reutilizados.

7. Acrónimos

- ∂ ACEITE ESENCIAL: constituye el material formado por compuestos volátiles contenidos en las plantas, obtenidos por destilación (arrastre por vapor, hidrodestilación), por maceración, maceración en frío con aceites fijos, extracción con disolventes volátiles o por medios mecánicos (expresión). Los aceites esenciales para uso interno deben de ser obtenidos exclusivamente por destilación o por compresión.
- ∂ ALCOHOL; el alcohol que contiene alrededor del 96 por ciento v/v de etanol. Otras diluciones del etanol se designan mediante el término “alcohol” seguido de la indicación del porcentaje en volumen de etanol que se requiere.
- ∂ COFEPRIS: Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios.
- ∂ C.V.: Coeficiente de Variación. Por definición es el porcentaje de la desviación estándar con respecto a la media.
- ∂ DESCRIPCIÓN: para facilitar la identificación macroscópica, se describen las características organolépticas detectables de la sustancia, preparación o producto referido en la monografía. Se incluyen características organolépticas únicamente en los casos en que son específicas, inocuas y proporcionan información evidente para la rápida identificación de la sustancia.
- ∂ ETANOL: alcohol absoluto
- ∂ FEUM: Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos.
- ∂ FHEUM: Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos.

- ∂ PARENTERAL: se administra al cuerpo humano mediante inyección vía intravenosa, intramuscular o subcutánea, principalmente.

- ∂ PESAR POR DIFERENCIA DE PESO: pesaje de una muestra contenida en una nave para pesado, vaciar su contenido en el recipiente destinado y volver a pesar la nave de pesado, la diferencia es lo que se dispensó en el recipiente.

- ∂ UGA: Unidad de Gestión Ambiental

8. Bibliografía.

1. <https://quimica.unam.mx/wp-content/uploads/2017/03/1705AM.pdf>

Revisado: 26-marzo-2018

2. Sistema político mexicano. Omar Bandela Fonseca. Red tercer Milenio. Primera edición. México, 2012.

3. Reglamento de la Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios.

4. <http://www.farmacopea.org.mx/inicio.php>

Revisado: 23-octubre-2017.

5. <http://www.farmacopea.org.mx/publicaciones.php?m=3&sb=5&f=0>

Revisado: 23-octubre-2017.

6. Química de los Alimentos. Salvador Badui Dregal. Editorial Pearson de México. 2006. Pp. 245-265.

7. Toxicología alimentaria. Ana María Cameán, Manuel Repetto. Editorial Díaz de Santos. 2012. Pp. 516-519.

8. <http://medicinatradicionalmexicana.unam.mx/monografia.php?l=3&t=Ma%C3%ADz&id=7592>

Revisado: 09-enero-2018

9. Extracción de aceites de Germen de Maíz (*Zea Mays L.*) usando CO₂ supercrítico. Jorge Andrés González Cruz, Karen Giovanna Arámburo de la Cruz. Universidad del Valle. Santiago de Cali. 2011

10. http://www.alimentosargentinos.gob.ar/contenido/sectores/aceites/productos/Maiz/2001/Aceite_Maiz_01.pdf

Revisado: 01-mayo-2018

11. https://scielo.conicyt.cl/scielo.php?pid=S0718-07642009000400004&script=sci_arttext

Revisado: 27-marzo-2018

12. Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos. Secretaría de Salud, Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos. Publicaciones e Impresiones de Calidad S.A. de C.V. Segunda edición. México; 2013. Pp 7-13; 100-103; 121-122; 140-141; 294-297.
13. Aceites Vegetales con actividad terapéutica II. María Emilia Carretero Accame. 2008.
14. Extracción y caracterización fisicoquímica de aceite fijo obtenido por expresión de 5 especies nativas y cultivadas en Guatemala. Iris María José Sánchez Paz, Marcela del Rosario Figueroa Barrera. Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia. Guatemala. 2013.
15. Química. Raymond Chang, Kenneth A. Goldsby. Mc Graw Hill. China. 2017. Pp 14, 119, 520, 521.
16. Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos. Secretaría de Salud, Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos. Publicaciones e Impresiones de Calidad S.A. de C.V. Undécima edición. México; 2014.
17. www.molidelavallmajor.es/es/aceite-de-oliva-vigen-extra/parametros-fisicoquimicos. Revisado: 9-enero-2018.
18. Análisis químico de alimentos de Pearson.
19. Refractómetros e Interferómetros. Jose Ramón Bertomeu Sánchez. Universidad de Valencia.
20. Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos. Secretaría de Salud, Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos. Publicaciones e Impresiones de Calidad S.A. de C.V. Novena edición. México; 2008. Pp 219-220; 233-236; 291-292; 448-451.
21. Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos. Secretaría de Salud, Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos. Publicaciones e Impresiones de Calidad S.A. de C.V. Décima edición. México; 2011. Pp 5; 221-222; 234-237; 293-295; 456-459.

CAPÍTULO 6.

9. Anexo I.

9.1. Propuesta protocolos de las dos materias primas: aceite de maíz y aceite de ricino.

9.1.1. Análisis de una materia prima: Aceite de Maíz.

1. Objetivo general.

Que los alumnos conozcan la Farmacopea Herbolaria sus monografías y manejo así como el desarrollo de habilidades siguiendo los métodos de análisis indicados en la Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos y la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos.

1.1. Objetivos particulares.

- ∞ Aplicar los métodos descritos en la FEUM 11°, 10° y 9° edición y los enunciados en la FEUM Herbolaria para realizar las siguientes determinaciones: descripción, solubilidad, densidad relativa, rotación óptica, índice de refracción y determinación de agua.
- ∞ Realizar el trabajo con rigor analítico.
- ∞ Cumplir con las Buenas Prácticas de Laboratorio y de Documentación.
- ∞ Verificar que los métodos sean idóneos.
- ∞ Tener estudios de repetibilidad y reproducibilidad como métodos para evaluar la validez de los resultados obtenidos.
- ∞ Fomentar la responsabilidad que conlleva el tratamiento, confinamiento y disposición de los residuos generados durante el análisis.

2. Antecedentes.

El aceite de maíz por definición es: Aceite fijo de las semillas de *Zea mays* L. Familia Poaceae, obtenido por expresión o extracción y subsiguiente refinado.

Defina los siguientes términos.

Aceite esencial:

Bibliografía.

Droga vegetal:

Bibliografía.

Peso constante:

Bibliografía.

Solubilidad:

Bibliografía.

3. Procedimiento experimental.

3.1. Descripción de la materia prima.

3.1.1. Procedimiento experimental.

Tomar 5mL de aceite de maíz en un vaso de precipitados de 50 mL, observar y registrar las observaciones.

3.1.2. Elabore un diagrama de flujo que esquematice el procedimiento. Identifique los residuos generados.

3.1.3. Residuos.

Tabla 1. Residuos generados por la prueba de descripción del aceite de maíz.

RESIDUO	TRATAMIENTO
R1: Aceite de maíz.	

3.1.4. Materiales y reactivos.

Tabla 2. Material utilizado para la prueba de descripción del aceite de maíz.

CANTIDAD	MATERIAL
1	Vaso de precipitados 50 mL

RESULTADOS

3.1.5. Registre los resultados obtenidos.

3.1.6. Dictamen.

3.2. Solubilidad.

Miscible en éter de petróleo y cloruro de metileno. Casi insoluble en agua y en alcohol.

3.2.1. Fundamento.

FEUM 9° edición.

3.2.2. Procedimiento.

3.2.3. Elabore un diagrama de flujo que esquematice el procedimiento. Identifique los residuos generados.

3.2.4. Residuos.

Tabla 5. Residuos generados por la prueba de solubilidad del aceite de maíz.

Residuo	Tratamiento
R1: cloruro de metileno con aceite de maíz	
R2: alcohol con aceite de maíz	
R3: agua con aceite de maíz	

3.2.5. Materiales y reactivos.

Tabla 6. Material utilizado para la prueba de solubilidad.

Cantidad	Material
9	Matraz Erlenmeyer 150 mL
1	Probeta 10 mL
1	Pipeta berel
3	Vaso de precipitados 50 mL
1	Piseta

Tabla 7. Índices de seguridad de los reactivos utilizados en la prueba de solubilidad.

Reactivo	SALUD	INFLAMABILIDAD	REACTIVIDAD	ICONOGRAMA
Alcohol	0	3	0	
Cloruro de metilo	2	1	0	

Resultados.

3.2.6. Registre los resultados obtenidos.

Aceite (g)	Disolvente (mL)

3.2.7. Dictamen.

3.3. Densidad relativa. MGA 0251.

Aproximadamente 0.920

3.3.1. Fundamento.

3.3.2. Procedimiento.

Para la realización de este procedimiento, es necesario tomar una muestra necesaria para las determinaciones tanto de aceite de maíz, así como de agua en vasos de precipitados, y deben permanecer en un baño de hielo.

Lavar completamente el picnómetro, enjuagar con abundante agua destilada y secar por completo. Una vez seco, pesar el picnómetro previamente ensamblado. Registrar esta masa.

Llenar el picnómetro con el aceite de maíz, cubrir con papel absorbente y colocar lentamente el termómetro, el aceite saldrá por el tubo capilar, cuidando de que el aceite no cubra todo el exterior del picnómetro. Limpiar por completo el exterior del picnómetro. Con ayuda de las manos y un papel absorbente envolver el picnómetro hasta que este llegue a

la temperatura de 20°C colocar el tapón y pesarlo. Registrar la masa. Lavar el picnómetro completamente y repetir el procedimiento con agua destilada enfriada previamente.

3.3.3. Elabore un diagrama de flujo que esquematice el procedimiento. Identifique los residuos generados.

3.3.4. Residuos.

Tabla 9. Residuos generados por la prueba de densidad relativa del aceite de maíz.

Residuos	Tratamiento
R1: aceite de maíz	

3.3.5. Materiales e instrumentos.

Tabla 10. Material utilizado para la prueba de densidad relativa del aceite de maíz.

Cantidad	Material
2	Vaso de precipitados 250 mL
1	Charola
1	Piseta

Tabla 11. Material utilizado para la prueba de densidad relativa del aceite de maíz.

Instrumento
Picnómetro
Balanza analítica

Resultados.

Equipo/instrumento utilizado	
Balanza analítica	Marca:
	Código Interno:
	Alcance:

3.3.6. Registre los resultados obtenidos.

Muestra	peso (g)
picnómetro vacío	
picnómetro muestra	
picnómetro agua	

3.3.6.1. Cálculos.

3.3.7. Dictamen.

3.4. Índice de refracción. MGA 0741.
Aproximadamente de 1.474.

3.4.1. Fundamento.

3.4.2. Procedimiento.

Preparar la muestra como se indica en la monografía correspondiente. Ajustar la temperatura del aparato y de la muestra según se requiera, depositar una gota sobre la superficie del prisma de medición, evitar que se formen burbujas cerrar y obtener un mínimo de tres lecturas por muestra, calcular el promedio.

El promedio obtenido está comprendido dentro de los límites especificados en la monografía correspondiente.

3.4.3. Elabore un diagrama de flujo que esquematice el procedimiento. Identifique los residuos generados.

3.4.4. Materiales e instrumentos.

Tabla 12. Materiales utilizados en la prueba índice de refracción.

Cantidad	Material
1	Vidrio de reloj.
1	Pipeta berel.

Tabla 13 Instrumentos utilizados en la prueba índice de refracción.

Instrumento
Refractómetro.

Resultados.

Equipo/instrumento utilizado	
Refractómetro de Abbe	Marca:
	Código Interno:
	Alcance:

3.4.5. Registre los resultados obtenidos.

Muestra	índice de refracción
1	
2	
3	
Promedio	
C.V.	

3.4.6. Dictamen.

3.5. Índice de acidez. MGA 0001.

No más de 0.5. Si se emplea en la fabricación de preparación parenterales, no más de 0.3; determinar en 10.0 g del aceite a examinar.

3.5.1. Fundamento

3.5.2. Reacciones involucradas.

3.5.3. Preparación de reactivos.

3.5.3.1. Preparación de HCl 0.1 N.

En un matraz volumétrico de 1000 mL, depositar 200 mL de agua, agregar lentamente 8.5 mL de ácido clorhídrico. Enfriar a temperatura ambiente y llevar a volumen con agua.

3.5.3.2. Valoración HCl 0.1N

Disolver 100 mg de carbonato de sodio anhidro, (secar previamente a 270°C durante 1h) en 20 mL de agua y mezclar hasta disolución completa, agregar 0.1 mL de SI anaranjado de metilo y titular con la SV de ácido clorhídrico hasta vire amarillo rojizo. Calentar a ebullición y continuar la titulación hasta que el color amarillo rojizo no desaparezca. Calcular la normalidad o molaridad considerando que cada mililitro de SV de ácido clorhídrico 0.1 N o 0.1 M es equivalente a 5.3 mg de Na₂CO₃ anhidro.

3.5.3.3. Elabore un diagrama de flujo para que esquematice el procedimiento.
Identifique los residuos generados.

RESULTADOS

3.5.3.4. Registre los datos obtenidos.

Equipo/instrumento utilizado	
Balanza analítica	Marca:
	Código Interno:
	Alcance:

Tabla 14. Valoración de HCl 0.1 N.

Muestra	g Na ₂ CO ₃	mL gastados HCl
1		
2		
3		

3.5.3.5. Cálculos.

3.5.3.6. Preparación NaOH 0.1 N.

En un matraz volumétrico de 1000 mL, disolver 4.2g de hidróxido de sodio en agua libre de dióxido de carbono. Llevar a volumen con el mismo disolvente.

3.5.3.7. Valoración de NaOH 0.1 N.

Titular 20 mL de la solución con SV de ácido clorhídrico 0.1 N o 0.1 M usando el indicador prescrito en el ensayo en el cual se va a utilizar la solución.

Calcular la normalidad o molaridad considerando que cada mililitro de solución de ácido clorhídrico 0.1 N o 0.1 M es equivalente a 4.0 mg de NaOH.

3.5.4. Elabore un diagrama de flujo que esquematice el procedimiento. Identifique los residuos generados.

RESULTADOS

3.5.5. Registre los resultados obtenidos.

Tabla 15. Valoración NaOH 0.1 N.

Muestra	mL HCl	mL NaOH gastados
1		
2		
3		

3.5.6. Cálculos.

3.5.7. Procedimiento para realizar el índice de acidez. .

Procedimiento. En un matraz Erlenmeyer de 250 mL con tapón esmerilado, disolver 10.0g de la muestra en 50 mL de una mezcla de alcohol: éter dietílico (1:1), neutralizada previamente. Titular con SV de hidróxido de potasio 0.1M o SV de hidróxido de sodio 0.1 M, hasta que un color rosa persista por lo menos durante 15s.

3.5.8. Elabore un diagrama de flujo que esquematice el procedimiento. Identifique los residuos generados.

3.5.9. Residuos.

Tabla 16. Residuos generados por la prueba de índice de acidez.

RESIDUO	TRATAMIENTO
R1: HCl/ Na ₂ CO ₃ / anaranjado de metilo	.
R2. NaOH/ fenolftaleína/ HCl	
R3: alcohol/éter/aceite de maíz/NaOH/fenolftaleína	

3.5.10. Materiales, instrumentos y reactivos.

Tabla 17. Material utilizado para la prueba de índice de acidez en aceite de maíz.

CANTIDAD	MATERIALES
2	*Matraz volumétrico 1000 mL
1	* Matraz volumétrico 500 mL
3	Matraz con tapón esmerilado
2	Probeta 250 mL
1	Probeta 50 mL
4	Vaso de precipitados 250 mL
4	Vaso de precipitados 100 mL
1	Pipeta graduada 10 mL
3	Nave para pesar
1	Espátula
6	Matraz Erlenmeyer 250 mL
1	Pipeta volumétrica de 20 mL

*Solo equipos designados.

Tabla 18. Instrumento utilizado para la prueba de índice de acidez en aceite de maíz.

Instrumento
Balanza analítica.

Tabla 19. Reactivos utilizados para la prueba de índice de acidez.

Reactivo	SALUD	INFLAMABILIDAD	REACTIVIDAD	ICONOGRAMA
Alcohol	0	3	0	
Éter dietílico	1	4	0	
NaOH	3	0	1	
HCl	3	0	0	
Na ₂ CO ₃	2	0	0	
Fenolftaleína	1	0	0	
Anaranjado de metilo	2	1	0	

RESULTADOS

3.5.11. Registre los resultados obtenidos.

Equipo/instrumento utilizado	
Balanza analítica	Marca:
	Código Interno:
	Alcance:

Tabla 20. Resultado de índice de acidez del aceite de maíz.

Muestra	g aceite de maíz	Volumen gastado NaOH 0.1 N
1		
2		
3		

3.5.12. Cálculos.

3.5.13. Dictamen.

3.6. Agua MGA 0041

No más del 0.1 por ciento. Determinar en 1.0 g del aceite a examinar.

3.6.1. Fundamento.

3.6.2. Procedimiento.

I. **Preparación del reactivo de Karl-Fischer.** Producto comercial

II. **Estandarización del reactivo.** Determinar el factor del reactivo de Karl-Fischer el día de su uso.

Transferir alrededor de 36 mL de metanol al vaso de titulación, accionar el mecanismo de la bureta automática y permitir que se neutralice cualquier cantidad de agua que pudiera estar presente en el metanol. No debe considerarse este gasto de reactivo para el cálculo del factor. Por el tamaño de la celda de reacción determinar el factor con 20 μ L de agua empleando microjeringa de Hamilton. (por triplicado; sólo lo realiza un equipo designado).

Preparación de la muestra. A menos que se especifique otra cosa en la monografía del producto, usar una cantidad de la muestra, exactamente pesada o medida, que se estime contenga de 10 mg a 250mg de agua.

Procedimiento. A menos que otra cosa se indique en la monografía individual, transferir de 35 mL a 40 mL de metanol, al vaso de titulación y neutralizar el agua que pudiera contener, accionando el interruptor de la bureta automática y esperando la señal del aparato que indica el término de la reacción. Este gasto de reactivo, no debe tomarse en consideración para los cálculos.

Agregar rápidamente una porción de la muestra exactamente pesada o medida, al vaso de titulación, agitar y titular otra vez con el reactivo de Karl-Fischer hasta el punto final.

3.6.3. Elabore un diagrama de flujo que esquematice el procedimiento. Identifique los residuos generados.

3.6.4. Residuos

Tabla 21. Residuos generados en la determinación de agua del aceite de maíz.

Residuos	Tratamiento
Reactivo de Karl-Fischer+aceite de maíz+metanol	

3.6.5. Materiales, instrumentos y reactivos.

Tabla 22. Materiales utilizados en la determinación de agua del aceite de maíz.

Cantidad	Materiales
1	jeringa de Hamilton de 25 μ L
3	Vaso de precipitados de 250 mL
2	Jeringa 10 mL
1	Nave de pesado.

Tabla 23. Instrumentos utilizados en la determinación de agua del aceite de maíz.

Instrumento
Acuómetro.
Balanza analítica

Tabla 24. Reactivos utilizados en la determinación de agua del aceite de maíz.

Reactivo	SALUD	INFLAMABILIDAD	REACTIVIDAD	PROTECCIÓN
Metanol	2	3	0	
Reactivo de Karl-Fischer	2	2	0	

RESULTADO

3.6.6. Registre los resultados obtenidos.

Equipo/instrumento utilizado	
Balanza analítica	Marca:
	Código Interno:
	Alcance:
Acuómetro	Marca:
	Código Interno:
	Alcance:

Tabla 25. Estandarización del reactivo.

Muestra	μL de agua	Reactivo Karl-Fischer (mL)
1		
2		
3		

Tabla 26. Porcentaje de agua en aceite de maíz.

Muestra	Aceite de maíz (mg)	Reactivo Karl-Fischer (mL)
1		
2		
3		

3.6.7. Cálculos.

3.6.7.1. Estandarización del reactivo.

3.6.7.2. Porcentaje de agua.

3.6.8. Dictamen.

Informe del análisis de la materia prima: Aceite de maíz.

9.1.2. Análisis de una materia prima: Aceite de Ricino

1. Objetivo general.

Que los alumnos obtengan conozcan la Farmacopea Herbolaria y su manejo, así como el desarrollo de habilidades siguiendo los métodos de análisis indicados en la Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos y la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos.

1.1. Objetivos particulares.

- ∞ Aplicar los métodos descritos en la FEUM 11°, 10° y 9 ° edición y los enunciados en la FEUM Herbolaria para realizar las siguientes determinaciones: descripción, solubilidad, densidad relativa, rotación óptica, índice de refracción y determinación de agua.
- ∞ Realizar el trabajo con rigor analítico.
- ∞ Cumplir con Buenas Prácticas de Laboratorio y de Documentación.
- ∞ Verificar que los métodos sean idóneos.
- ∞ Tener estudios de repetibilidad y reproducibilidad como métodos para evaluar la validez de los resultados obtenidos.
- ∞ Fomentar la responsabilidad que conlleva el tratamiento, confinamiento y disposición de los residuos generados durante el análisis.

2. Antecedentes.

El aceite de ricino por definición es: Aceite fijo de las semillas del *Ricinus communis* L. familia Euphorbiaceae, obtenido por expresión en frío y siguiente refinado. Se puede agregar un antioxidante adecuado.

Sinónimos: aceite de castor; aceite de higuera; aceite de palma chresti.

Defina los siguientes términos.

Aceite esencial:

Bibliografía.

Droga vegetal:

Bibliografía.

Peso constante:

Bibliografía.

Solubilidad:

Bibliografía.

3. Procedimiento experimental.

3.1. Descripción de la materia prima.

3.1.1. Procedimiento experimental.

Tomar 5mL de aceite de ricino en un vaso de precipitado de 50 mL, observar y registrar las observaciones.

3.1.2. Elabore un diagrama de flujo que esquematice el procedimiento. Identifique los residuos generados.

3.1.3. Residuos.

Tabla 1. Residuos generados por la prueba de descripción del aceite de ricino.

RESIDUOS	TRATAMIENTO
RI: Aceite de ricino.	

3.1.4. Materiales y reactivos.

Tabla 2. Material utilizado para la prueba de descripción del aceite de ricino.

CANTIDAD	MATERIAL
1	Vaso de precipitados 50 mL

RESULTADOS

3.1.5. Registre los resultados obtenidos.

3.1.6. Dictamen.

3.2. Solubilidad.

Miscible con alcohol y ácido acético glacial. Poco soluble en éter de petróleo.

3.2.1. Fundamento.

FEUM 9° Edición.

3.2.2. Procedimiento.

3.2.3. Elabore un diagrama de flujo que esquematice el procedimiento. Identifique los residuos generados.

3.2.4. Residuos.

Tabla 5. Residuos generados por la prueba de solubilidad del aceite de ricino.

Residuos	Tratamiento
R1: alcohol con aceite de ricino	
R2: ácido acético glacial con aceite de ricino	

3.2.5. Materiales y reactivos.

Tabla 6. Material utilizado para la prueba de solubilidad.

Cantidad	Material
9	Matraz Erlenmeyer 150 mL
1	Probeta 10 mL
1	Pipeta berel
3	Vaso de precipitados 50 mL
1	Piseta

Tabla 7. Índices de seguridad de los reactivos utilizados en la prueba de solubilidad del aceite de ricino.

Reactivo	SALUD	INFLAMABILIDAD	REACTIVIDAD	ICONOGRAMA
Alcohol	0	3	0	
Ácido acético glacial				

Resultados.

3.2.6. Registre los resultados obtenidos.

Aceite (g)	Disolvente (mL)

3.2.7. Dictamen.

3.3. Densidad relativa. MGA 0251.

Aproximadamente 0.958.

3.3.1. Fundamento.

3.3.2. Procedimiento.

Para la realización de este procedimiento, es necesario tomar una muestra necesaria para las determinaciones tanto de aceite de ricino, así como de agua en vasos de precipitados y esta muestra debe permanecer en un baño de hielo.

Lavar completamente el picnómetro, enjuagar con abundante agua destilada y secar por completo. Una vez completamente seco, pesar el picnómetro previamente ensamblado. Registrar esta masa.

Llenar el picnómetro con el aceite de ricino, cubrir con papel absorbente y colocar lentamente el termómetro, el aceite saldrá por el tubo capilar, cuidando de que el aceite no cubra todo el exterior del picnómetro. Limpiar por completo el exterior del picnómetro. Con ayuda de las manos y un papel absorbente envolver el picnómetro hasta que este llegue a

la temperatura deseada, cuando el aceite se encuentre a 20°C colocar el tapón y pesarlo. Registrar la masa.

Lavar el picnómetro completamente y repetir el procedimiento con agua destilada enfriada previamente.

3.3.3. Elabore un diagrama de flujo que esquematice el procedimiento. Identifique los residuos generados.

3.3.4. Residuos.

Tabla 8. Residuos generados por la prueba de densidad relativa del aceite de ricino.

Residuos	Tratamiento
R1: aceite de ricino	

3.3.5. Materiales e instrumentos.

Tabla 9. Material utilizado para la prueba de densidad relativa del aceite de ricino.

Cantidad	Material
2	Vaso de precipitados 250 mL
1	Charola
1	Balanza analítica.
1	Piseta
1	Picnómetro

Tabla 10. Instrumento utilizado para la prueba de densidad relativa del aceite de ricino.

Instrumento
Balanza analítica

Resultados.

3.3.6. Registre los resultados obtenidos.

Equipo/instrumento utilizado	
Balanza analítica	Marca:
	Código Interno:
	Alcance:

Muestra	peso (g)
picnómetro vacío	
picnómetro muestra	
picnómetro agua	

3.3.6.1. Cálculos.

3.3.7. Dictamen.

3.4. Rotación óptica. MGA 0771.

Entre $+3.5^\circ$ y $+6.0^\circ$.

3.4.1. Fundamento.

3.4.2. Procedimiento.

Ajustar su temperatura a 25°C, pasarla la muestra al tubo del polarímetro. Efectuar, cuando menos, cinco lecturas de la rotación observada a 25°C. La prueba en blanco se verifica empleando un tubo seco y vacío.

“Sustituir el tubo que contiene la solución de la muestra, por el que contiene el disolvente y efectuar con este, un número igual de lecturas. Para obtener la rotación observada corregida, ajustar el aparato a cero, promediar las lecturas de la prueba en blanco y sustraer de este el promedio de las lecturas de la rotación observada, si las dos cifras son del mismo signo, o agregarlo si las cifras tienen signo opuesto.”

3.4.3. Diagrama de flujo.

3.4.4. Materiales e instrumento.

Tabla 11. Materiales utilizados en la prueba de rotación óptica.

Cantidad	Materiales
2	Vaso de precipitados 50 mL

Tabla 12. Instrumento utilizado para la prueba de rotación óptica del aceite de ricino.

Instrumento
Polarímetro

Resultados.

3.4.5. Registre los resultados obtenidos.

Muestra	Rotación óptica
1	
2	
3	
Promedio	
C.V.	

3.4.6. Dictamen.

3.5. Índice de refracción. MGA 0741.

Aproximadamente de 1.479.

3.5.1. Fundamento.

3.5.2. Procedimiento.

Preparar la muestra como se indica en la monografía correspondiente. Ajustar la temperatura del aparato y de la muestra según se requiera, depositar una gota sobre la superficie del prisma de medición, evitar que se formen burbujas cerrar y obtener un mínimo de tres lecturas por muestra, calcular el promedio.

El promedio obtenido está comprendido dentro de los límites especificados en la monografía correspondiente.

3.5.3. Elabore un diagrama de flujo que esquematice el procedimiento. Identifique los residuos generados.

3.5.4. Materiales e instrumentos.

Tabla 13. Materiales utilizados en la prueba índice de refracción.

CANTIDAD	MATERIAL
1	Vidrio de reloj.
1	Pipeta berel.
1	Piseta de agua.
2	Vasos de precipitados 50 mL.
1	Parrilla de calentamiento.

Tabla 14. Instrumentos utilizados en la prueba índice de refracción.

Instrumento
Refractómetro.

Resultados.

Equipo/instrumento utilizado	
Refractómetro de Abbe	Marca:
	Código Interno:
	Alcance:

3.5.5. Registre los resultados obtenidos.

Muestra	índice de refracción
1	
2	
3	
Promedio	
C.V.	

3.5.6. Dictamen.

3.6. Índice de acidez. MGA 0001.

No más de 0.8. Disolver 5.0g en 25 mL de la mezcla de disolventes indicada.

3.6.1. Fundamento.

3.6.2. Reacciones involucradas.

3.6.3. Preparación de reactivos.

3.6.3.1. Preparación de HCl 0.1 N.

En un matraz volumétrico de 1000 mL, depositar 200 mL de agua, agregar lentamente 8.5 mL de ácido clorhídrico. Enfriar a temperatura ambiente y llevar a volumen con agua.

3.6.3.2. Valoración HCl 0.1N

Disolver 100 mg de carbonato de sodio anhidro, (secar previamente a 270°C durante 1h) en 20 mL de agua y mezclar hasta disolución completa, agregar 0.1 mL de SI anaranjado de metilo y titular con la SV de ácido clorhídrico hasta vire amarillo rojizo. Calentar a ebullición y continuar la titulación hasta que el color amarillo rojizo no desaparezca. Calcular la normalidad o molaridad considerando que cada mililitro de SV de ácido clorhídrico 0.1 N o 0.1 M es equivalente a 5.3 mg de Na₂CO₃ anhidro.

3.6.3.3. Elabore un diagrama de flujo que esquematice el procedimiento HCl 0.1 N.
Identifique los residuos generados.

RESULTADOS

3.6.3.4. Registre los datos obtenidos.

Equipo/instrumento utilizado	
Balanza analítica	Marca:
	Código Interno:
	Alcance:

Tabla 15. Valoración de HCl 0.1 N.

Muestra	g Na ₂ CO ₃	mL gastados HCl
1		
2		
3		

3.6.3.5. Cálculos.

3.6.3.6. Preparación NaOH 0.1 N.

En un matraz volumétrico de 1000 mL, disolver 4.2g de hidróxido de sodio en agua libre de dióxido de carbono. Llevar a volumen con el mismo disolvente.

3.6.3.7. Valoración de NaOH 0.1 N.

Titular 20 mL de la solución con SV de ácido clorhídrico 0.1 N o 0.1 M usando el indicador prescrito en el ensayo en el cual se va a utilizar la solución.

Calcular la normalidad o molaridad considerando que cada mililitro de solución de ácido clorhídrico 0.1 N o 0.1 M es equivalente a 4.0 mg de NaOH.

- 3.6.4. Elabore un diagrama de flujo que esquematice el procedimiento NaOH 0.1 N. Identifique los residuos generados.

RESULTADOS

3.6.5. Registre los resultados obtenidos.

Tabla 16. Valoración NaOH 0.1 N.

Muestra	mL HCl	mL NaOH gastados
1		
2		
3		

3.6.6. Cálculos.

3.6.7. Procedimiento.

Procedimiento. En un matraz Erlenmeyer de 250 mL con tapón esmerilado, disolver 10.0g de la muestra en 50 mL de una mezcla de alcohol: éter dietílico (1:1), neutralizada previamente. Titular con SV de hidróxido de potasio 0.1M o SV de hidróxido de sodio 0.1 M, hasta que un color rosa persista por lo menos durante 15s.

3.6.8. Elabore un diagrama de flujo que esquematice el procedimiento. Identifique los residuos generados.

3.6.9. Residuos.

Tabla 17. Residuos generados por la prueba de índice de acidez.

Residuo	Tratamiento
R1: HCl/ Na ₂ CO ₃ / anaranjado de metilo	
R2. NaOH/ fenolftaleína/ HCl	
R3: alcohol/éter/aceite de ricino/NaOH/ fenolftaleína	

Revisado por la UGA

3.6.10. Materiales, instrumentos y reactivos.

Tabla 18. Material utilizado para la prueba de índice de acidez en aceite de ricino.

CANTIDAD	MATERIALES
2	*Matraz volumétrico 1000 mL
1	*Matraz volumétrico 500 mL
3	Matraz con tapón esmerilado
2	Probeta 250 mL
1	Probeta 50 mL
4	Vaso de precipitados 250 mL
4	Vaso de precipitados 100 mL
1	Pipeta graduada 10 mL
3	Nave para pesar
1	Espátula
6	Matraz Erlenmeyer 250 mL
1	pipeta volumétrica de 20 mL

*Sólo equipo designado

Tabla 19. Instrumento utilizado para la prueba de índice de acidez en aceite de ricino

Instrumento
Balanza analítica

Tabla 20. Reactivos utilizados para la prueba de índice de acidez.

Reactivo	SALUD	INFLAMABILIDAD	REACTIVIDAD	ICONOGRAMA
Alcohol	0	3	0	
Éter dietílico	1	4	0	
NaOH	3	0	1	
HCl	3	0	0	
Na ₂ CO ₃	2	0	0	
Fenolftaleína	1	0	0	
Anaranjado de metilo	2	1	0	

RESULTADOS

3.6.11. Registre los resultados obtenidos.

Equipo/instrumento utilizado	
Balanza analítica	Marca:
	Código Interno:
	Alcance:

Tabla 20. Resultado de índice de acidez del aceite de ricino.

Muestra	Gramos aceite de ricino	Volumen gastado NaOH 0.1 N
1		
2		
3		

3.6.12. Cálculos.

3.6.13. Dictamen.

3.7. Agua. MGA 0041

No más del 0.2 por ciento. Determinar en 5.0 g del aceite a examinar. Si se emplea en la fabricación de preparaciones parenterales.

3.7.1. Fundamento.

3.7.2. Procedimiento.

III. **Preparación del reactivo de Karl-Fischer.** Producto comercial

IV. **Estandarización del reactivo.** Determinar el factor del reactivo de Karl-Fischer el día de su uso.

Transferir alrededor de 36 mL de metanol al vaso de titulación, accionar el mecanismo de la bureta automática y permitir que se neutralice cualquier cantidad de agua que pudiera estar presente en el metanol. No debe considerarse este gasto de reactivo para el cálculo del factor. Por el tamaño de la celda de reacción determinar el factor con 20 μ L de agua empleando microjeringa de Hamilton.

V. **Preparación de la muestra.** A menos que se especifique otra cosa en la monografía del producto, usar una cantidad de la muestra, exactamente pesada o medida, que se estime contenga de 10 mg a 250 mg de agua.

Procedimiento. A menos que otra cosa se indique en la monografía individual, transferir de 35 mL a 40 mL de metanol, al vaso de titulación y neutralizar el agua que pudiera contener, accionando el interruptor de la bureta automática y esperando la señal del aparato que indica el término de la reacción. Este gasto de reactivo, no debe tomarse en consideración para los cálculos.

Agregar rápidamente una porción de la muestra exactamente pesada o medida, al vaso de titulación, agitar y titular otra vez con el reactivo de Karl-Fischer hasta el punto final.

3.7.3. Elabore un diagrama de flujo que esquematice el procedimiento. Identifique los residuos generados.

3.7.4. Residuos

Tabla 22. Residuos generados en la determinación del contenido de agua en aceite de ricino.

Residuos	Tratamiento
Reactivo de Karl-Fischer+aceite de ricino+metanol	

3.7.5. Materiales y reactivos.

Tabla 23. Materiales utilizados en la determinación de agua del aceite de ricino.

Cantidad	Materiales
3	Vaso de precipitado
2	Jeringa 10 mL
1	Nave de pesado.
1	Espátula

Tabla 24. Materiales utilizados en la determinación de agua del aceite de ricino.

Instrumento
Balanza analítica
Acuómetro

Tabla 25. Reactivos utilizados en la determinación de agua del aceite de ricino.

Reactivo	SALUD	INFLAMABILIDAD	REACTIVIDAD	PROTECCIÓN
Metanol	2	3	0	
Reactivo de Karl-Fischer	2	2	0	

RESULTADO

3.7.6. Registre los resultados obtenidos.

Equipo/instrumento utilizado	
Balanza analítica	Marca:
	Código Interno:
	Alcance:
Acuómetro	Marca:
	Código Interno:
	Alcance:

Tabla 26. Estandarización del reactivo.

Muestra	μL de agua	Reactivo Karl-Fischer (mL)
1		
2		
3		

Tabla 27. Porcentaje de agua en aceite de ricino.

Muestra	Aceite de ricino (mg)	Reactivo Karl-Fischer (mL)
1		
2		
3		

3.7.7. Cálculos.

3.7.7.1. Estandarización del reactivo.

3.7.7.2. Porcentaje de agua en aceite de ricino.

3.7.8. Dictamen.

Informe de la materia prima: Aceite de ricino

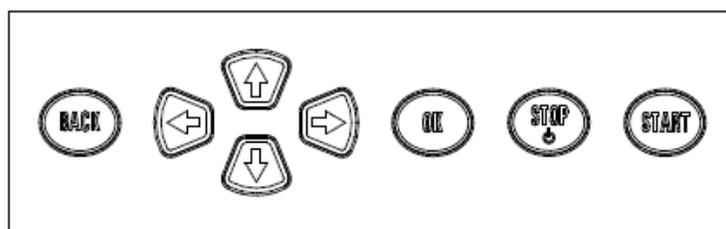
10. Anexo II

10.1. Manual de operación del Acuómetro.

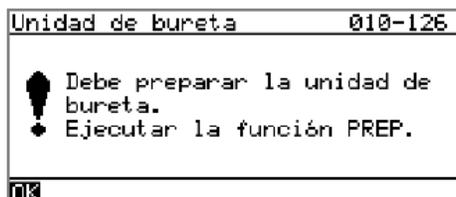
PARTES DEL EQUIPO



1. Unidad de control.
2. Unidad de bureta.
3. Vaso de titulación.
4. Bomba de adición y vacío
5. Impresora.
6. Teclado numérico.



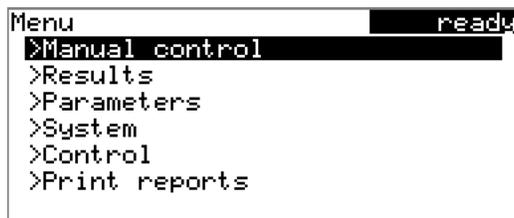
1. Encender la impresora.
2. Encender el acuómetro.
3. A continuación aparecerá una solicitud para purgar las mangueras.



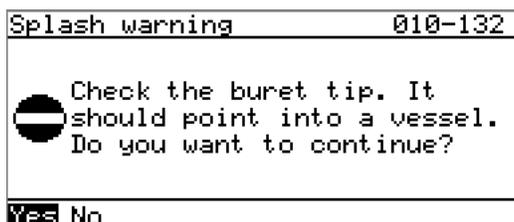
4. Se presiona la tecla OK para continuar.
5. Aparecerá en la pantalla el menú principal.



6. Colocar el cursor en menú, y presionar OK.
7. En menú seleccionar CONTROL MANUAL.



8. En control manual seleccionar PREP. Aparecerá la siguiente pantalla.



9. Presionar OK, comenzará el vaciado de la bureta para eliminar las burbujas que pudieran existir.

Se vacía 2 veces la bureta, sin embargo si no tienen burbujas se puede cancelar después de la primera para no gastar reactivo.

10. Regresar al menú principal y seleccionar METHOD.

```
>Menu ready
Method KFT Ipol-Blank
ID1
ID2
Sample size 1.0
Sample unit g
```

11. Se selecciona TITERIPOL.

```
Method table ready
KFT Ipol
Titer Ipol
Blank Ipol
KFT Ipol-Blank
KFT Upol
Titer Upol
Load
```

12. Una vez cargado el método el sistema regresa a la pantalla principal, seleccionar MENÚ, y en este seleccionar PARAMETERS

```
Menu ready
>Manual control
>Results
>Parameters
>System
>Control
>Print reports
```

13. En parámetros se selecciona START CONDITIONING para el agua destilada se selecciona con ayuda del teclado 120 seg ó 2 min para comenzar la titulación.

```
Parameters ready
>Conditioning
>Start conditions
>Control parameters
>Titration parameters
>Stop conditions
>Calculation
>Statistics
```

Este tiempo dependerá de la muestra y el tiempo que esta tarde en disolverse, por lo que es importante conocer la solubilidad de la muestra por si es necesario aumentar o disminuir este tiempo de espera.

14. Una vez colocado el tiempo se oprime BACK y se regresa al menú anterior.

15. Seleccionar STOP CONDITIONS. Seleccionar STOP VOLUMEN. Con ayuda del teclado colocar 20 mL.

Esto indica que si la titulación llega a 20 mL de reactivo de Karl-Fischer gastados se detendrá la titulación.

16. Oprimir BACK hasta regresar a PARAMETERS

```
Parameters ready
>Conditioning
>Start conditions
>Control parameters
>Titration parameters
>Stop conditions
>Calculation
>Statistics ↓
```

17. Seleccionar CALCULATION.

18. Seleccionar FACTOR <FCT>

```
Calculation ready
(C000*FCT)/EP1
Factor (FCT) 1.0
Decimal places 4
Result unit mg/mL
```

Acéptelo con **Accept** o [BACK] hasta regresar a la pantalla principal.

19. De acuerdo al estándar a utilizar (por el porcentaje de agua teórico de la muestra) introducir el valor del factor. (en este caso debido a tamaño del vaso de titulación elegir agua destilada).

Para contenidos de agua mayores a 1%:

Agua 1000 mg/g o el indicado en el certificado si se emplea un estándar comercial.

Para contenidos de agua menores a 1%:

Se emplea Tartrato de sodio dihidratado cuyo factor es de 156.64 mg/g

Estándar empleado	Unidades de la muestra	Factor (FCT)
Agua	g	1000
Tartrato de sodio dihidratado	g	156.6
Tartrato de sodio dihidratado	mg	0.1566

20. Presionar ACCEPT, y el sistema regresa a la pantalla principal.

21. Regresar a la pantalla de parámetros.

```
Parameters ready
>Conditioning
>Start conditions
>Control parameters
>Titration parameters
>Stop conditions
>Calculation
>Statistics
```

22. Seleccionar STATISTICS.

23. Seleccionar STATISTICS y si está en ON el sistema calculará promedio y coeficiente de variación de las muestras a analizar.

24. Seleccionar NUMBER OF SAMPLES para seleccionar el número de muestras a analizar.

```
Statistics ready
Statistics on
Number of samples 3
```

Una vez realizados estos pasos se puede comenzar con el cálculo del factor

25. En el vaso de titulación, se encuentra un teclado abajo, y con ayuda de éste se debe drenar el metanol, posteriormente añadir más metanol.

26. Presionar la tecla START

27. Una vez realizado este paso en la pantalla aparecerá el siguiente diálogo.

```

Titer Ipol                               cond. busy
Conditioning not OK
Drift                                     80 µL/min
Stirrer

```

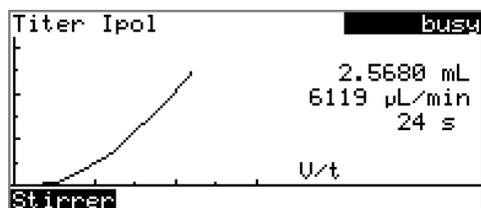
28. Presionar STIRRER para comenzar a “neutralizar” el agua que el metanol pudiera tener.
29. Una vez terminado el acondicionamiento, en la pantalla en la parte superior derecha cambia el diálogo de COND. BUSY a COND OK.
30. Cuando el acondicionamiento termine aparecerá en la pantalla la solicitud para adicionar la muestra. Se adiciona al vaso de titulación, cuidando que esta sea introducida por completo y que no quede en las paredes.
31. Después de 8 segundos, aparece en la pantalla que se introduzca el peso de la muestra.
32. Ingresar el peso de la muestra con ayuda del teclado. Y presionar OK.

```

Titer Ipol                               hold
Sample size                               1.0
Press [START] key to continue

```

33. Presionar START para iniciar la titulación.
34. Una vez iniciada la titulación en la pantalla aparecerá la curva de titulación.



35. Cuando se termina la titulación, comienza el llenado de la bureta, en la pantalla aparecerá los resultados de la titulación. Y se imprimirán los resultados.

```

Results                                cond.ok
Titer                                4.9993 mg/mL
EP1                                  5.1940 mL
Regular stop
Curve Recalc Statistics

```

36. Realizar las determinaciones faltantes repitiendo los pasos a partir del paso 30.

37. Si es necesario y el volumen del vaso pasa de la mitad o bien ya no mezcla adecuadamente vaciar el vaso de titulación y adicionar metanol, si se realiza esto se debe volver a calibrar. (Esto sucede al emplear tartrato de sodio * 2 H₂O)

38. Al terminar las determinaciones en la barra de funciones inferior seleccionar STATISTICS. Aquí se muestra la media, desviación estándar absoluta y desviación estándar relativa.

```

Statistics                                cond.ok
Titer
  Mean(5) 5.0011 mg/mL
  s abs 0.00641 mg/mL
  s rel 0.13 %
Statistics 5/5
Details Reset Increase

```

39. En la barra de funciones presionar DETAILS, aparecerá en la pantalla el resultado de cada muestra, incluyendo el peso.

40. Se pueden seleccionar las muestras que sean necesarias y eliminarlas presionando ON/OFF.

41. Para comenzar con la titulación en el menú principal seleccionar METHOD

```

Method table                                ready
KFT Ipol
Titer Ipol
Blank Ipol
KFT Ipol-Blank
KFT Upol
Titer Upol
Load

```

42. Seleccionar KFT IPOL.

43. En el menú principal seleccionar parameters.

```

Parameters                                ready
>Conditioning
>Start conditions
>Control parameters
>Titration parameters
>Stop conditions
>Calculation
>Statistics

```

44. Seleccionar CALCULATION.

```

Calculation                                ready
EP1*TITER*FCT/(COO*DIU)
Factor (FCT)                               0.1
Divisor (DIU)                              1.0
Titer                                       1.000
Decimal places                             2
Result unit                                %

```

45. Seleccionar ED1*TITER+FCT/<COO*DIV>

46. Aparecerá en la pantalla una tabla en la que se prestan las opciones para los cálculos.

Result	Smpl	Factor	Divisor
%	g	0.1	1
%	mg	100	1
%	mL	0.1	density ¹
ppm	g	1000	1
ppm	mL	1000	density ¹
mg/mL	g	density ¹	1
mg/mL	mL	1	1

47. En la tabla RESULT muestra las unidades posibles en que se puede dar los resultados, SMPL es la unidad en la que se ingresará el peso de la muestra. dependiendo de lo que se elige obtener el valor tanto de FACTOR como de DIVISOR. Para cerrar la tabla oprimir BACK.

48. De acuerdo a lo observado en la pantalla de CALCULATION seleccionar FACTOR y mediante el teclado introducir el valor que se observó en la tabla.

49. Realizar lo mismo con DIVISOR.

```

Calculation                                ready
EP1*TITER*FCT/(COO*DIU)
Factor (FCT)                               0.1
Divisor (DIU)                              1.0
Titer                                       1.000
Decimal places                             2
Result unit                                %

```

50. Oprimir BACK para regresar a PARAMETERS

```
Parameters ready
>Conditioning
>Start conditions
>Control parameters
>Titration parameters
>Stop conditions
>Calculation
>Statistics
```

51. Oprimir STATISTICS, seleccionar ON. Aparecerá el parámetro NUMBER OF DETERMINATIONS, introducir el número de muestras y presionar ACCEPT.

52. Vaciar el vaso de titulación, y adicionar metanol nuevamente.

53. Iniciar el acondicionamiento pulsando START, hasta que en la pantalla indique COND. OK (el acondicionamiento se mantendrá activo).

```
KFT Ipol cond.ok
Conditioning OK
++Drift 1.8 µL/min
Stirrer
```

54. Introducir los datos de la muestra.

55. Seleccionar ID1 confirmando con OK introducir el nombre de la muestra y confirmar con BACK.

56. Seleccionar ID2 y realizar el mismo procedimiento anterior. Regresar a la pantalla de acondicionamiento oprimiendo BACK.

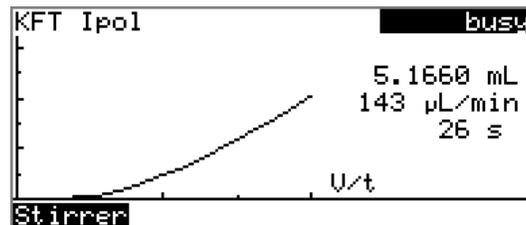
57. Adicionar la muestra cuidando que entre por completo al vaso de titulación y no resbalar por las paredes.

```
KFT Ipol busy
Add sample 5 s
Stirrer
```

58. Presionar START.

59. En la pantalla se solicita el peso de la muestra (pesar por diferencia), mediante el teclado, introducir el peso de esta y presionar ok y confirmar con START.

60. Iniciar la titulación presionar STAR y aparecerá la curva.



61. Al finalizar la titulación, se mostrarán los resultados y se imprimirá el reporte.

62. Realizar las determinaciones restantes.

63. Realizar los pasos 38-40 para los cálculos finales de la muestra.

64. Al finalizar el análisis presionar STOP para detener el acondicionamiento.