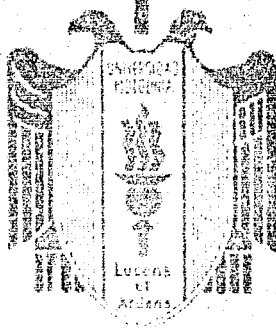


214

ENSAYO ESPECTROFOTOMETRICO DE
EXTRACTO BLANDO DE NUEZ
VOMICA. _____



LIZETTE STERLING AGUILERA

MEXICO,

1957



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.

-
- **Ensayo Espectrofotométrico de
Extracto Blando de Nuez Vómica.**

T E S I S

Que para obtener el título de:
QUIMICO FARMACEUTICO BIOLGO
p r e s e n t a :
LIZETTE STERLING AGUILERA

Con cariño y respeto a mis Padres.

Hago patente mi agradecimiento a los Labora-
torios A. Ruoff y Cía. y en especial al
Sr. Domingo Dosquens que al brindarme
la oportunidad de trabajar en su depar-
tamento de control hizo posible que se
lloviera a cabo este trabajo.

C O N T E N I D O :

- I.- Introducción.**
- II.- Métodos y material.**
- III.- Parte experimental.**
- IV.- Resumen de resultados.**
- V.- Conclusiones.**
- VI.- Bibliografía.**

I N T R O D U C C I O N

El presente trabajo que se realizó en el laboratorio de control de A. Rueff y Cía., tiene por objeto el facilitar la determinación cuantitativa de alcaloides en los extractos-vegetales, tan usados en la Industria Farmacéutica.

Dicho trabajo se efectuó en extracto blando de nuez-vómica y se puede generalizar para todos los productos de este tipo. Las determinaciones fueron basadas en métodos oficiales comparándolos con el nuevo método de cambio de iones, - con aplicación del espectrofotómetro.

- MATERIAL Y METODOS -

Para la determinación cuantitativa de estricnina en extractos de nuez vómica, se ha utilizado desde hace muchos años, el método oficial (1), encontrándose siempre dificultades para su extracción, ya sea al extraer los alcaloides de la tintura - pues suelen emulsionarse las impurezas con el solvente haciendo imposible seguir la determinación, ó muchas veces la destrucción de la brucina con ácido nítrico no es completa y al terminar se obtienen resultados erróneos. Además existe el hecho de lo lento del ensayo, ya que se efectúa en un tiempo promedio de 6 a 8 horas.

Es por eso que se han hecho numerosas investigaciones -- con el objeto de mejorar el método oficial, tanto en técnica - como en tiempo de ensayo.

Entre los estudios que se han hecho al respecto tenemos primeramente pruebas de precipitación efectuadas por Wachmuth - (2), determinaciones colorimétricas reportadas por Rolland-Le--clercq (3).

También ha sido estudiada la separación cromatográfica - de estricnina y brucina usando alúmina de ensayo por Reimers, - Gottlieb, Christensen (4), y otros (5,6). Dentro de la rama de cromatografía se han utilizado diversos tipos de ésta, entre -- ellos están la cromatografía ascendente en papel estudiada por Mesnard y Boussemart (7), cromatografía en papel en dos di-----recciones usada por Veli, Krogerus, y Tuderman (8). Se ha ense

yado también determinar estricnina y brucina por microcroma--
tografía en papel (9,10), teniéndose la ventaja de necesitar--
una cantidad de muestra pequeña, pero se encontró que era ne--
cesario estabilizar el papel en que se corre el cromatograma--
24 horas, lo que descarta el método. Se estudió también la -
posibilidad de una determinación de análisis por adsorción --
(11) y después este mismo análisis usando un electrodo de an--
timonio (adsorción electrométrica) (12). Otras técnicas han--
sido usadas entre ellas tenemos la determinación potenciomé--
trica de estricnina y brucina reportada por Rimattei y Otto -
(13), los cuales precipitan los alcaloides exceso de ácido pi--
crolónico en alcohol, el líquido sobrenadante se somete a una
titulación potenciométrica teniendo un porcentaje de error --
muy pequeño; el inconveniente de este método es su lentitud, -
pues se tiene que dejar sedimentar el precipitado 4 horas.

Han sido reportados métodos espectrofotométricos simul--
táneos para la determinación de estricnina y brucina (14,15)-
y Bhattacharya y Ganguly (16), examinaron las desviaciones de
la ley de Beer que pueden ocurrir durante tales determinacio--
nes.

Se han descrito también análisis basados en técnicas -
cambiadoras de iones (17,18). Los primeros ensayos de esta -
naturaleza se hicieron colocando la resina sintética en colum--
na, efectuando un proceso semejante al empleado en la cromato--
grafía con alúmina (19).

Recientemente Piantadosi (20), sugirió un ensayo mejor
basado en resinas cambiadora de cationes. Este procedimiento
ofrecía algunas ventajas pero el método entraba la remoción

de la brucina por oxidación seguida de una tediosa extracción de la estricnina.

Revisando el método oficial de ensayo (1) y el trabajo de estos investigadores, se observa que subsiste la necesidad de un ensayo más rápido para la determinación de estricnina en extractos de nuez vómica. El presente trabajo describe este ensayo a partir de extracto blando de nuez vómica, aplicando los métodos oficiales y un método de cambio de iones.

Métodos Oficiales.- 1o. Control oficial de extracto blando de nuez vómica según la Farmacopea Suiza (21).

En un embudo de separación se diluye un g. de extracto en 5 ml de agua, 50 ml de cloroformo y un ml de amoníaco concentrado. Se agita vigorosamente media hora, se deja reposar y después de separar las capas se filtra en papel abierto.

En un erlenmayer de 150 ml se colocan 45 ml del filtrado de la solución clorofórmica que equivale a 0.9 del extracto. Se evapora a baño maría, se recoge el residuo con 5 ml de alcohol evaporándose y volviéndose a redissolver en 5 ml de alcohol calentando ligeramente. Se agregan 5 ml de ácido clorhídrico 0.1 N, 5 gotas de rojo de metilo y 30 ml de agua destilada recientemente hervida y enfriada, se titula el exceso de acidez con solución de hidróxido de sodio 0.1 N hasta desaparición del color rojo. (útese microbureta).

Un ml de ácido clorhídrico 0.1 N es igual a 0.0364gs. de alcaloides.

2o. Dosificación de alcaloides totales en tintura de nuez vómica.

En un matraz erlenmayer de 200 ml se evaporan a baño maría 40 ml de la tintura de nuez vómica hasta reducción a 5 ml, después de enfriar se recupera el residuo con 50 ml de cloroformo y un ml de amoniaco concentrado, se agita vigorosamente media hora. Además se añade un g de goma de tragacanto en polvo y se agita vigorosamente. Se filtra sobre algodón hidrófilo en un matraz erlenmayer, 40 ml de la solución clorofórmica, que equivalen a 32 de la tintura se evaporan completamente a baño maría, el residuo se recupera con 5 ml de alcohol y se evaporan a sequedad, se vuelve a recuperar con 5 ml de alcohol se calienta ligeramente y se añaden 5 ml de ácido clorhídrico 0.1.N, 5 gotas de rojo de metilo y 30 ml de agua recientemente hervida y enfriada, se titula con una solución de hidróxido de sodio 0.1.N hasta desaparición del color rojo (microbureta).

Un ml de ácido clorhídrico 0.1 N = 0.0364 g de alcaloides.

30. Ensayo de estriquina en tintura de nuez vómica.(22).

La tintura de nuez vómica contiene en cada 100 ml no menos de 105 mg ni más de 130 mg de estriquina.

Ensayo: Se pasan 200 ml de la tintura de nuez vómica a un matraz y se añaden aproximadamente 5 ml de ácido sulfúrico 0.1 N en cantidad suficiente para hacer la mezcla ácida al tornasol. Se evapora a baño maría hasta un volumen cercano a 10 ml, se pasa a un matraz volumétrico de 50 ml usando 30 ml de agua para el lavado, enfríe, afofe con agua y mézclese bien. Se deja reposar unos minutos filtrando a través de un filtro seco, rechazando la primera parte del filtrado, se alca

liniza ligeramente con amoniaco solución reactivo y se extrae - con porciones sucesivas de cloroformo hasta que la extracción - sea completa.

Se filtra cada extracto cloroformico en papel saturado - con cloroformo. Cuidadosamente se evaporan los extractos cloro - formicos hasta sequedad a baño maria, se disuelve el residuo ca - lentando con 15 ml de ácido sulfúrico aproximadamente al 3 %, - enfríe a 25°C y añada 3 ml de una mezcla a partes iguales de -- ácido nítrico y una solución al 5 % de nitrito de sodio en agua. Después de agitar esta mezcla se deja reposar exactamente lo mi - nutos a temperatura ambiente. Después de pasado este tiempo se coloca la solución roja inmediatamente en un embudo de separa-- ción conteniendo 50 ml de cloroformo y 15 ml de solución de hi - dróxido de sodio (I a 10) lavando el matraz con agua, añadiendo el agua de el lavado al embudo. Se añade suficiente cantidad - de sosa (I a 10) al embudo para que el contenido sea alcalino - al tornasol, y después agréguese un exceso.

Se agita fuertemente la solución por 10 minutos y déjen- se separar las dos capas. Se pasa la capa de cloroformo a otro embudo de separación y se repite la extracción con porciones -- adicionales de cloroformo hasta que el alcaloide es completamen - te removido. Se añaden 10 ml de agua al extracto cloroformico- combinado, se agita fuertemente y se añade un pedazo pequeño de papel tornasol rojo. El indicador debe señalar una ligera alca - linidad. Si el agua después de agitar con el cloroformo es - - fuertemente alcalina, se pasa el cloroformo a otro embudo y se - agita con otros 10 ml de agua. Se filtra a través de papel fil

tro o algodón saturado con cloroformo en un recipiente. Se lava el papel filtro con cloroformo caliente y se añaden estos lavados al recipiente. Después se agitan los extractos acuosos combinados con 5 ml de cloroformo, se pasa este filtrado a través del papel filtro saturado con cloroformo al recipiente con la solución cloroformica.

Se evaporan los extractos cloroformicos combinados cuidadosamente a baño maría casi a sequedad. Se añade al residuo -- 7 ml de ácido sulfúrico 0.1 N, cuidadosamente medido y 30 ml de agua, se calienta la mezcla a baño maría hasta que los alcaloides se han disueltos y ha desaparecido el olor a cloroformo. -- Enfria a temperatura ambiente y añade una gota de rojo de metilo, se titula el exceso de ácido con solución de hidróxido de sodio 0.02 N. Un ml de ácido sulfúrico 0.1 N = 33.44 mg de estricnina.

Cambiadores de Iones. - (23) En estudios preliminares se hizo un intento para separar brucina y estricnina por técnicas cambiadoras de iones. Se usó para este experimento Amberlita IRC-50 (Rohm y Haas) en sus formas sódica, hidrógeno y amonio, empleándose diferentes condiciones de pH. En razón de los valores K_d (coeficiente de distribución de cambio de iones) para estricnina: fue considerada como unidad para todos los sistemas estudiados, el uso de este método con propósitos de separación no tuvo valor.

Entonces se hizo un intento para aislar los alcaloides combinados, directamente de un ensayo con tintura de nuez vómica usando Amberlita IRC-50. Se encontró que había una adsor--

ción completa de los alcaloides en la forma hidrogenada de la resina ajustando la muestra a un pH de 5.25 ó abajo. De cualquier manera resultó que había una precipitación de los principios coloridos y una coprecipitación libre de los alcaloides. Era entonces necesaria una purificación preliminar.

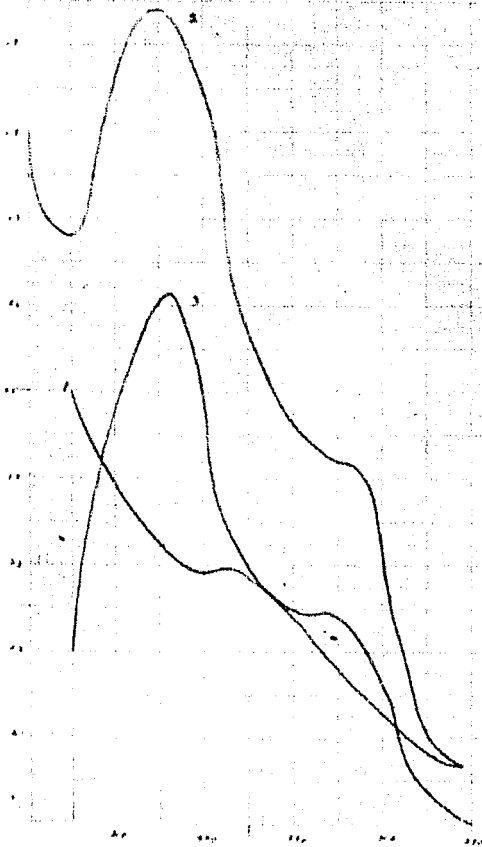
Purificación preliminar de alcaloides.- Basándose en los experimentos de Brownlee (24) y otros, (la remoción de principios coloridos) fue inventado un aislamiento preliminar de los alcaloides y una remoción de los principios coloridos empleando un tratamiento en conjunto de la tintura con alúmina. Se obtuvo una retención satisfactoria de color cuando 5 ml de la tintura fueron agitados junto con 5 g de alúmina (grado cromatográfico Merck). Fue acompañada de una elución selectiva de alcaloides con alcohol al 70 %.

Esta elución en conjunto de los alcaloides adsorbidos fue fácilmente seguida de una comparación espectro-fotométrica de los eluados, con la muestra original y con pruebas semicuantitativas con reactivo de Meyer. Para la obtención cuantitativa de alcaloides se encontró que era necesario tratar la alúmina con a lo menos 50 ml de alcohol al 70 %. (se utiliza en porciones divididas).

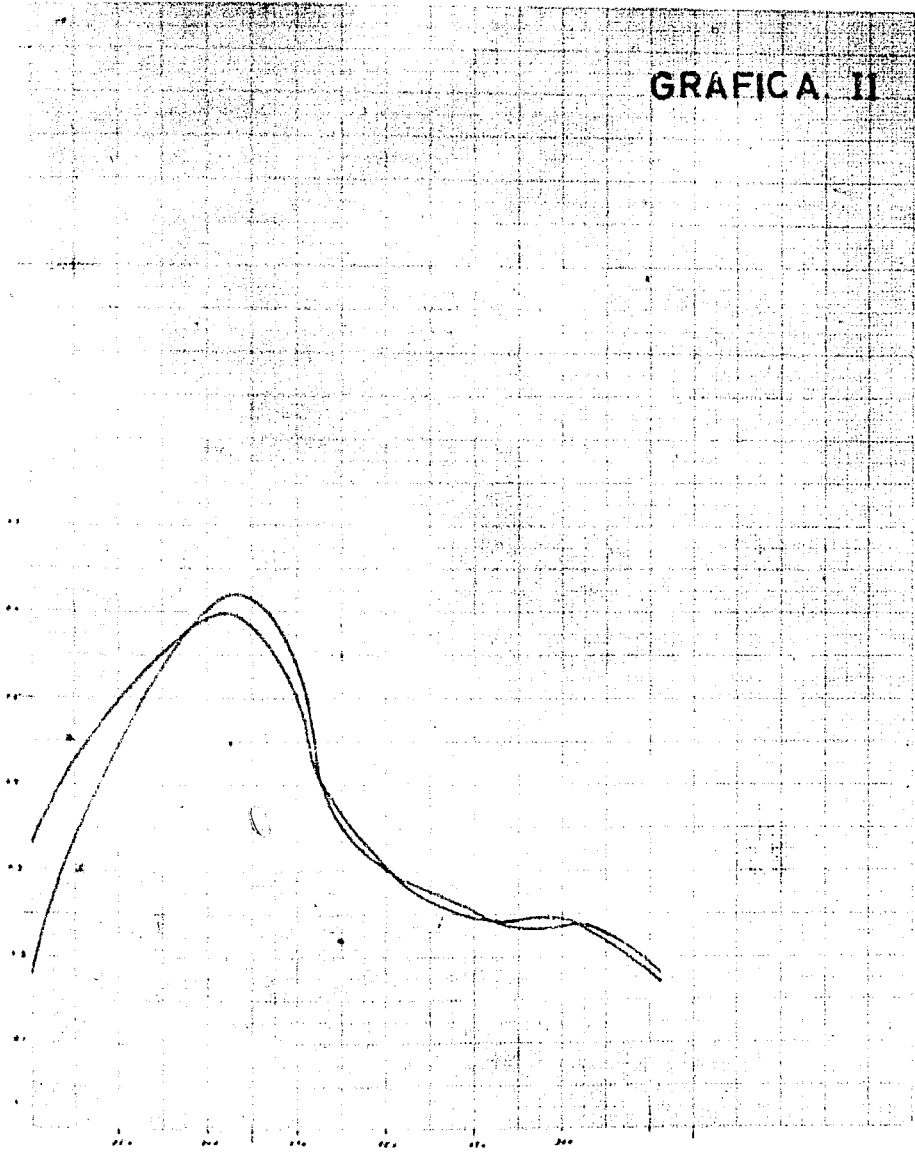
La subsecuente adsorción de los alcaloides en la Amberlite IRC-50 era facilitada haciendo estos eluados definitivamente alcalinos (pH de 8 a 10 por la adición de solución reactivo de amoniaco).

* Estudio sobre cambio de iones.- Alícuotas (25 ml) de los eluados recogidos anteriormente, fueron pasados a través de

GRAFICA I



GRAFICA. II



columnas de resina (2 cm) conteniendo de 9 a 10 cm (anteriormente lavados y secados) de Amberlita IRC-50 regenerada ácida, en porciones de escurrimiento de 1 ml por minuto. Los efluentes fueron reunidos y dieron pruebas negativas con reactivo de Meyer.

Se hizo un exámen espectrofotométrico de estas soluciones usando modelo Beckman D U de espectro fotómetro y celdas de cuarzo, y se observó que las lecturas indicaban que había materiales extraños presentes en los eluados de alúmina que estaban pasando a través de la columna de cambio.

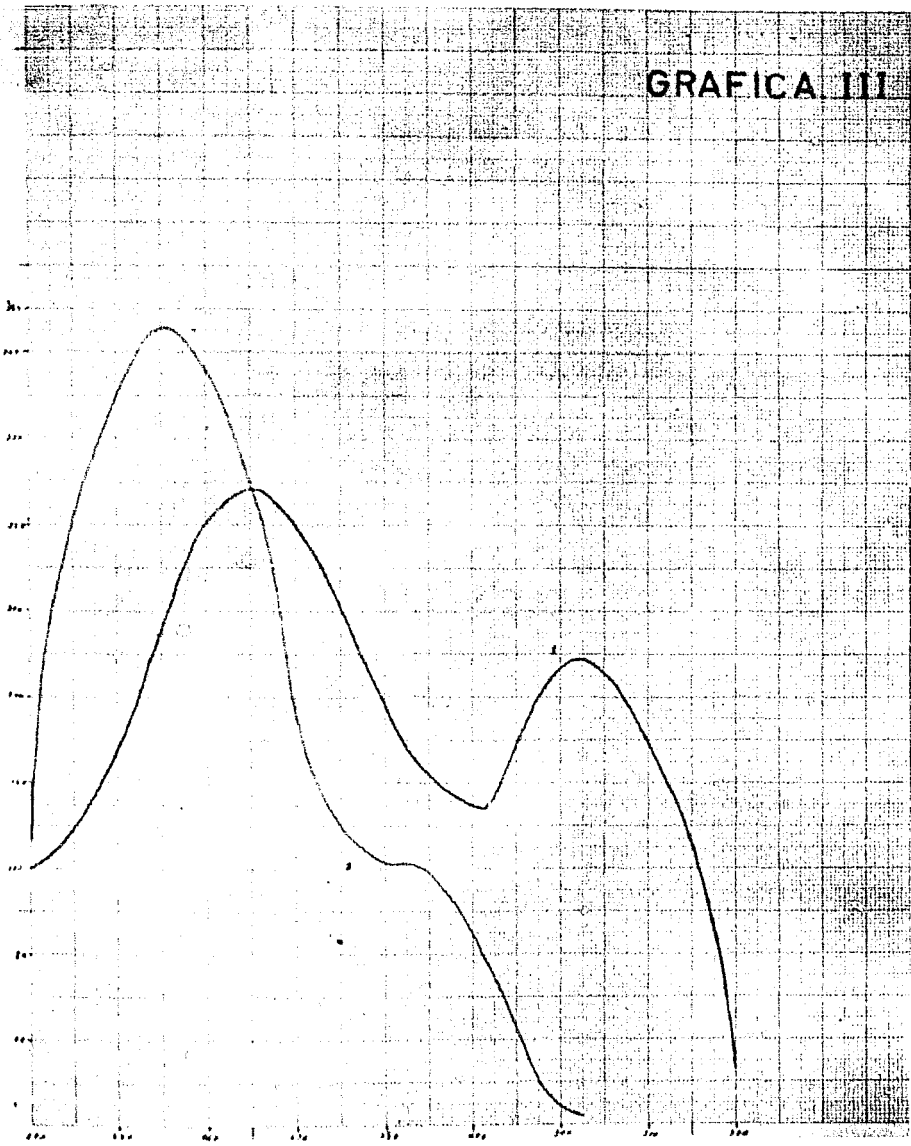
A continuación se muestra el espectro de absorción de un efluente típico. Figura 1, curva 1.

También aparece en la figura 1 un plano de espectro de absorción de un eluado de alúmina antes de pasar por el lecho de resina (curva 2). El espectro de sustancias retenidas en cambiador de iones ha sido calculada substrayendo gráficamente la curva 1 de la curva 2. Resultando la curva 3, figura 1; y ha sido pasada a curva 1 en la figura II.

Por comparación el espectro de absorción de una solución preparada que contenga concentraciones similares de alcaloides se muestra en la curva 2 de la figura II. La cercana concordancia de estas curvas indica que los alcaloides adsorbidos en la Amberlita están relativamente en condiciones incontaminadas.

El tratamiento en conjunto de alcaloides por cambio de iones fue estudiado mezclando soluciones de estricnina y brucina en alcohol al 70 % con Amberlita IRC-50 ácida regenerada. En un período de contacto variando de 5 minutos a 24 horas. Los -

GRAFICA III



líquidos sobrenadantes fueron reunidos y la resina lavada con alcohol de 70 %, estos lavados fueron también recogidos. La resina conteniendo el alcaloide adsorbido fue entonces tratado con un eluyente particular en estudio.

Fueron obtenidos datos cuantitativos de la adsorción de alcaloides por cálculo del E (1 %, 1 cm), valores de los alcaloides en alcohol de 70 % y por la absorción de los filtrados obtenidos en el ciclo de adsorción. Se hicieron exámenes espectrofotométricos en las ondas de máxima absorción (255,264 y 302 m μ). Se encontró que ambos alcaloides obedecen la ley de Beer (en una orden de concentración 25×10^{-4} g %), en estas longitudes de onda. El E (1 %, 1 cm) valores usados en el cálculo de cambio de iones pueden ser obtenidos de la figura III, que representa un espectro de absorción de la estriocina y brucina en alcohol de 70 %.

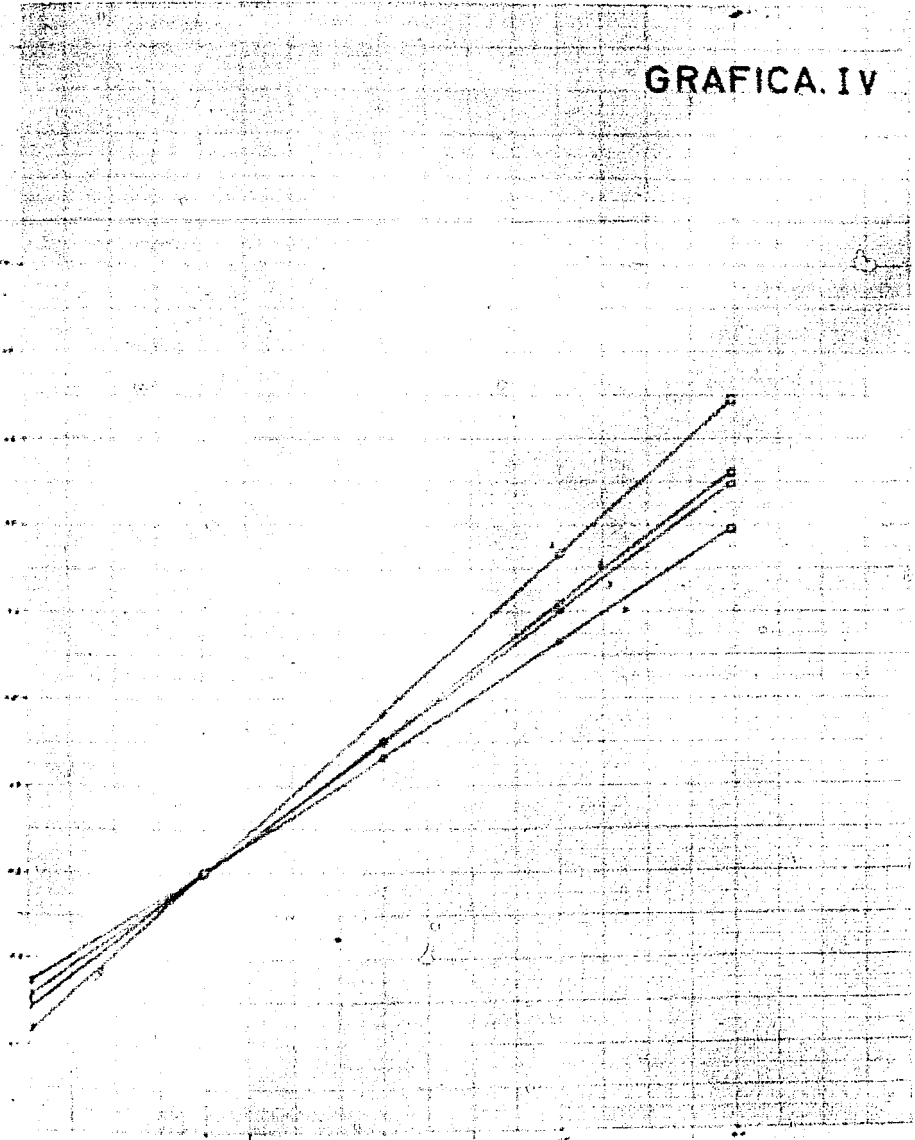
La facultad de la Amberlita para retener alcaloides fue examinada bajo diferentes condiciones, incluyendo concentraciones variables de alcaloide, el tiempo de contacto de la muestra en la resina, grado de agitación, temperatura y relación del volumen de la muestra a la resina. Fue obtenida una completa adsorción cuando 10 a 20 ml de standards de alcaloides (conteniendo de 0.1 a 1.0 mg de alcaloides totales por ml) ó 10 a 20 ml de eluidos de alúmina recogidos en varias etapas fueron mezclados por 15 minutos con 10 ml de resina. Fue necesario mezclar para una completa adsorción. Las variaciones de temperatura no tuvieron materialmente efecto en el proceso de adsorción. Una ligera pérdida de alcaloide (estimada en un --

0.7 %) puede eliminarse usando pequeñas cantidades de alcohol - al 70 % en las operaciones de lavado.

Para la elución en conjunto de los alcaloides adsorbidos fueron tomados en consideración una serie de eluyentes incluyen do diversas concentraciones de ácido sulfúrico, clorhídrico, y amoniaco en soluciones acuosas y alcohólicas. Fueron examina-- dos los efectos del eluyente en la resina, tiempo de contacto, - temperatura, agitación y relación del volumen del eluyente a la resina. Fue seguido el proceso de la elución, comparando la -- absorción de los eluados (si fuera necesario convenientemente -- diluidos con agua) con soluciones conteniendo concentraciones -- conocidas de estricnina y brucina.

Se archivó la obtención completa del alcaloide adsorbido tratando 4 veces la resina con 25 ml de ácido clorhídrico 0.1 N en alcohol al 70 %. Durante cada tratamiento las mezclas fueron agitadas y calentadas a 80° C por 5 minutos. Se observó que con todos los demás eluyentes se obtienen cantidades incompletas de alcaloides. En una ocasión los eluados recogidos en estos expe-- rimentos mostraban una ligera turbidez que interfería en las -- determinaciones espectrofotométricas. Encontrándose que era ne-- cesario filtrar a través de un crisol poroso para obtener solu-- ciones de absoluta claridad. También se notó que la resina mis-- ma aumentaba las impurezas solubles que podían interferir en -- las medidas espectrofotométricas. La concentración de estas -- sustancias en los eluados finales era llevada a un valor míni-- mo por una purificación cuidadosa de la resina antes de usarse. El método de purificación será descrito despues. De cualquier-

GRAFICA. IV



manera esté claramente establecida la importancia de prepararlancos de muestra (blancos de resina).

Estudios espectrofotométricos.- Para el exámen espectrofotométrico de soluciones conteniendo ambos alcaloides, fueron preparados muestras conteniendo concentraciones variables de estricnina en una concentración fija de brucina y viceversa. El solvente fue ácido clorhídrico 0.02 N en alcohol al 14 %.

Fueron tomadas medidas duplicadas de absorción para estricnina (255 μm) y brucina (264 μm). La figura IV representa los resultados de estos estudios. Se puede notar también la extrapolación en la concentración 0 de los componentes variables y dá un aumento a los valores de absorción para el componente fijo, que son idénticos con aquellos determinados experimentalmente. Estos resultados sugieren que en el presente caso los efectos de interferencia óptica, que pueden ocurrir - cuando ambos alcaloides están presentes en la misma solución - (16) son de naturaleza mínima. De manera que la determinación-simultánea espectrofotométrica de los alcaloides puede hacerse sin complicación. El valor E (1 %, 1 cm) para usarse en estas determinaciones ha sido calculado de los puntos de intersección de la figura 4 y puestos en lista en la tabla siguientes:

E (1 %, 1 cm)

| | 255 μm | 264 μm |
|------------|-------------------|-------------------|
| Estricnina | 346.9 | 289.9 |
| Brucina | 215.0 | 299.9 |

PARTE EXPERIMENTAL

Se utilizó un extracto blando de nuez vómica (Penick).

1o. Se determinó por el método oficial (22) alcaloides totales en el extracto blando, obteniéndose los siguientes resultados en g %:

10.63 g % de alcaloides totales.

10.98 g % " " "

Se sacó el promedio de estos resultados:

10.80 g %

y se hicieron los cálculos para obtener una tintura que tuviera 0.25 g de alcaloides por cada 100 ml de la tintura.

Esta tintura se hizo de acuerdo con la Farmacopea Suiza. Disolviendo primero la cantidad aproximada que se pesó del extracto blando con alcohol al 70 %, se pasa a un matraz aforado, se lava con porciones sucesivas de alcohol el recipiente donde estaba el extracto y estos lavados se van reuniendo en el matraz anteriormente citado aforándose.

2o. Una vez hecha la tintura se procede a determinar al alcaloides totales en la tintura para comprobar su contenido.

Los resultados obtenidos fueron los siguientes:

0.268 g % de alcaloides totales en tintura.

0.264 g % " " " " "

3o. Después se determinó estricnina en la tintura por el método oficial (21).

Obteniéndose los siguientes resultados en mg 100 ml de tintura.

PARTE EXPERIMENTAL

Se utilizó un extracto blando de nuez vómica (Penick).

1o. Se determinó por el método oficial (22) alcaloides totales en el extracto blando, obteniéndose los siguientes resultados en g %:

10.63 g % de alcaloides totales.

10.98 g % " " "

Se sacó el promedio de estos resultados:

10.80 g %

y se hicieron los cálculos para obtener una tintura que tuviera 0.25 g de alcaloides por cada 100 ml de la tintura.

Esta tintura se hizo de acuerdo con la Farmacopea Suiza. Disolviendo primero la cantidad aproximada que se pesó del extracto blando con alcohol al 70 %, se pasa a un matraz aforado, se lava con porciones sucesivas de alcohol el recipiente donde estaba el extracto y estos lavados se van reuniendo en el matraz anteriormente citado aforándose.

2o. Una vez hecha la tintura se procede a determinar al caloides totales en la tintura para comprobar su contenido.

Los resultados obtenidos fueron los siguientes:

0.268 g % de alcaloides totales en tintura.

0.264 g % " " " " "

3o. Después se determinó estriquina en la tintura por el método oficial (21).

Obteniéndose los siguientes resultados en mg 100 ml de tintura.

112 mg 100 ml de tintura.

115 mg 100 ml " "

4o. Procedimiento de ensayo propuestos:

Preparación de la resina.- Aproximadamente 100 g de Amberlita IRC-50 (H) grado analítico, se purifica por destilación al vapor 3 horas. Después se añaden aproximadamente 200 ml de solución de hidróxido de sodio 6 N, la mezcla se bate ocasionalmente en un período de 24 horas, decantándose el líquido sobrenadante. El tratamiento se repite usando 200 ml de ácido clorhídrico 6 N como reactivo. La purificación de la resina se continúa repitiendo estos ciclos ácido-básicos dos veces más.

Al final del tercer tratamiento ácido, se añaden 100 ml de ácido clorhídrico 3 N en alcohol al 70 %. La mezcla se agita ocasionalmente durante un período de contacto de 24 horas.

El exceso de ácido es decantado y la resina es lavada con agua deionizada hasta que los últimos lavados estén libres de ión cloro, indicado con solución reactivo de nitrato de plata, la resina se guarda bajo alcohol de 70 % hasta que se utilice,

Técnica:

Se colocan en un recipiente 10 g de alúmina (grado cromatográfico) con 5 ml de la tintura de nuez vómica y se añade en seguida 5 ml de alcohol al 70 %. Se prepara un blanco usando 5 ml de alcohol en lugar de la tintura,

Se agita la mezcla de alúmina por cinco minutos, se deja sedimentar el sólido, y el líquido sobrenadante se filtra a través de un filtro de rapidez media, a un matraz volumétrico de 50 ml. La alúmina en las paredes del recipiente son lavadas con

pequeñas porciones de alcohol al 70 %, filtrando cada fracción en el matraz volumétrico. El volumen del líquido se afora por la adición de lavados subsecuentes de alcohol al 70 %.

10 ml del eluado ajustados a un pH de 9-10 con solución reactivo de amoníaco, se añaden a 10 ml de la resina preparada (previamente lavada con pequeñas porciones de alcohol al 70 %). La mezcla es constantemente agitada durante 15 minutos usando un agitador con punta de polietileno para evitar la trituración de la resina.- La resina se deja sedimentar y el líquido sobrenadante, se filtra evitando un paso excesivo de partículas de resina al papel filtro. La resina es lavada con dos porciones de 10 ml de alcohol al 70 %. El filtrado y los lavados son descartados. El embudo y el papel filtro con trazas de resina, se guardan para el siguiente paso.

Se añaden a la resina 25 ml de ácido clorhídrico 0.1 N en alcohol al 70 % y la mezcla es calentada cuidadosamente en baño de vapor a 80° C. La resina es agitada suavemente por 5 minutos con un agitador de punta de polietileno. Se deja sedimentar la resina y el líquido sobrenadante se filtra a través del papel filtro y el embudo que se había guardado. El filtrado se reúne en un matraz volumétrico de 100 ml y el procedimiento se repite usando 3 volúmenes adicionales de 25 ml del eluyente. La resina y las paredes del recipiente y el papel filtro son lavadas con una pequeña porción de eluyente, se afora y se mezcla.

Una alícuota de 10 ml, se diluye con agua destilada a 50 ml en un matraz volumétrico. Después de mezclar se filtra el -

vacío en un crisol poroso. Cuando se han recogido aproximadamente 10 ml del filtrado se determina su absorción, midiéndola a 255 μ m y a 264 μ m comparándola con un blanco similar a la resina.

La concentración de la estricnina se calcula por la solución de las siguientes ecuaciones simultáneas:

$$A^{255\mu\text{m}} = (346.9) (E) + (215.0) (B)$$

$$A^{264\mu\text{m}} = (289.9) (E) + (299.9) (B)$$

donde: E y B representan las concentraciones de estricnina y brucina respectivamente y $A^{255\mu\text{m}}$ y $A^{264\mu\text{m}}$ representan la absorción de la muestra a 255 μ m y a 264 μ m respectivamente.

El valor obtenido para la ecuación antes mencionada se multiplica por 500 para convertir a g de estricnina por 100 ml de tintura.

El tiempo requerido para el ensayo es de aproximadamente de 70 minutos y pueden ser analizadas varias muestras simultáneamente en menos de la mitad de ese tiempo por muestra.

Substituyendo las lecturas obtenidas en el espectro fotómetro para nuestra tintura en estudio tenemos:

$$255 \mu\text{m}) 0.150 = 346.9 E + 215 B$$

$$264 \mu\text{m}) 0.135 = 289.9 E + 299.9 B$$

Estricnina 0.130 g 100 ml

Brucina 0.135 g 100 ml

Suma 0.265 g 100 ml de alcaloides totales.

Los resultados anteriores fueron obtenidos tres veces consecutivas.

Para comprobación del método fueron preparadas dos diferentes tinturas de nuez vómica conteniendo cantidades específicas ascendentes de estricnina. A partir de los resultados antes obtenidos se hizo una nueva tintura que tuviera 0.20 mg más de estricnina por ml, o sea una cantidad total de 1.5 mg por ml, se obtuvieron las siguientes lecturas y resultados:

255 mm) 0.145 = 346.9 E + 215 B

264 mm) 0.093 = 289.9 E + 299.9 B

Estricnina 0.150 g 100 ml de tintura.

Brucina 0.095

La cantidad de brucina es menor porque se diluyó al agregar la solución madre de estricnina para hacer la nueva tintura.

Se obtuvieron dos resultados iguales.

La segunda tintura se hizo en tal forma que tuviera 0.5 mg más por ml ó sea que al tomar un ml tuviera 1.8 mg.

Resultados:

255 mm) 0.155 = 346.9 E + 215 B

264 mm) 0.080 = 289.9 E + 299.9 B

Estricnina 0.180 g 100 ml de tintura.

Brucina 0.085

| | |
|--|-------|
| % alcaloides totales en extracto blando ---- | 10.63 |
| | 10.98 |
| promedio ---- | 10.80 |
| G % de alcaloides totales en tintura ---- | 0.268 |
| | 0.264 |

de estricn

Tabla comparativa de resultados con el método oficial -
y el nuevo método:

| Método Oficial | Nuevo Método |
|----------------|--------------|
| 112 mg | 130 mg |
| 115 mg | 130 mg |
| | 130 mg |

Tabla con cantidades específicas ascendentes:

| Con 0.20 mg | Con 0.50 mg |
|-------------|-------------|
| 0.150 mg | 0.180 mg |
| 0.150 mg | 0.180 mg |

- CONCLUSIONES -

- 1.- Los resultados analíticos obtenidos demuestran que el nue
vo método utilizado es favorablemente comparado con el --
oficial.
- 2.- El tiempo de ensayo con que se efectúa el nuevo método --
con respecto, al método oficial nos demuestra su eficien-
cia.
- 3.- El porcentaje de precisión de este nuevo método se compa-
ra favorablemente con el método oficial.
- 4.- El ahorro de materia prima y solvente se hace patente en-
las cantidades usadas en ambos.
- 5.- La facilidad de manipulación hace al nuevo método recomen
dable para el control de extractos vegetales.

- (1) Farmacopea Suiza, 413 1949.
- (2) H. Wachsmuth. Chim. anal 29, 276-8. 1947.
- (3) S. Rolland-Leclercq. J. Pharm, Galg. (N. S) 2, 283-9. 1947.
- (4) F. Reimers, K. R. Gottlieb and V. Aa. Christensen. Quart. J. Pharm. Pharmacol. 20, 99-109. 1947.
- (5) I. Rhambadran (Maharajas Coll., Ernakulam. India) Indian. J. Pharm 15, 263-4. 1954.
- (6) F. Linclhord Christensen and B. K. Jensen. Dansk Tids. - Farm. 21, 68 - 73. 1947.
- (7) P. Mesnard and E. Boussemart. Bull. tranv. soc. Pharm. Bordeaux 88. 175 - 7 1951.
- (8) Veli, E. Krögerus and Lep Toderman (Univ. Helsinki). Suomen Alteekkariyhdist Yksen Aikakausslenti. No. 16, 245 - 58 1954.
- (9) F. H. Maim Kent and B. Mateu Amengual (Univ. Tucuman - - Arg.) Arch. Farm. Bricquim. Tucumán 4, 333 - 43. 1950.
- (10) Roger Manier and Michel Macheboeuf (Inst. Pasteur, Paris.) Bull. soc. Chim. biol. 32, 904 - 7. 1950.
- (11) Robert Fischer and E. Buchegger (Univ. Graz. Austria.) -- Pharm. Sentralhalle 39, 146 - 50. (1950) Chem. Zentr II, - 1489 1950.
- (12) B. W. Waligóra and Z. Był. Bull. acad. polon. sic. I, -- 143 - 7. 1953.

- (13) Frédéric Rimetei and E. Otto. (Faculté Pharm., Marseille France.) Cong. Assoc. Franc. Avancement asi tunis, 1951: Tunisie Méd. 39,886 - 91. 1951.
- (14) Jentzdch, K., Schientia Pharm., 19 219. 1951
- (15) Demoen, P., and Jenssen, P., J. Pharm. Belg., 7, 80. 1952.
- (16) Bhattacharya, R. N., and Ganguly, A. K. J. Pharm. and - - Pharmacol., 4, 485. 1952.
- (17) Jindra, A., Ibid., I, 87. 1949.
- (18) Jindra, A., and Pohorsky, J., Ibid., 3, 344. 1951.
- (19) Jindra. J. Pharm. Pharmacol. 2, 109 - 112. 1949.
- (20) Piantadosi, C., Thesis, College of Pharmacy of Columbia - University, 1952.
- (21) Farmacopea Suiza. 1078, 1949.
- (22) The National Formulary. 403. 1950.
- (23) Morton, S., Taub, A., and Piantadosi. J. Pharm. Assoc. 4,- 232 -236. 1956