



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLÁN

ELABORACION DE ESPECIALIDADES QUIMICAS A BASE
DE BISMUTO

TRABAJO PROFESIONAL
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
QUÍMICA

P R E S E N T A:
MARIA MAGDALENA RODRIGUEZ PATIÑO

ASESORA: M.E. CELINA ELENA URRUTIA VARGAS

CUAUTITLÁN IZCALLI, EDO. DE MÉXICO

2010



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.

JUSTIFICACIÓN

El objetivo del presente trabajo es describir de manera general la importancia de conocer las técnicas de análisis de especialidades químicas de Bismuto en la industria Química como parte fundamental del análisis de control de calidad y hacer énfasis en el papel del Químico en la industria química farmacéutica específicamente en el área de control de calidad.

Debido a que la elaboración de especialidades químicas de bismuto no es muy común y por lo tanto existe un alto grado de confidencialidad de la misma este trabajo está enfocado únicamente a la descripción de las técnicas de análisis para la caracterización de Especialidades químicas de Bismuto.

Por lo tanto las técnicas de análisis descritas en este trabajo son pieza fundamental para lograr el funcionamiento de los análisis en el laboratorio de control de calidad y son la base para la realización o mejora de todas las actividades que engloba la producción de una especialidad química de Bismuto.

Como parte del trabajo se da un panorama general de las características de los productos químicos de bismuto cuyas monografías provienen de la USP principalmente.

AGRADECIMIENTOS

A MI ESPOSO FRANCISCO: Gracias por amarme tanto y por estar siempre a mi lado apoyándome en todo momento e impulsándome para lograr este éxito (LO IMPORTANTE ES VOLAR JUNTOS). Gracias por soportar todos esos momentos difíciles de lucha y por compartir conmigo lo bello que es la Química.

A LUPETA y DIEGUINI : Gracias por llegar a mi vida y ayudarme a lograr este sueño.

A MIS PADRES Y HERMANOS: Gracias por su apoyo y por creer en mí.

A LA FESC Y A LA UNAM: Por ayudarme a crecer y por brindarme la oportunidad de llevar a cabo mis estudios en esta institución.

A MIS PROFESORES: GRACIAS a todos y cada uno de mis profesores que me enseñaron a razonar y enfrentar los problemas de la Ciencia y a mis sinodales por su valiosa participación en la revisión de este trabajo y Por regalarme ese enorme conocimiento que ahora es parte de mi.

A MI ASESORA: Prof. Celina Muchas gracias por el apoyo y la paciencia que me brinda.

A la coordinación de Química: Gracias por todas las facilidades para realizar este trabajo.

Gracias a mis compañeros de generación que compartieron conmigo el andar de este hermoso camino.

DEDICADO A:

A FRAN MI ESPOSITO LINDO, AMI HIJA LUPITA Y A MI HIJO DIEGO

CON GRAN CARIÑO A LA: UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN CAMPO 1

POR MÍ RAZA HABLARÁ EL ESPIRITÚ

DEDICADO TAMBIEN A FARMAQUIMIA

PENSAMIENTO

“Cuando deseas alguna cosa todo el universo conspira para que puedas realizarla” Paulo Coelho

Un ser humano es parte de un todo, llamado por nosotros universo, una parte limitada en el tiempo y el espacio. Se experimenta a sí mismo, sus pensamientos y sentimientos como algo separado del resto... algo así como una ilusión óptica de su conciencia. Esta falsa ilusión es para nosotros como una prisión que nos restringe a nuestros deseos personales y al afecto que profesamos a las pocas personas que nos rodean. Nuestra tarea debe ser el liberarnos de esta cárcel ampliando nuestro círculo de compasión para abarcar a todas las criaturas vivas y a la naturaleza en conjunto en toda su belleza."

Albert Einstein

ÍNDICE

1.0 OBJETIVOS DEL TRABAJO.....	1
2.0 INTRODUCCIÓN.....	1
2.1 PRECAUCIONES.....	3
3.0 DESCRIPCIÓN DE LOS PRODUCTOS ELABORADOS CON BISMUTO.....	5
3.1. LECHE DE BISMUTO USP.....	5
3.2. SUBCARBONATO DE BISMUTO USP.....	5
3.3. SUBGALATO DE BISMUTO USP.....	5
3.4. SUBNITRATO DE BISMUTO USP.....	5
3.5. SUBSALICILATO DE BISMUTO USP.....	6
3.6. CITRATO DE BISMUTO USP.....	6
3.7. SUBCITRATO DE BISMUTO.....	6
3.8. PRODUCTOS QUE TIENEN COMO BASE OXICLORURO DE BISMUTO.....	8
3.9. LOS VANADATOS.....	9
4.0 TÉCNICAS DE ANÁLISIS.....	9
4.1. SUBNITRATO DE BISMUTO USP.....	9
4.1.1. PROPIEDADES QUÍMICAS.....	9
4.1.2. CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN.....	9
4.1.3. TÉCNICA DE ANÁLISIS.....	10
4.1.3.1. IDENTIFICACIÓN.....	10
4.1.3.2. PERDIDA POR SECADO <731>.....	10
4.1.3.3. CARBONATOS.....	10
4.1.3.4. CLORUROS <221>.....	11
4.1.3.5. SULFATOS <221>.....	11
4.1.3.6. LIMITE DE SALES DE AMONIO.....	11
4.1.3.7. ARSÉNICO METODO I < 211>.....	11
4.1.3.8. COBRE.....	12
4.1.3.9. PLOMO.....	12
4.1.3.10. PLATA.....	12
4.1.3.11. LIMITE DE METALES ALCALINOS Y ALCALINO TERREOS.....	12
4.1.3.12. ENSAYO.....	12
4.2. SUBSALICILATO DE BISMUTO USP.....	13
4.2.1. PROPIEDADES QUÍMICAS.....	13
4.2.2. CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN.....	13
4.2.3. TÉCNICA DE ANÁLISIS.....	13
4.2.3.1 IDENTIFICACIÓN.....	13
4.2.3.2. pH.....	14

4.2.3.3. PERDIDA POR SECADO.....	14
4.2.3.4. LIMITE DE NITRATOS.....	14
4.2.3.5. ARSÉNICO METODO I <211>.....	14
4.2.3.6. LÍMITE DE ÁCIDO SALICÍLICO LIBRE.....	15
4.2.3.7. LÍMITE DE COBRE, PLOMO Y PLATA.....	17
4.2.3.8. LÍMITE DE BISMUTO SOLUBLE.....	18
4.2.3.9 VALORACION DE BISMUTO.....	19
4.2.3.10. ENSAYO PARA SALICILATOS TOTALES.....	19
4.3. TRIOXIDO DE BISMUTO.....	22
4.3.1. PROPIEDADES QUÍMICAS.....	22
4.3.2. CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN.....	22
4.3.3. TÉCNICA DE ANÁLISIS.....	22
4.3.3.1 PERDIDA POR SECADO.....	22
4.3.3.2. ENSAYO.....	22
4.3.3.3. NITRATO.....	23
4.3.3.4. TAMAÑO DE PARTÍCULA.....	23
4.3.3.5. RESIDUO SOBRE MALLA.....	23
4.4 BISMUTATO DE SODIO.....	24
4.4.1. PROPIEDADES QUÍMICAS.....	24
4.4.2. CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN.....	24
4.4.3. TÉCNICA DE ANÁLISIS.....	24
4.4.3.1. ENSAYO.....	24
4.4.3.2. SOLUCIÓN DE SULFATO FERROSO.....	25
4.4.3.3. CLORUROS.....	25
4.4.3.4. MANGANESO.....	25
4.4.3.5. METAL MANGANESO PARA USAR COMO ESTANDAR OXIMÉTRICO.....	26
4.4.3.6. EFICIENCIA DE OXIDACIÓN.....	27
4.5 OXICLORURO DE BISMUTO OP.....	28
4.5.1. PROPIEDADES QUÍMICAS.....	28
4.5.2. CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN.....	28
4.5.3. TÉCNICA DE ANÁLISIS.....	28
4.5.3.1 PERDIDA POR SECADO <731>.....	28
4.5.3.2. ENSAYO.....	29
4.5.3.3. ARSÉNICO, PLOMO Y MERCURIO.....	29
4.5.3.4. TAMAÑO DE PARTÍCULA.....	29
4.5.3.5. DENSIDAD DE BULTO.....	29
4.6 SUBGALATO DE BISMUTO.....	30
4.6.1 PROPIEDADES QUÍMICAS.....	30
4.6.2. CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN.....	30
4.6.3. TÉCNICA DE ANÁLISIS.....	31

4.6.3.1. IDENTIFICACIÓN.....	31
4.6.3.2. PERDIDA POR SECADO <731>.....	31
4.6.3.3. LIMITE DE NITRATOS.....	31
4.6.3.4. ARSÉNICO METODO I < 211>.....	32
4.6.3.5. COBRE, PLOMO Y PLATA	32
4.6.3.6. COBRE.....	32
4.6.3.7.PLOMO.....	32
4.6.3.8. PLATA.....	33
4.6.3.9. LIMITE DE ÁLCALINOS Y ALCALINO-TERREOS.....	33
4.6.3.10. ACIDO GÁLICO LIBRE.....	33
4.6.3.11. ENSAYO	34
4.6.3.12. VALORACIÓN DE SUBGALATO DE BISMUTO COMO Bi ₂ O ₃ POR TITULACIÓN.....	34
4.7 SUBCARBONATO DE BISMUTO.....	35
4.7.1. PROPIEDADES QUÍMICAS.....	35
4.7.2. CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN.....	35
4.7.3. TÉCNICA DE ANÁLISIS.....	35
4.7.3.1. IDENTIFICACION.....	35
4.7.3.2. PERDIDA POR SECADO <731>.....	35
4.7.3.3. CLORUROS < 221>.....	36
4.7.3.4. LIMITE DE ÁLCALINOS Y ALCALINO-TÉRREOS.....	36
4.7.3.5. LIMITE DE NITRATO.....	37
4.7.3.6. LIMITE DE PLATA.....	38
4.7.3.7. ARSÉNICO MÉTDO I <211>.....	38
4.7.3.8. LÍMITE DE DE COBRE.....	38
4.7.3.9. LIMITE DE PLOMO.....	39
4.7.3.10. ENSAYO	40
4.8 CITRATO DE BISMUTO.....	41
4.8.1. PROPIEDADES QUÍMICAS.....	41
4.8.2. IDENTIFICACIÓN.....	41
4.8.2.1. ARSÉNICO MÉTODO I <211>.....	42
4.8.2.2. LIMITE DE NITRATO.....	42
4.8.2.3. LIMITE DE COBRE, PLOMO Y PLATA.....	42
4.8.2.4. LÍMITE DE BISMUTO SOLUBLE.....	43
4.8.2.5. ENSAYO.....	44
4.9 SUBCITRATO DE BISMUTO COLOIDAL.....	45
4.9.1. PROPIEDADES QUÍMICAS.....	45
4.9.2. CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN.....	45
4.9.3. TÉCNICA DE ANÁLISIS.....	45
4.9.3.1. IDENTIFICACIÓN.....	45

4.9.3.2. ARSÉNICO MÉTODO I < 211>.....	46
4.9.3.3. PLOMO Y MERCURIO.....	46
4.9.3.4. ENSAYO.....	46
4.9.3.5. pH: < 791> ENTRE 6 y 8.....	46
4.10 OXICLORURO DE BISMUTO CON PROTECCION UV.....	47
4.10.1. PROPIEDADES QUÍMICAS.....	47
4.10.2. CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN.....	47
4.10.3. TÉCNICA DE ANÁLISIS.....	47
4.10.3.1. PERDIDA POR SECADO <731>.....	47
4.10.3.2. ENSAYO	48
4.10.3.3. .ARSÉNICO, PLOMO Y MERCURIO.....	48
4.10.3.4. TAMAÑO DE PARTÍCULA.....	48
4.10.3.5. ANÁLISIS MICROBIOLÓGICO.....	48
4.10.3.6. COLOR ORGÁNICO PRESENTE.....	48
5.0 TECNICA LIMITE DE CLORUROS Y SULFATOS.....	49
6.0 ANÁLISIS MICROBIOLÓGICO.....	51
7.0 PERDIDA POR SECADO.....	54
8.0 ABSORCION EN ACEITE.....	55
9.0 PESO ESPECÍFICO.....	57
10.0 PUNTO DE INFLAMACION.....	58
11.0 IDENTIFICACIÓN DE BISMUTO.....	59
12.0 DETERMINACIÓN DE CITRATOS.....	60
13.0 DETERMINACIÓN DE ARSENICO.....	61
14.0 RESIDUO DE IGNICIÓN.....	65
15.0 IDENTIFICACIÓN DE NITRATOS.....	66
16.0 IDENTIFICACIÓN DE SALICILATOS.....	66
17.0 DETERMINACIÓN DE BISMUTO.....	67
18.0 TÉCNICA GENERAL DEL ESPECTR UV.....	68
19.0 TÉCNICA GENERAL DEL MEDIDOR DE pH.....	70
20.0 VERIFICACIÓN DEL MEDIDOR DE pH.....	72
21.0 BALANZA ANÁLITICA.....	74
22.0 TÉCNICA GENERAL DE LA UTOCLAVE.....	76
23.0 USOS Y APLICACIONES DE LOS PRODUCTOS DE BISMUTO.....	78
24.0 LA EMPRESA FARMAQUIMIA.....	82
24.1 HISTORIA DE FARMAQUIMIA.....	83
24.2 LOCALIZACION DE LA EMPRESA.....	84
25.0 DESCRIPCIÓN DEL DESEMPEÑO PROFESIONA.....	85
25.1 REALIZAR ANÁLISIS MICROBIOLÓGICOS EN BASE A LAS TÉCNICAS DESCRITAS PARA LOSMATERIALES Y PRODUCTOS.....	86
25.2 CAPACITACIÓN AL PERSONAL PARA UN MANEJO ADECUADO DE LAS BUENAS PRÁCTICAS	88

DEHIGIENE.....	
25.3 TRATAMIENTO PREVIO DE LAS MUESTRAS.....	89
25.4 ANÁLISIS DE SALICILATOS TOTALES Y NITRATOS.....	90
25.5 MANEJO DE TÉCNICAS, MATERIAL Y EQUIPO DE LABORATORIO.....	91
25.6 PERDIDA POR SECADO Y CALCINACIÓN.....	92
25.7 DETERMINACIONES DE CONCENTRACIÓN.....	95
25.8 LLEVAR A CABO EL MUESTREO DE LOS MATERIALES PARA REALIZAR SU ANÁLISIS.....	97
25.9 APOYO EN REALIZACIÓN DE LOS PROCEDIMIENTOS.....	98
25.10 REALIZAR Y ENTREGAR A LOGÍSTICA CERTIFICADOS DE ANÁLISIS.....	99
25.11 REALIZACION DE ANÁLISIS PARA MEJORAS EN EL PROCESO/PRODUCTOS.....	101
25.12 ANÁLISIS EN EL EQUIPO DE ABSORCIÓN ATÓMICA.....	102
26.0 MEJORAS PARA EL PROCESO Y O INSTALACIONES.....	103
27.0 CONCLUSIONES.....	107
28.0 BIBLIOGRAFÍA.....	108
29.0 GLOSARIO.....	109

1.0 OBJETIVOS DEL TRABAJO

1.1. Describir las técnicas de análisis que se emplean para la caracterización de productos químicos elaborados a base de bismuto.

1.2. Realizar una descripción de los productos que se elaboran con Bismuto, en una empresa Manufacturera de especialidades químicas de Bismuto (FARMAQUIMIA).

1.3. Desarrollar un trabajo que sirva de apoyo a Estudiantes, Profesores y Consumidores interesados en conocer a cerca de los productos que se fabrican con Bismuto.

PRODUCTOS QUIMICOS ELABORADOS DE BISMUTO

2.0 INTRODUCCIÓN

En la industria químico-farmacéutica es de suma importancia garantizar la calidad de los productos y sobre todo cumplir en estricto orden con las especificaciones requeridas en los productos elaborados de bismuto, ya que esta gama de productos son de consumo directo por el ser humano

El **BISMUTO** es un elemento químico de la tabla periódica cuyo símbolo es **Bi** y su número atómico es 83.

Este metal del bloque *p*, pesado, quebradizo y blanco cristalino, se parece químicamente a los elementos que le preceden en el grupo, antimonio y arsénico (aunque estos se suelen considerar como semimetales). Se obtiene como subproducto del refinado de cobre (Cu), plomo (Pb) y estaño (Sn). Es el metal con mayor diamagnetismo y, después del mercurio, es el elemento con menor conductividad térmica.

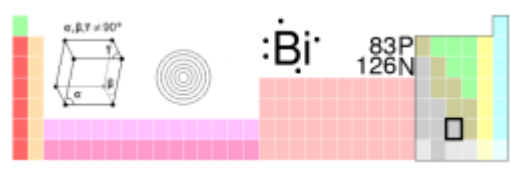

Se emplea en algunas aleaciones y algunos de sus compuestos se emplean como cosméticos y en aplicaciones farmacéuticas. Debido a la alta toxicidad del plomo, el uso de aleaciones con bismuto como reemplazo del plomo ha hecho que este elemento tenga una creciente importancia comercial.

BISMUTO METALICO**CARACTERÍSTICAS DEL BISMUTO**

Cuando es sólido flota sobre su estado líquido, por tener menor densidad en el estado sólido. Esta característica es compartida con el agua, el galio, el ácido acético, el antimonio y el silicio.

2.1Precauciones

El bismuto y sus sales pueden causar daños en el hígado, aunque el grado de dicho daño es normalmente moderado. Grandes dosis pueden ser mortales. Industrialmente es considerado como uno de los metales pesados menos tóxicos. Envenenamiento grave y a veces mortal puede ocurrir por la inyección de grandes dosis en cavidades cerradas y de aplicación extensiva a quemaduras (en forma de compuestos solubles del bismuto). Se ha declarado que la administración de bismuto debe ser detenida cuando aparezca gingivitis, ya que de no hacerlo es probable que resulte en estomatitis ulcerosa. Se pueden desarrollar otros resultados tóxicos, tales como sensación indefinida de malestar corporal, presencia de albúmina u otra sustancia proteica en la orina, diarrea, reacciones cutáneas y a veces exodermatitis grave. Vías de entrada: Inhalación, piel e ingestión.

<p>Plomo - Bismuto - Polonio</p> <p>Sb Bi Uup</p> 	
General	
Nombre, símbolo, número	Bismuto, Bi, 83
Serie química	Metales del bloque <i>p</i>
Grupo, periodo, bloque	15, 6, p
Densidad, dureza Mohs	9780 kg/m ³ , 2,25
Apariencia	Rojo, blanco brillante 
Propiedades atómicas	
Masa atómica	208,98038 u
Radio medio [†]	160 pm

Radio atómico calculado	143 pm
Radio covalente	146 pm
Radio de Van der Waals	sin datos
Configuración electrónica	[Xe]4f ¹⁴ 5d ¹⁰ 6s ² 6p ³
Estados de oxidación (óxido)	3, 5 (levemente ácido)
Estructura cristalina	Romboédrica
Propiedades físicas	
Estado de la materia	Sólido
Punto de fusión	544,4 K (271,4°C)
Punto de ebullición	1837 K (1564°C)
Entalpía de vaporización	104,8 kJ/mol
Entalpía de fusión	11,3 kJ/mol
Presión de vapor	0,000627 Pa a 544 K
Velocidad del sonido	1790 m/s a 293,15 K
Información diversa	
Electronegatividad	2,02 (Pauling)
Calor específico	122 J/(kg·K)
Conductividad eléctrica	0,867 10 ⁶ m ⁻¹ ·Ω ⁻¹
Conductividad térmica	7,87 W/(m·K)
1 ^{er} potencial de ionización	703 kJ/mol
2 ^o potencial de ionización	1610 kJ/mol
3 ^{er} potencial de ionización	2466 kJ/mol
4 ^o potencial de ionización	4370 kJ/mol
5 ^o potencial de ionización	5400 kJ/mol
6 ^o potencial de ionización	8520 kJ/mol
Isótopos más estables	

ISO.	AN	Periodo de semidesintegración	MD	ED MeV	PD
²⁰⁷ Bi	Sintético	31,55 a	ε	2,399	²⁰⁷ Pb
²⁰⁸ Bi	Sintético	3368000 años	ε	2,880	²⁰⁸ Pb
²⁰⁹ Bi	100%	$(1,9 \pm 0,2) \times 10^{19}$ años	α		²⁰⁵ Tl

Valores en el SI y en condiciones normales (0 °C y 1 atm), salvo que se indique lo contrario.

† Calculado a partir de distintas longitudes de enlace covalente, metálico o iónico.

3.0 DESCRIPCIÓN DE LOS PRODUCTOS ELABORADOS CON BISMUTO

Las sales de bismuto se emplean principalmente para la elaboración de productos farmacéuticos como son:

3.1. LECHE DE BISMUTO USP: contiene hidróxido de Bismuto y Subcarbonato de Bismuto en suspensión acuosa y rinde no menos de 5.2 por ciento y no más de 5.8 por ciento (p/p) como trióxido de Bismuto (Bi_2O_3).

3.2. SUBCARBONATO DE BISMUTO USP: contiene no menos de 97.6 por ciento y no más de 100.7 por ciento de $(\text{BiO})_2\text{CO}_3$ calculado con respecto a la sustancia seca.

3.3. SUBGALATO DE BISMUTO USP: es una sal básica que, cuando se seca a 105° durante tres horas, contiene el equivalente a no menos de 52,0 por ciento y no más de 57,0 por ciento de (Bi_2O_3) .

3.4. SUBNITRATO DE BISMUTO USP: es una sal básica que contiene el equivalente a no menos de 79% por ciento de trióxido de Bismuto (Bi_2O_3) calculado con respecto a la sustancia seca.

3.5. SUBSALICILATO DE BISMUTO USP: Es una sal básica que cuando se seca a 105°C durante tres horas contiene no menos de 59.4 por ciento de Bismuto y no menos de 36.5 por ciento y no más de 39, 3 por ciento de salicilatos totales.

3.6. CITRATO DE BISMUTO USP: contiene no menos de 49 por ciento y no más de 54 por ciento de bismuto (Bi).

3.7. SUBCITRATO DE BISMUTO: Polvo Blanco completamente soluble en agua.

El subcitrato de bismuto

Está indicado como protector de la mucosa gástrica en la enfermedad ácido péptica y en combinación con antibióticos como amoxicilina o metronidazol ha resultado benéfico contra *Helicobacter pylori* asociado con gastritis.

Su eficacia y seguridad como auxiliar en el tratamiento de la úlcera se han probado en la práctica diaria, ya que es una sustancia que se utiliza desde hace muchas décadas en forma amplia en todo el mundo, sobre todo cuando existió la fiebre por los mercuriales ante la falta de antibióticos efectivos contra infecciones por sífilis. En el estómago, el subcitrato de bismuto se convierte rápidamente en oxiclورو de bismuto y se combina con el material proteico de la base de la úlcera para formar una cutícula mecánicamente estable; además, comparte con otras sales de bismuto una acción antibacteriana contra *H. pylori*.

También hay evidencia de que contribuye a la inhibición del paso del ion hidrógeno a través de la mucosa gástrica que incrementa la cantidad de prostaglandinas y bicarbonato que son otros mecanismos protectores de la mucosa. La importancia del papel del *H. pylori* en la etiología de la gastritis y de la úlcera péptica ha resultado en un empleo mayor del subcitrato de bismuto. El subcitrato de bismuto es un complejo de ácido cítrico y sales de bismuto altamente soluble en agua y precipita en medio ácido.

En un pH menor a 5 se precipita como oxiclورو de bismuto y citrato de bismuto, algunas partículas de SCB (subcitrato de bismuto) penetran a través de las micro vellosidades del tracto intestinal y son endocitadas por los enterocitos. Después de la administración oral, presenta una pobre absorción del tracto gastrointestinal. Las concentraciones en plasma después de 4 semanas de administración alcanzan niveles de 50 mg/l (estado estable). El bismuto absorbido es excretado por la orina. La porción absorbida es eliminada por heces (99%) en forma de sulfato de bismuto, ocasionando oscurecimiento de las heces.

Los niveles plasmáticos se alcanzan entre 30 minutos y 3 horas, distribuyéndose ampliamente por el organismo con predilección por los riñones. El subcitrato de bismuto se deposita en los cráteres ulcerosos preferentemente alrededor de la mucosa y forma un complejo con las proteínas del dicho ulceroso creando una película protectora contra la digestión de los jugos gástricos.

Craptom y cols., demostraron el incremento de prostaglandinas (F_2) en la mucosa gástrica y el aumento de la secreción de bicarbonato. Lee y cols., demostraron *in vitro* que el SCB (subcitrato de bismuto), contribuye a las inhibiciones del paso de H^+ a través de la mucosa gástrica. Estos mecanismos citoprotectores contribuyen a la

habilidad del SCB (subcitrato de bismuto) para cicatrizar úlceras pépticas y proteger de daños a la mucosa gastroduodenal.

SCB (subcitrato de bismuto) tiene una acción bactericida contra *H. pylori*, debido a una inactivación de las enzimas bacterianas condicionando alteración del metabolismo bacteriano dejando a las bacterias más susceptibles a las defensas del cuerpo (Marshall y cols.).

En relación a los colores usados en pinturas para las artes en general, llámese cerámica de temperatura, óleos, acuarelas, colores para fibras como yute, papel, cartón telas, textiles, pinturas para escolares, metálicos, fluorescentes, perlas, aluminios, monumentos, restauraciones, ruinas, conventos, flores artificiales etc. Debe existir un conocimiento exacto del pigmento a emplear en cada caso en virtud de que las condiciones de clima, intemperie, luz solar, salinidad, acidez, viento, erosión, contaminantes agresivos como son óxidos de nitrógeno, sulfatos, carbonatos, nitritos, nitratos son agentes que agreden al sistema de recubrimiento o pintado principalmente en el color causando cambios de tonalidad, decoloración, desvanecimiento o desaparición de tono.

Por dar un ejemplo sencillo las pinturas al oleo deben fabricarse con pigmentos de Vanadio o de Bismuto que son los dos metales más resistentes al tiempo y conservan su color al paso de los siglos.

Estos pigmentos de Bismuto tienen la característica que no son cancerígenos. El bismuto es el metal más noble e inerte descubierto para fines cosméticos y medicinales encontrándose como un poderoso promotor del rejuvenecimiento de células y estrógeno muy necesario para el funcionamiento del sistema muscular y óseo.

Hoy por hoy el Bismuto considerado y clasificado como FCDF (Food Drug and cosmetics) Comestible, e inofensivo a la salud por la FDA y el ministerio de salud Alemán está siendo usado en infinidad de aplicaciones. No es casual que exista el Instituto del Bismuto en América y Europa de recién creación sobre todo en cirugías desplazando al titanio en férulas y clavos para uniones óseas en virtud de su poder

curativo, resistencia y estabilidad a la oxidación no cancerígeno con 100% de certeza promotor de la creación de colágeno y elastina en el organismo

El énfasis en la calidad del medio ambiente ha llevado a que grandes empresas busquen nuevas alternativas de pigmentos libres de plomo basados en vanadatos de Bismuto siendo estos productos un concepto para pigmentos de alta calidad al poder cubriente, una magnífica estabilidad al calor y excelente dispersión.

3.8. PRODUCTOS QUE TIENEN COMO BASE OXICLORURO DE BISMUTO:

Sus características y versatilidad han hecho que sea un ingrediente importante en las formulaciones cosméticas. El BiOCl le confiere consistentemente características vitales a productos cosméticos: efectos de color natural clásicos, un sofisticado brillo nacarado sedoso, una sensación cutánea magnífica, una mejor capacidad de fijación y compresión, ausencia de toxicidad, escasa absorción de aceites y buena adhesión a la piel.

Es además un aditivo funcional que mejora significativamente las propiedades de aplicación, por ejemplo sensación de suavidad en la piel y alta adhesión a la piel de muchas formulaciones cosméticas y para el cuidado personal.

3.9. LOS VANADATOS de Bismuto son pigmentos obtenidos de la reacción de soluciones de vanadio con soluciones de Bismuto.

El color puro es amarillo intenso, pero se pueden obtener tonos naranjas, rojos y verdes al mezclarlo con otros pigmentos.

Los pigmentos amarillos tienen una alta intensidad del color, brillantez y poder cubriente y son usados por su ausencia de plomo para destacar los tonos amarillos brillantes en la pintura automotriz, pintura para reprocesos y pintura industrial de buena calidad. Otros campos de aplicación son los pigmentos de pinturas de base solvente y agua de muy alta calidad, pinturas en polvo y sistemas de recubrimientos anticorrosivos y epoxicos. En combinación con pigmentos orgánicos (Ftalocianinas, perylene etc.) Los pigmentos a base de Vanadato de Bismuto cumplen con normas para la regulación de

productos permitidos para la elaboración de juguetes, para niños en lo concerniente a metales pesados y normas Alemanas para la pigmentación de empaques alimenticios.

4.0 TECNICAS DE ANALISIS

4.1. SUBNITRATO DE BISMUTO

4.1.1. PROPIEDADES QUÍMICAS:

- **Fórmula :** $\text{Bi}_5\text{O}(\text{OH})_9(\text{NO}_3)_4$
- **Sinónimos :** Hidróxido de bismuto óxido de nitrato $\text{Bi}_5\text{O}(\text{OH})_9 (\text{NO}_3)$
- **Peso Molecular:** 1461.99

4.1.2. CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN:

- El **Subnitrato de Bismuto** es una sal básica que contiene no menos del 79% de Trióxido de Bismuto (Bi_2O_3) calculado en base seca.
- Polvo blanco Microcristalino, ligeramente higroscópico.
- Insoluble en agua y alcohol, soluble en ácido clorhídrico y ácido nítrico.

4.1.3.TÉCNICA DE ANÁLISIS

4.1.3.1. IDENTIFICACION:

- Da prueba positiva como de Bismuto <191> y como Nitratos <191>

4.1.3.2. PERDIDA POR SECADO <731>:

- Secar a 105°C durante 2 horas: No debe perder más del 3% de su peso. < 731>

4.1.3.3. CARBONATOS:

- Carbonato Agregar 3 g a 3 mL de ácido nítrico tibio; No debe producir efervescencia, Verter la solución en 100 mL de agua: se forma un precipitado blanco. Filtrar, evaporar el filtrado en un baño de vapor, hasta tener un volumen de 30 mL, filtrar nuevamente el líquido, dividir el último filtrado en porciones de 5 mL y utilizar dichas porciones en las pruebas de Cloruros, Sulfatos, Cobre, Plomo y Plata.

4.1.3.4. CLORUROS <221>:

- A la porción de 10 mL retenida en la prueba de carbonatos no debe mostrar más cloruros que los que corresponden a 0.5 mL. de Ácido Clorhídrico 0.02 N (0.035%).

4.1.3.5. SULFATOS <221>:

- Tomar 5 mL de la porción retenida y adicionar 5 gotas de SR de Nitrato de Bario; No se produce turbidez inmediatamente.

4.1.3.6. LIMITE DE SALES DE AMONIO:

- Calentar a ebullición alrededor de 100mg de subnitrato de Bismuto con 5 mL de NaOH 1N; Los vapores no deben de cambiar el papel tornasol a color azul.

4.1.3.7. ARSÉNICO METODO I < 211>:

- Mezclar 375 mg de Subnitrato de Bismuto con 5 mL de agua, adicionar 2 mL de Ácido Sulfúrico cuidadosamente, calentar la mezcla hasta que los vapores fumantes de tritóxido de sulfuro sean desarrollados abundantemente. Enfriar, adicionar 10mL de agua cuidadosamente, y nuevamente evaporar, repetir si es necesario para remover las trazas de ácido nítrico. El límite es 8 ppm.

4.1.3.8. COBRE

- A 5 mL del filtrado retenido en la prueba de carbonatos adicionar un pequeño exceso de Hidróxido de Amonio 6N: El líquido no debe de presentar una coloración azulosa.

4.1.3.9. PLOMO

- Tomar 5 mL del filtrado retenido en la prueba de carbonatos adicionar 5 mL de Ácido Sulfúrico 2N: El líquido no debe desarrollar nubosidad.

4.1.3.10. PLATA

- Tomar 5 mL del filtrado retenido en la prueba de carbonatos adicionar gota a gota Ácido Clorhídrico. Se forma un precipitado el cual es insoluble en un pequeño exceso de Ácido Clorhídrico, pero es soluble en Hidróxido de Amonio 6N.

4.1.3.11. LIMITE DE METALES ALCALINOS Y ALCALINO-TERREOS

- Hervir 1g de Subnitrato de Bismuto con 20 mL de una mezcla con volúmenes iguales de Ácido Acético 6N y Agua, Enfriar y filtrar. Adicionar 2 mL de Ácido clorhídrico 3N, precipitar el bismuto por la adición de Sulfuro Hidrógeno, Hervir la mezcla y filtrar. Adicionar al filtrado 5 gotas de Ácido Sulfúrico, evaporar a sequedad y calcinar hasta peso constante. El residuo no debe exceder 5 mg (0.5%)

4.1.3.12. ENSAYO

- Pesar alrededor de 100 mg de Subnitrato de Bismuto lo más exacto, transferirlo a un matraz de 250 mL. Adicionar 2 a 3 mL de Ácido Nítrico y calentar si es necesario para su disolución. Diluir con 100 mL, de agua, adicionar 0.3 mL de solución reactiva (SR) Naranja de Xilenol, y titular con EDTA 0.05 M.

1 mL de EDTA 0.05 M es equivalente a 11.65 mg de Bi_2O_3 .

4.2 SUBSALICILATO DE BISMUTO

4.2.1. PROPIEDADES QUÍMICAS:

- **Fórmula :** $\text{C}_7\text{H}_5\text{BiO}_4$
- **Sinónimos:** (2-Hidroxibenzoato- O^1)-oxobismut,
- Sal básica de bismuto (3^+) del ácido 2-hidroxibenzoico
- **Peso Molecular:** 362.09

4.2.2. CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN:

- El **Subsalicilato de bismuto** es una sal básica, que cuando se seca a 105°C por 3 horas contiene no menos del 56% y no más del 59.4 % de bismuto (Bi) y no menos del 36.5% y no más del 39.3% de salicilatos totales.
- Polvo blanco fino, microcristalino, inodoro e insaboro.
- Prácticamente insoluble en agua, en etanol en éter.
- Reacciona con álcalis y ácidos minerales.

4.2.3. TÉCNICA DE ANÁLISIS**4.2.3.1 IDENTIFICACION:**

- A: Absorción en Infrarrojo.
- B: Da reacción positiva a la prueba de Bismuto < 191 >

4.2.3.2. pH: < 791> Entre 2.7 y 5

Preparar la solución Mezclando 10 g de Subsalicilato de bismuto en 90 mL de agua, agitar mecánicamente por 10 minutos y filtrar. .

4.2.3.3. PERDIDA POR SECADO < 731>:

- Secar a 105°C durante 3 horas: No debe perder más del 1% de su peso.

4.2.3.4. LIMITE DE NITRATOS:

- A 0.1g de Subsalicilato de Bismuto adicionar 10 mL de agua y cuidadosamente adicionar 20 mL de Ácido Sulfúrico y mezclar. La solución resultante no debe mostrar un color amarillo más intenso que la solución de referencia preparada: con 0.1 g de Ácido Salicílico, 6 mL de agua, 4 mL de una solución que contiene 100 µg de Nitrato (NO₃) por mL, 20mL de Ácido Sulfúrico y mezclar (0.4%).

4.2.3.5. ARSÉNICO METODO I < 211>:

- Triturar aproximadamente 300 mg de Subsalicilato de Bismuto exactamente pesado con un peso igual de Hidróxido de Calcio y calcinar. Disolver el residuo en 5 mL de Ácido Clorhídrico 3 N. El límite es 10 µg por g.

4.2.3.6. LÍMITE DE ÁCIDO SALICÍLICO LIBRE

- **Fase móvil.** Preparar una mezcla de metanol y ácido acético 0.06 M (550:450), filtrar y desgasificar. Hacer un ajuste si es necesario.
- **Diluyente.** Usar una mezcla de acetonitrilo y agua (1:1).

- **Solución estándar.** Transferir alrededor de 20 mg de Acido Salicílico RA exactamente pesado a un matraz volumétrico de 100 mL adicionar 20 mL del diluyente y agitar hasta disolver, Diluir a volumen con el diluyente y mezclar. Transferir 5 mL de la solución stock a un matraz volumétrico de 50 mL, diluir con el diluyente a volumen y mezclar. Esta Solución estándar contiene alrededor de 0.02 mg de Ácido Salicílico por mL.

- **Solución de la prueba.** Adicionar alrededor de 260 mg de Subsalicilato de Bismuto exactamente pesado a un tubo de centrífuga de vidrio, adicionar 12 mL de Acetonitrilo, agitar mecánicamente por 20 minutos, y centrifugar. Decantar el sobrenadante en un recipiente adecuado. Repetir la adición de Acetonitrilo, agitar, centrifugar y decantar en el mismo recipiente donde se encuentra el primer sobrenadante. Pasar el sobrenadante combinado en un filtro de 0.5 μm . de poro recolectando el filtrado en un matraz volumétrico de 50 mL. Lavar el recipiente con 5 mL de acetonitrilo, filtrar y lavar, recolectando el filtrado en el matraz volumétrico. Diluir con agua a volumen y mezclar.

- **Sistema Cromatográfico.** Equipar el Cromatógrafo de líquidos con un detector de 300 nm. , una columna de 3.2-mm x 1.5 cm rellena con material de empaque de 5 μm de Lt y una columna analítica de 4.6-mm x 30 cm rellena con material de empaque de 5 μm de Lt. La velocidad de flujo es de alrededor de 1 mL por minuto. Inyectar la solución estándar y registrar el cromatograma como lo indica el procedimiento; El factor de asimetría no debe ser mayor de 2; y la desviación estándar relativa para inyecciones repetidas no es más del 2%.

- **Procedimiento.**
 -
 - a) Inyectar por separado en el Cromatógrafo volúmenes iguales (alrededor de 20 μL) de la solución estándar y la solución de la muestra y medir las

respuestas correspondientes a los picos. Calcular el porcentaje del ácido salicílico libre en el Subsalicilato de Bismuto con la siguiente fórmula:

$$5000 \frac{(C/W)(r_u / r_s)}{}$$

- b) C es la concentración en mg por ml de Acido salicílico RA en la solución estándar; W es el peso en mg de Subsalicilato de bismuto usado en la solución de la muestra; y r_u y r_s son las respuestas correspondientes a los picos de ácido salicílico obtenido de la solución de la muestra y la solución estándar, respectivamente. No se encuentra más de 0.2%.

4.2.3.7. LÍMITE DE COBRE, PLOMO Y PLATA

- Solución estándar. Transferir 3 mL de cada una de las soluciones que contienen 1000 μg por mL de cobre, plomo y plata respectivamente a un matraz volumétrico de 2000 mL, diluir con ácido nítrico 1 M a volumen y mezclar. [Nota – Las concentraciones de cobre, plomo y plata pueden modificarse usando volúmenes o concentraciones diferentes para que la respuesta de absorción

quede dentro del intervalo de trabajo del espectrofotómetro de absorción atómica].

- Solución de prueba. Calcinar alrededor de 3g exactamente pesado, en un crisol de porcelana, enfriar y adicionar cuidadosamente ácido nítrico 6 M hasta disolver el residuo y evaporar en un baño de vapor. Calcinar el residuo, enfriar y transferir el residuo a un matraz cónico previamente tarado, lavar el crisol con 5 mL de ácido nítrico 6 M, adicionar el lavado al matraz cónico. Disolver el residuo calentando si es necesario, y adicionar agua para obtener una solución que pese 20 g. [Nota – La concentración de Subsalicilato de Bismuto puede modificarse utilizando las mismas proporciones utilizadas para modificar la Solución estándar, usando una cantidad diferente o por dilución posterior].
- Procedimiento._ Determinar las absorbancias de la Solución estándar y la Solución de la prueba en las líneas de emisión de 324.7 nm, 217 nm, y 328.1 nm, para cobre, plomo y plata respectivamente en un espectrofotómetro de absorción atómica equipada con lámparas de cátodo hueco de cobre, plomo y plata y una flama de oxidación. Las absorbancias de la Solución de prueba no debe exceder a la Solución estándar de cada elemento (10 µg por gramo)

4.2.3.8. LIMITE DEL BISMUTO SOLUBLE

- Solución estándar._ Transferir 242 mg de nitrato de bismuto pentahidratado a un matraz volumétrico de 100 mL, adicionar 3 mL de ácido nítrico 1.5 M y agitar para disolver, diluir con agua a volumen y mezclar. Transferir 1 mL de esta solución a un matraz volumétrico de 500 mL, adicionar 250 mL de ácido nítrico 1.5 M, diluir con agua a volumen, y mezclar. Esta solución contiene 2 g de bismuto por mL.

- [Nota – La concentración de bismuto en esta solución puede modificarse usando una dilución menor o por dilución posterior, para que la respuesta de absorción quede dentro del intervalo de trabajo del espectrofotómetro de absorción atómica.
- Solución de prueba. Preparar una mezcla de 5 g de Subsalicilato de bismuto con 100 mL de agua, y agitar la suspensión durante 2 horas a 20°-23°C. Filtrar en papel filtro. El filtrado nuevamente filtrarlo en un filtro con porosidad de 0.1 µm o menos. A 10 mL del filtrado adicionar 0.1 mL de ácido nítrico.
- [Nota – La concentración de bismuto en esta solución puede modificarse usando una dilución menor o pro dilución posterior, para que la respuesta de absorción quede dentro del intervalo del trabajo del espectrofotómetro de absorción atómica].
- Procedimiento. Cuidadosamente determinar las absorbancias de la Solución estándar y la solución muestra a una línea de emisión de 223.06 nm para bismuto con un espectrofotómetro de absorción de atómica equipada con una lámpara de cátodo hueco de bismuto y una flama de oxidación. La absorbancia de la solución de la muestra no debe exceder la Solución estándar (40 µg por gramo).

4.2.3.9. VALORACIÓN DE BISMUTO

- Transferir en un crisol de porcelana alrededor de 100 mg de Subsalicilato de bismuto, previamente secado a 105°C por 3 horas y calcinar. Dejar enfriar y adicionar gota a gota 2 mL de ácido nítrico al residuo hasta disolución. Adicionar alrededor de 60 mL de agua y 0.3 mL de RS naranja de xilenol y

titular con EDTA disódico 0.05 M hasta el cambio de color amarillo. Cada mL de EDTA disódico 0.05 M equivale a 10.45 mg de bismuto (Bi).

4.2.3.10. ENSAYO PARA SALICILATOS TOTALES

- SR Sulfato férrico amónico. Disolver 8 g de Sulfato férrico amónico en 100 mL de agua.
- Solución de sulfato férrico amónico._ En un matraz volumétrico de 100 mL transferir 20 mL de SR (solución reactivo) de sulfato férrico amónico y 5 mL de ácido clorhídrico 1 N Diluir con agua y mezclar.
- Solución stock estándar. Preparar una solución de ácido salicílico RA en agua a una concentración de 0.2 mg por mL.
- Preparación del estándar. Transferir 25 mL de solución stock estándar a un vaso de precipitado, adicionar 70 mL de agua, ajustar a pH 4.5 con NaOH 0.5 N o ácido clorhídrico 1 N. Transferir esta solución en un matraz volumétrico de 100 mL y llevar al aforo con agua y mezclar.
- Preparación de la muestra. Transferir alrededor de 52 mg de subsalicilato de bismuto previamente secado a 105° por 3 horas pesados con exactitud, a un matraz volumétrico de 200 mL. Adicionar 10 mL de hidróxido de sodio 0.5 N, calentar por 15 minutos, enfriar y diluir con agua hasta el aforo y mezclar. Centrifugar alrededor de 70 mL de esta solución. Transferir 50 mL del sobrenadante claro en un vaso de precipitados, adicionar 40 mL de agua, ajustar a pH 4.5 con hidróxido de sodio 0.5 N o ácido clorhídrico 1 N,

transferir esta solución a un matraz volumétrico de 100 mL y aforar con agua y mezclar.

- Blanco, Usar agua previamente ajustada con hidróxido de sodio 0.5 N o ácido clorhídrico 1 N a pH 4.5.

- Procedimiento. Se usan 3 matraces erlemeyer de 50 mL y se adiciona a uno 25 mL de la solución estándar; al segundo 25 mL de la preparación de la muestra; y al tercero 25 ml del blanco. A cada uno de los matraces se adiciona 1 mL de sulfato férrico amónico y se agita para producir :
 1. Preparación de la estándar reaccionada.
 2. Preparación de la muestra reaccionada.
 3. Preparación del blanco reaccionada.

- A una segunda serie de 3 matraces de 50 mL se adiciona al primero 25 mL de la solución estándar., al segundo 25 mL de la preparación de la muestra, y al tercero 25 mL del blanco. A cada uno de los matraces adicionar 1 mL de ácido clorhídrico 0.5N y mezclar para producir :
 1. Preparación de estándar sin reaccionar.
 2. Preparación de la muestra sin reaccionar.
 3. Preparación del blanco sin reaccionar.

- Determinar la absorbancia de las seis muestras a una longitud de onda de 525 nm., usando agua para ajustar a cero el espectrofotómetro.

- Calcular el porcentaje de salicilatos totales en la porción de subsalicilato de bismuto con la siguiente fórmula:

$$10,000(C/w) [(A_{ur} - A_{uu} - B) / (A_{sr} - A_{su} - B)]$$

Donde:

C = concentración en mg/mL de ácido salicílico RA en la solución stock estándar,

W = peso en mg de subsalicilato de bismuto tomado en la preparación de la muestra.

A_{ur} = Absorbancia en la preparación de la muestra reaccionada.

A_{uu} = Absorbancia en la preparación de la muestra sin reaccionar.

A_{sr} = Absorbancia de la preparación del estándar reaccionada

A_{su} = Absorbancia de la preparación del estándar sin reaccionar.

B = Diferencia de la absorbancia entre la solución blanco reaccionada y solución blanco sin reaccionar.

4.3 TRIÓXIDO DE BISMUTO

4.3.1. PROPIEDADES QUÍMICAS:

- **Fórmula:** Bi_2O_3
- **Peso Molecular:** 465.96
- **Sinónimos:** Óxido de Bismuto, Óxido Bismutoso

4.3.2. CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN:

- Polvo amarillo.

4.3.3. TÉCNICA DE ANÁLISIS**4.3.3.1 PERDIDA POR SECADO:**

- Secar a 105°C por dos horas. No debe perder más del 0.2% de su peso.

4.3.3.2. ENSAYO:

- Transferir alrededor de 100 mg de Trióxido de Bismuto previamente secado en un matraz Erlemeyer, adicionar de 2 - 3 mL de ácido nítrico, agitar suavemente para disolver la muestra. Adicionar alrededor de 100 mL Titular con EDTA disódico 0.05 M. y de 3 a 5 gotas de naranja de xilenol como solución indicadora al cambio de color a amarillo. Cada mL de EDTA disódico 0.05M es equivalente a 11.65 mg de Bi₂O₃. Cada mL de EDTA disódico 0.05M es equivalente a 10.45 mg de Bi.

4.3.3.3. NITRATOS

- Pesar alrededor de 0.5g de tritóxido de bismuto en un vaso de precipitados de 40 mL, adicionar 5 mL de Acido fenol sulfonico. Agitar y verter el contenido a un matraz volumétrico de 500 mL, enjuagar el vaso con agua del grifo, adicionar 30 mL de Hidróxido de amonio y llevar al aforo con agua. Dejar reposar 30

minutos y filtrar. A la solución filtrada medirle la absorbancia en espectro UV a 400nm y graficarla en la curva de los nitratos.

4.3.3.4. TAMAÑO DE PARTÍCULA:

- Medir aleatoriamente 10 cristales en el microscopio con la escala y el objetivo 40X.

4.3.3.5. RESIDUO SOBRE MALLA 325:

- Pasar 10 g de Trióxido de Bismuto sobre malla 325. No debe quedar ningún residuo.

4.4 BISMUTATO DE SODIO

4.4.1. PROPIEDADES QUÍMICAS:

- **Formula:** NaBiO_3

- **Peso Molecular:** 279.97
- **Otros nombres para clientes:** N/A

4.4.2. CARACTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN:

- Polvo amarillento
- Soluble en Ácido Nítrico

4.4.3. TÉCNICA DE ANÁLISIS

4.4.3.1. ENSAYO:

(Por titulación de poder de oxidación)

- Pesar alrededor de 0.7 g de Bismutato de Sodio en un matraz adicionar 25 mL de solución de sulfato ferroso y tapar el matraz. En otro matraz transferir 25 mL de solución de sulfato ferroso y tapar el matraz. Agitar frecuentemente los matraces durante 30 minutos y titular el sulfato ferroso en cada uno de los matraces con permanganato de potasio 0.1N.
- La diferencia en el volumen de permanganato de potasio consumido en las dos titulaciones es equivalente al Bismutato de Sodio. Un mililitro de permanganato de potasio 0.1N corresponde a 0.01400 g de NaBiO_3 .

4.4.3.2. SOLUCIÓN DE SULFATO FERROSO:

- Disolver 7 g de cristales de sulfato ferroso. $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, en 90 ml de agua fría recientemente hervida y ácido sulfúrica (10 mL) hasta un volumen de 100 mL. La solución debe ser recién preparada.

4.4.3.3. CLORUROS:

- Adicionar a 25 mL de agua 1 g de Bismutato de Sodio, calentar a ebullición por 10 minutos. Diluir con agua a 50 ml y filtrar a través un filtro libre de cloruros. A 25 mL del filtrado adicionar 0.15 mL de peróxido de hidrógeno al 30% para limpiar la solución y después añadir 1 mL de ácido nítrico y 1 mL de nitrato de plata grado analítico. Alguna turbidez no debe extenderse a 0.01 mg de ion cloruro en un volumen igual de solución usado en la prueba.

4.4.3.4. MANGANESO:

- Disolver 2.0 g en 35 mL de ácido nítrico (5+2), calentarlo hasta punto de ebullición y mantenerlo a esa temperatura por 5 minutos más.
- Preparar en un contenedor estándar 0.01 mg de ion manganeso (Mn) en 35 mL de ácido nítrico (5+2). Adicionar 5 mL de ácido sulfúrico, 5 mL de ácido fosfórico y 0.5 mL de ácido sulfuroso. Hervir para extraer los óxidos de nitrógeno, enfriar las soluciones a 15°C y añadir 0.5 g de bismuto de sodio a cada uno. Esperar por 5 minutos con agitación ocasional, diluir cada una con 25 mL de agua y filtrar a través de un filtro de papel. Cualquier color rosa en la solución de la muestra no debe exceder el estándar.

4.4.3.5. METAL MANGANESO PARA USAR COMO ESTANDAR**OXIMÉTRICO:**

- Ensayar con una muestra de manganeso electrolítico con alta pureza, previamente examinado a través de un número 10 y retenido en un número 20, para determinar la concentración de impurezas. Metales con niveles abajo del 0.03% puede ser evaluado con suficiente precisión por el método semicuantitativo espectro gráfico. Metales con una alta concentración son determinados por métodos cuantitativos; carbono y azufre pueden ser determinados por los clásicos métodos de combustión.
- Oxígeno, hidrógeno y nitrógeno son determinados por análisis de fusión alcalina empleando 25 gramos de un baño de hierro conteniendo de 2-3 g de estaño. La muestra es desplazada en una cápsula de estaño y pasar dentro del baño, el cual está entre 1500-1550°C. Más de tres muestras pueden ser analizadas antes de quitar el baño.
- El ensayo del metal manganeso para usar como estándar asimétrico no debe tener menos del 99.8% de Mn. (Porque la tendencia del metal es a reaccionar con él oxígeno por lo tanto debe ser guardado en un contenedor hermético después de que la prueba ha sido efectuada.

4.4.3.6. EFICIENCIA DE OXIDACIÓN:

- Pesar en un matraz Erlenmeyer aproximadamente 158 mg de Oxido de manganeso (MnO_2), adicionar 7 ml de Acido clorhídrico al 35%. Tapar el matraz con tapón (plástico y liga) mover suavemente, ocasionalmente de 6 a 8 Hrs. Hasta su completa disolución. Adicionar 12.5mL de ácido nítrico diluido (1+3). Se hierve por cinco minutos para eliminar los cloruros, se deja enfriar la solución y se adiciona 5 mL de ácido sulfuroso y 112.5 mL de ácido nítrico (2+5). Se diluye con agua destilada para tener un volumen final de 5 mL. Se

adicionan 3.5 gr de Bismutato de sodio y se agita vigorosamente por un minuto. Se adicionan 125 ml de agua fría, filtrar en un shot. Adicionar Ácido Nítrico (3+97) para lavar el filtro. Adicionar al filtrado 4.25gr de Sulfato Ferroso Amoniacó Heptahidratado. Agitar vigorosamente hasta que la reducción este completa y la sal disuelta. Adicionar unas gotas de 1,10 fenantrolina 0.01M.

- Titular con permanganato de potasio 0.1N hasta obtener un color rosa que persista aproximadamente 30 segundos.
- Determinación del manganeso equivalente (Mn) del Sulfato ferroso amónico heptahidratado.
- Pesar 1g del Bismutato de Sodio, adicionar 112.5 ml de Ácido Nítrico diluido (2+5), agitar y filtrar en el shot, adicionar 0.875 gr de Sulfato Ferroso amónico Heptahidratado y titular con Permanganato de Potasio (KMnO_4) 0.1 N.
- Calcular la eficiencia de oxidación del Bismutato de sodio. (NaBiO_3), de la siguiente forma:
- Eficiencia de oxidación =
$$\frac{(A-B) \times 0.0011 \times 100}{C}$$

A= A los mililitros de KMnO_4 0.1N equivalente al sulfato ferroso adicionado.

B= A los mililitros de KMnO_4 0.1N requeridos para titular el exceso del ion ferroso.

C= Son los gramos de manganeso usados, tomando en cuenta el ensayo del metal.

4.5 OXICLORURO DE BISMUTO OP

4.5.1. PROPIEDADES QUÍMICAS:

- **Fórmula :** BiOCl
- **Peso Molecular:** 260.42

- **Otros nombres:** Bismuth Oxychloride OP, Oxidloruro de Bismuto Amorfo, Amorphous Bismuth Oxyclhloride, Perla III, Bismuth Oxychloride OP

4.5.2. CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN:

- Polvo blanco de Oxidloruro de bismuto que cuando se seca a 105°C durante 1 hora contiene no menos del 99.5% como oxidloruro de bismuto (BiOCl).

4.5.3. TÉCNICA DE ANÁLISIS

4.5.3.1 PERDIDA POR SECADO <731>:

- Secar a 105°C por una hora. No debe perder más del 0.5% de su peso. De acuerdo al Instructivo de Perdida por secado, CC-IN-54.

4.5.3.2. ENSAYO

Transferir en un matraz erlenmeyer alrededor de 100 mg de Oxidloruro de Bismuto OP previamente secado, adicionar de 2 a 3 mL de ácido nítrico, calentar si es necesario para disolución de la muestra.

Titular con EDTA disódico 0.05 M. y de 3 a 5 gotas de naranja de xilenol como solución indicadora al cambio de color a amarillo.

Cada mL de EDTA disódico 0.05M es equivalente a 13.021 mg de Oxidloruro de

4.5.3.3. ARSÉNICO, PLOMO Y MERCURIO:

Se realiza Total Digestión por (I.C.P.)(En Servicio geológico).

4.5.3.4. TAMAÑO DE PARTÍCULA

Medir aleatoriamente 10 cristales en el microscopio con la escala y el objetivo 40X.

4.5.3.5. DENSIDAD DE BULTO

Entre 0.2 – 0.5

4.6 SUBGALATO DE BISMUTO

4.6.1 PROPIEDADES QUÍMICAS:

- **Fórmula :** $C_7H_5BiO_6$
- **Sinónimos:** Sal básica de Bismuto del Ácido Gálico.
- **Peso Molecular:** 394.09

4.6.2. CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN:

- El **Subgalato de bismuto** es una sal básica que cuando se seca a 105°C durante tres horas contiene el equivalente a no menos del 52% y no más que el 57% de Bi_2O_3
- Polvo amarillo fuerte, amorfo. Inodoro e insaboro.
- Estable al aire, pero es afectado por la luz.
- Fácilmente soluble con descomposición en Ácido Clorhídrico moderadamente diluido, Ácido Nítrico, o Ácido Sulfúrico; se disuelve fácilmente en Hidróxidos Alcalinos, formando un líquido amarillo claro que desarrolla rápidamente un color rojo. Prácticamente insoluble en agua, en Alcohol, en Cloroformo y en Éter; insoluble en ácidos minerales muy diluidos.

4.6.3. TÉCNICA DE ANÁLISIS

4.6.3.1. IDENTIFICACION:

- **A:** Cuando se calienta al rojo vivo, primero se carboniza, dejando finalmente un residuo amarillo. El residuo da positivo a la prueba de Bismuto <191>.
- **B:** Agitar completamente alrededor de 100 mg de Subgalato de Bismuto con un exceso de Solución Reactivo. (SR) Sulfuro de Hidrógeno, filtrar, y hervir el filtrado para expulsar los gases disueltos. Enfriar y adicionar 1 gota de SR. Cloruro Férrico: Se produce una mezcla azul morada.

4.6.3.2. PERDIDA POR SECADO <731>

- Secar a 105°C durante 3 horas: No debe perder más del 7% de su peso.

4.6.3.3. LIMITE DE NITRATOS

- Mezclar cerca de 100 mg de Subgalato de Bismuto con 5 mL de Ácido Sulfúrico 2 N y 5 mL de SR. Sulfato Ferroso, filtrar la mezcla, y cuidadosamente al filtrado dejar resbalar por las paredes del tubo 5 mL de Ácido Sulfúrico sin mezclar. No debe aparecer en la zona de contacto de los dos líquidos un color café rojizo.

SR. Sulfato Ferroso. Disolver 8 gr de Cristales claros de sulfato ferroso en 100 mL de agua recientemente hervida y fría. La solución debe de estar recién preparada.

4.6.3.4. ARSÉNICO METODO I < 211>:

- Triturar 400 mg de Subgalato de Bismuto con un peso igual de Hidróxido de Sodio y calcinar. Disolver el residuo con 5 mL de Ácido Clorhídrico 3 N, la solución como tal tiene las características para la prueba de Arsénico: Arsénico <211> (7.5 ppm).

4.6.3.5. COBRE, PLOMO Y PLATA

- Calcinar en un crisol de porcelana 3 g de Subgalato de Bismuto, enfriar y cuidadosamente adicionar gota a gota suficiente Ácido Nítrico hasta disolver el residuo. Evaporar la solución a sequedad, nuevamente calcinar y enfriar. Cuidadosamente disolver el residuo con suficiente ácido nítrico y calentar a evaporación para obtener un concentrado de alrededor de 4 mL, llevar la solución anterior hasta un aforo a 100 mL de agua, filtrar y evaporar el filtrado hasta obtener 20 mL, nuevamente filtrar y dividir este filtrado en porciones de 5 mL cada una. Usándolas para los procesos de Cobre, Plomo, y Plata igual que especificadas en Subnitrate de Bismuto.

4.6.3.6. COBRE

- A 5 mL del filtrado, adicionar un pequeño exceso de Hidróxido de Amonio 6N: El líquido no debe de presentar una coloración azulosa.

4.6.3.7. PLOMO

- Tomar 5 mL del filtrado, adicionar 5 mL de Ácido Sulfúrico 2N: El líquido no debe desarrollar nubosidad.

4.6.3.8. PLATA

- Tomar 5 mL del filtrado, adicionar gota a gota Ácido Clorhídrico. Se forma un precipitado el cual es insoluble en un pequeño exceso de Ácido Clorhídrico, pero es soluble en Hidróxido de Amonio 6N.

4.6.3.9. LIMITE DE ÁLCALINOS Y ALCALINO-TERREOS

- Hervir 1 g de Subgalato de Bismuto con 20 mL de una mezcla de Ácido Acético y agua en volúmenes iguales, enfriar y filtrar. Al filtrado adicionar Sulfuro de Hidrógeno para precipitar el Bismuto, hervir la mezcla y filtrar. Adicionar 5 gotas de Ácido Sulfúrico al filtrado, evaporar a sequedad y calcinar a peso constante: El peso del residuo no debe exceder 5 mg (0.5%).

4.6.3.10. ACIDO GÁLICO LIBRE

- Agitar 1 g de Subgalato de Bismuto con 20 mL de alcohol por un minuto, filtrar y evaporar el filtrado en un baño de vapor, secar el residuo a 105°C por 1 hora. El peso del residuo no debe exceder 5 mg (0.5%).

4.6.3.11. ENSAYO

- Secar alrededor de 1 g de Subgalato de Bismuto a 105°C por 3 horas, pesar una muestra exacta y calcinarla en un crisol de porcelana. Dejar enfriar y adicionar

gota a gota Ácido Nítrico al residuo hasta que esté en solución. Evaporar la solución a sequedad y cuidadosamente calcinar el residuo a peso constante. Determinar el porcentaje de Bi_2O_3 .

METODO ALTERNO ELABORADO POR DEPARTAMENTO DE CONTROL DE CALIDAD DE FARMAQUIMIA S.A. DE C.V.

4.6.3.12. VALORACIÓN DE SUBGALATO DE BISMUTO COMO Bi_2O_3 POR TITULACIÓN

Transferir en un crisol de porcelana alrededor de 100 mg de Subgalato de Bismuto, previamente secado a 105°C por 3 horas y calcinar. Dejar enfriar y transferir el residuo calcinado a un matraz erlenmeyer, adicionar aproximadamente de 2 a 3 mL de Ácido Nítrico al crisol para disolver el residuo que este adherido en las paredes, adicionar el contenido al matraz erlenmeyer, agitar suavemente hasta disolución, lavar el crisol con agua y adicionar el agua de lavado al matraz, adicionar alrededor de 100 mL de agua y 0.3 mL de SR Naranja de Xilenol y titular con EDTA disódico 0.05 M hasta el cambio de color a amarillo. Cada ml de EDTA disódico 0.05 M es equivalente a 11.65 mg por ml de Trióxido de Bismuto (Bi_2O_3).

Valoración - Secar aproximadamente 1 g de Subgalato de Bismuto a 105°C durante 3 horas, luego pesar exactamente y someter a ignición en un crisol de porcelana. Dejar enfriar y agregar ácido nítrico al residuo, gota a gota, calentando hasta disolución completa. Evaporar la solución hasta sequedad y cuidadosamente someter a ignición el residuo hasta peso constante. Determinar, a partir del peso del residuo obtenido, el porcentaje de Bi_2O_3 en la porción de Subgalato de Bismuto tomada.

4.7 SUBCARBONATO DE BISMUTO

4.7.1. PROPIEDADES QUÍMICAS:

- **Fórmula :** $(\text{BiO})_2\text{CO}_3$
- **Peso Molecular:** 510.01

4.7.2. CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN:

- **Subcarbonato de bismuto** contiene no menos del 97.6% y no más del 100.7% de $(\text{BiO})_2\text{CO}_3$ calculado sobre base seca.
- Polvo blanco o casi blanco
- Prácticamente insoluble en agua, etanol y éter. Soluble con efervescencia en ácidos diluidos.

4.7.3. TÉCNICA DE ANÁLISIS

4.7.3.1. IDENTIFICACION:

- Da reacción positiva la prueba de Bismuto <191> y a la de carbonatos <191>

4.7.3.2. PERDIDA POR SECADO <731>:

- a 105°C a peso constante: No debe perder más del 1% de su peso. <731>

4.7.3.3. CLORUROS <221>:

- Mezclar 5 g de Subcarbonato de bismuto con 10 mL de agua, adicionar 20 mL de ácido nítrico, calentar hasta disolución, enfriar y diluir con agua hasta tener un volumen de 100 mL. Tomar 6.6 mL de la solución anterior, adicionar 4 mL de ácido nítrico, y diluir con agua hasta un volumen de 50 mL. Una porción de 15 mL de la solución anterior no debe de mostrar más cloruros que los que corresponden a 700 µl (0.7 mL) de ácido clorhídrico 0.02 N (0.05%).

4.7.3.4. LIMITE DE ÁLCALINOS Y ALCALINO-TÉRREOS

- Hervir 1 g de Subcarbonato de Bismuto con 20 mL de una mezcla de Ácido Acético y Agua (1:1). Después de 2 minutos enfriar y filtrar. Colectar el filtrado, lavar el residuo con 20 mL de agua adicionando el agua de lavado al filtrado. A esta solución adicionar 2 mL de Ácido Clorhídrico 2 N y 20 mL de agua. Adicionar sulfuro de Hidrógeno para precipitar el bismuto, calentar hasta ebullición. Enfriar la mezcla y filtrar. Colectar el filtrado y lavar el residuo con agua adicionando el agua del lavado al filtrado. Evaporar el filtrado a sequedad. Adicionar al residuo 0.5 mL de Ácido Sulfúrico, secar lentamente y enfriar: El peso del residuo no debe exceder 10 mg (1.0%).

4.7.3.5. LIMITE DE NITRATO

- **Titulante Carmín índigo.** Disolver 4 g de carmín índigo en 900 mL de agua, adicionar 2 mL de ácido sulfúrico, y diluir con agua hasta 1000 mL

- **Solución estándar.** Preparar un solución de nitrato de potasio en agua que contenga 0.0815 mg por mL (equivalente a 0.05 mg de nitrato por cada mL). Transferir 20 mL de esta solución en un Matraz Erlenmeyer de 125 mL (Solución estándar).

- **Preparación de la muestra.** Colocar 250 mg de Subcarbonato de bismuto en un matraz cónico, adicionar 20 mL de agua y agitar hasta que la solución este suspendida.

- **Procedimiento.**
 - a) Adicionar 0.05 mL del Titulante Carmín índigo a la Solución estándar y a la preparación de la muestra.
 - b) Adicionar cuidadosamente 30 mL de Ácido Sulfúrico y titular inmediatamente con el titulante Carmín índigo hasta obtener el color azul estable.
 - c) El volumen consumido de la solución titulante Carmín Índigo en la preparación de la muestra no debe exceder al consumido por la solución estándar (0.4%)

4.7.3.6. LIMITE DE PLATA

- A 2 g de Subcarbonato de Bismuto adicionar 1 mL de agua y 4 mL de Ácido Nítrico. Calentar hasta disolución, adicionar Agua para obtener un volumen de 11 mL, enfriar. Adicionar 2 mL de Ácido Clorhídrico 1 N, dejar reposar 5 minutos protegidos de la luz. Esta solución no debe presentar más turbidez comparada con 10 mL de una solución que contiene 7.87 μg de nitrato de plata por mL tratada con 1 mL de Ácido Nítrico y 2 mL de Ácido Clorhídrico 1 N (0.0025%).

4.7.3.7. ARSÉNICO MÉTDO I (211)

- Preparación de la muestra: Disolver 600 mg de Subcarbonato de Bismuto en 35 mL de Ácido Clorhídrico 3 N. El límite es 5 μg por gramo.

4.7.3.8. LÍMITE DE DE COBRE.

- **Solución estándar:** En un matraz volumétrico de 100 mL adicionar 1.34 g de cloruro cúprico, 10 g de cloruro de amonio y 3 mL de solución de metabisulfito de sodio (275 mg por cada mL). Diluir con agua a volumen y mezclar. Esta solución stock contiene el equivalente de 5 mg de cobre por mL. Hacer una dilución de la solución anterior, tomando un volumen exactamente medido de la solución stock y adicionar paso a paso ácido nítrico 2 N para obtener una solución que contenga el equivalente de 10 μg de cobre por mL. Mezclar 0.25mL de la esta solución y 9.75 mL de agua (Solución estándar).
- **Solución de la muestra:** A 5 mL de la solución stock retenida en la prueba de cloruros, adicionar 2 mL de hidróxido de amonio 6 N, diluir con agua a 50 mL, mezclar y filtrar. Usar el filtrado como la solución de la prueba.

- **Procedimiento:**

A 10 mL de la solución estándar y a 10 mL de la solución de la muestra adicionar 1 mL de una solución de dietiltiocarbamato (1:1000).

El color obtenido en la solución de la muestra no debe ser más intenso al color obtenido en la solución estándar (0.005%).

4.7.3.9. LIMITE DE PLOMO

- **Diluyente:** Usar Ácido Nítrico 6 N libre de plomo.
- **Solución estándar:** Preparar una solución de nitrato de plomo en diluyente que contenga 0.1598 μg por mL. Esta solución contiene 100 μg de plomo por mL. De esta solución hacer una dilución tomando un volumen exactamente medido que contenga 1.0, 2.0, y 3.0 μg de plomo por mL.
- **Solución de la muestra:** Disolver 12.5 g de Subcarbonato de bismuto en 75 ml de diluyente. Calentar hasta ebullición por 1 minuto, enfriar y diluir con agua a 100 mL.
- **Procedimiento:**
 - a) Determinar las absorbancias de la solución estándar y la solución de la muestra en la línea de emisión del plomo a 283.3 nm con un

espectrofotómetro de absorción atómica equipado con una lámpara de plomo de cátodo hueco y una flama de aire-acetileno.

- b) Como blanco se usa el diluyente en una dilución 1:5.
- c) Graficar las absorbancias de la solución estándar contra la concentración de Plomo en μg por ml. y hacer una regresión lineal de los 3 puntos graficados.
- d) De la grafica obtenida determinar la concentración, C de plomo en μg por ml en la Solución de la muestra.
- e) Calcular el porcentaje de Plomo (Pb) en la porción de Subcarbonato de Bismuto con la siguiente fórmula:

$$= C/ 12,500$$

El límite es 0.002%.

4.7.3.10. ENSAYO

- Disolver alrededor de 100 mg. de Subcarbonato de Bismuto exactamente pesado, con 2 o 3 mL de Ácido Nítrico. Diluir con agua a 250 mL adicionar 0.3 mL de SR. Naranja de Xilenol, y titular con EDTA 0.05 M hasta el vire a amarillo. Cada mL de EDTA 0.05M es equivalente a 12.75 mg de $(\text{BiO})_2\text{CO}_3$.

4.8 CITRATO DE BISMUTO

4.8.1. PROPIEDADES QUÍMICAS:

- **Fórmula :** $\text{Bi C}_6\text{H}_5\text{O}_7$
- **Peso Molecular:** 398.08

CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN:

- Polvo blanco amorfo o microcristalino.
- Soluble en amoníaco y en soluciones de citratos alcalinos, insoluble en agua y alcohol.

TÉCNICA DE ANÁLISIS

4.8.2. IDENTIFICACION:

A: Absorción en Infrarrojo

B: Cuando se calienta fuertemente, la sal se carboniza y la ignición deja un residuo más o menos negro con una superficie amarilla. El residuo es soluble en ácido nítrico tibio y esta solución cuando se deja gotear en un exceso de agua produce una turbidez blanca.

C: Disolver 1 g de Citrato de Bismuto en amoníaco SR (solución reactivo). Cuando es tratado con exceso de sulfuro de hidrógeno se forma un precipitado negro. Filtrar esta mezcla,

Evaporar el exceso de sulfuro de hidrógeno por evaporación y dejar enfriar. A una porción de esta solución colectada se agrega un exceso de hidróxido de calcio SR se formara un precipitado blanco. Reservar una parte de la solución colectada para el análisis de Nitratos.

4.8.2.1. Arsénico Método I < 211 >

Triturar 300 mg de Citrato de Bismuto con 300 µg de Hidróxido de calcio y calcinar
Disolver el residuo en 5 mL de ácido clorhídrico 3 N: El límite es 10 µg por g.

4.8.2.2. Limite de Nitrato

A la segunda porción de la solución enfriada antes reservada en la identificación C,

Adicionar un volumen igual de ácido sulfúrico, mezclar y dejar enfriar. En el líquido dejar caer unos cristales de sulfato ferroso esperar 30 minutos: No debe aparecer coloración café o café negruzca.

4.8.2.3. Limite de Cobre, Plomo y Plata.

Solución estándar.- Preparar una solución que contenga 1000 mg de cobre por mL,

Una solución de 1000 µg de plomo por mL y una solución que contenga 1000 µg de plata por mL.

Transferir 3 mL de cada solución a un matraz volumétrico de 2000 mL, diluir con ácido nítrico 1 N al volumen y mezclar.

Solución de la muestra: Calcinar 3 g de Citrato de Bismuto lo más exacto, en un crisol de porcelana, enfriar y adicionar cuidadosamente 6 mL de ácido nítrico 6 N para disolver el residuo. Adicionar 100 mL de agua y mezclar. Se forma un precipitado blanco.

Filtrar la mezcla, evaporar hasta obtener 15 mL de la solución, y filtrar nuevamente. Diluir el filtrado con agua a 20 mL.

Procedimiento: Determinar las absorbancia de la Solución estándar y de la Solución de la muestra la línea de emisión de 324.7 nm, 217 nm, y 328.1 nm de cobre y plomo, y plata respectivamente, con espectrofotómetro de absorción atómica

Light –Scattering (851) equipadas con lámparas catódicas huecas de cobre, plomo y plata con una flama de oxidación. Las absorbancia de la Solución de la muestra no deben exceder a las Soluciones estándar de cada elemento. (10 µg por g).

4.8.2.4. Límite de Bismuto soluble

Solución estándar.- Transferir 242 µg de nitrato de bismuto penta hidratado a un matraz volumétrico de 100 mL. Adicionar 3 ml de ácido nítrico 1.5 N agitar hasta disolver, diluir con agua a volumen y mezclar. Transferir 1 mL de ésta solución a un matraz volumétrico de 500 mL, adicionar 250 mL de ácido nítrico 1.5 N, diluir con agua a volumen y mezclar. Esta solución contiene 2 µg de bismuto (Bi) por mL.

Solución de la muestra.- Preparar una mezcla de 5 g de Citrato de Bismuto y 100 mL de agua, agitar mecánicamente la suspensión por 2 horas, filtrar en papel. Y pasar el

filtrado obtenido por un filtro que tenga 0.1 μm de porosidad. A 10 mL del filtrado adicionar 0.1 mL de ácido nítrico.

Procedimiento.- Determinar las absorbancia de la Solución estándar y la Solución de la muestra a la línea de emisión de 223.02 nm para bismuto con espectro de absorción atómica equipada con una lámpara de cátodo hueco y una flama de oxidación. Las absorbancia de la Solución de la muestra no debe exceder la Solución estándar (40 g por g).

4.8.2.5. ENSAYO

Pesar con exactitud alrededor de 100 μg de Citrato de Bismuto en un crisol de porcelana y calcinar. Enfriar, adicionar al residuo 2 mL de ácido nítrico, gota a gota y entibiar hasta completar la solución. Adicionar alrededor de 60 mL de agua y 0.3 mL de SR naranja de xilenol, y titular con EDTA sal disódica 0.05 M

Cada mL de EDTA es equivalente a 10.45 μg de bismuto (Bi).

4.9SUBCITRATO DE BISMUTO COLOIDAL

4.9.1. PROPIEDADES QUÍMICAS:

- **Fórmula :** $K_3(NH_4)_2 \{Bi_6O_3(OH)_5(C_6H_5O_7)\}$.Aproximada
- **Sinónimos :** Complejo polinuclear coloidal de la sal de potasio y amonio del oxo-hidroxi-citrato-Bismutato (III)
- **Peso Molecular:** 2296 Aproximado

4.9.2. CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN:

- Polvo blanco amorfo soluble en agua, álcalis diluidos y amoniaco.
- El Subcitrato de Bismuto coloidal contiene del 39% al 42% como Trióxido de bismuto (Bi_2O_3)

4.9.3. TÉCNICA DE ANÁLISIS

4.9.3.1. IDENTIFICACION:

- Da prueba positiva como de Bismuto <191>

4.9.3.2. ARSÉNICO MÉTODO I < 211>

Triturar 300 mg de Subcitrato de Bismuto con 300 µg de Hidróxido de calcio y calcinar
Disolver el residuo en 5 ml de ácido clorhídrico 3 N: El límite es 10 µg por g.

4.9.3.3. PLOMO Y MERCURIO:

Plomo <211>

Mercurio <261>

4.9.3.4. ENSAYO

Pesar con exactitud alrededor de 100 mg de Subcitrato de Bismuto en un matraz erlenmeyer adicionar de 2-3 mL de ácido nítrico, Una vez disuelta la muestra Adicionar alrededor de 100 mL de agua, titular *con EDTA* disódico 0.05 M. y de 3 a 5 gotas de naranja de xilenol como solución indicadora al cambio de color a amarillo

Cada mL de EDTA disódico 0.05 M es equivalente a 11.65 mg por mL de Trióxido de Bismuto (Bi₂O₃).

4.9.3.5. pH: < 791> ENTRE 6 y 8

Preparar la solución Mezclando 10 g de Subcitrato de bismuto en 90 mL de agua, agitar mecánicamente por 10 minutos, filtrar, y medir el pH.

4.10 OXICLORURO DE BISMUTO CON PROTECCIÓN ULTRA VIOLETA

4.10.1. PROPIEDADES QUÍMICAS:

- **Fórmula :** BiOCl
- **Peso Molecular:** 260.42

4.10.2. CARÁCTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN:

- Polvo blanco nacarado de Oxiclورو de bismuto que cuando se seca a 105°C durante 1 hora contiene no menos del 98% como oxiclورو de bismuto (BiOCl).

4.10.3. TÉCNICA DE ANÁLISIS

4.10.3.1. PERDIDA POR SECADO <731>:

- Secar a 105°C por una hora. No debe perder más del 1.5% de su peso, Realizar de acuerdo al instructivo de perdida por secado.

4.10.3.2. ENSAYO

Transferir en un matraz erlenmeyer alrededor de 100 mg de Oxidocloruro de Bismuto protegido previamente secado, adicionar de 2 a 3 mL de ácido nítrico, calentar si es necesario para disolución de la muestra, lentamente de 50 a 100 mL de agua (No debe haber precipitación y en caso de que suceda hay que repetir el procedimiento).

Titular con EDTA disódico 0.05 M. y de 3 a 5 gotas de naranja de xilenol como solución indicadora al cambio de color a amarillo.

Cada mL de EDTA disódico 0.05M es equivalente a 13.021 mg de Oxidocloruro de Bismuto.

4.10.3.3. .ARSÉNICO, PLOMO Y MERCURIO:

Se realiza Total Digestión por (I.C.P.)(En Servicio geológico).

4.10.3.4. TAMAÑO DE PARTÍCULA:

- Medir aleatoriamente 10 cristales en el microscopio con la escala y el objetivo 40X.

4.10.3.5. ANÁLISIS MICROBIOLÓGICO

Realizar de acuerdo al instructivo, de análisis microbiológico.

4.10.3.6. COLOR ORGÁNICO PRESENTE

- Analizar visualmente que en la muestra no se encuentre algún color orgánico.

5.0 Límite de Cloruros y Sulfatos.

USP <221>

La prueba se ejecuta utilizando parejas de tubos de vidrio limpio, con un diámetro interno lo más preciso posible y similares en los demás aspectos. Se usan los mismo volúmenes y reactivos, tanto para la solución muestra como para la solución de control que contiene la cantidad especificada de cloruros o sulfatos. Cuando se acidifica la solución y no queda perfectamente clara, se filtra a través de un papel filtro que tenga reacción negativa a Cloruros y Sulfatos.

Se agrega el volumen requerido de S.R. de Nitrato de Plata o de S.R. de Cloruro de Bario, BaCl_2 para efectuar las precipitaciones de Cloruro de Plata AgCl o del Sulfato de Bario. BaSO_4 . Se mezcla, se deja reposar y se hacen observaciones comparativas, contra un fondo oscuro y con una fuente de luz directa a los lados del tubo. Cuando la monografía individual señala ejecutar la prueba un volumen especificado de solución o de substancia, y el límite para cloruros o sulfatos corresponde a 0.2 mL o menos de solución 0.02N de Ácido Clorhídrico HCl o de Sulfúrico H_2SO_4 , respectivamente, la prueba se realiza con la solución sin otra dilución.

En tales casos se debe mantener la misma relación de volumen, tanto para la solución como de control, como para la solución con la muestra.

Al aplicar la prueba a sales de metales pesados, las cuales normalmente muestran una reacción ácida, se omite la acidificación y no se neutraliza la solución. Las soluciones de bismuto se disuelven en algunos mL. De agua y con 2 mL de Ácido Nítrico (HNO_3), antes de adicionar la solución S.R. precipitante.

Cloruros.

PROCEDIMIENTO.

- En un tubo se disuelve la cantidad de sustancia por ensayar, especificada en la monografía respectiva y se le adiciona agua hasta 30 o 40 ml.
- Se adiciona 1mL de S.R. de Ácido Nítrico HNO_3 y 1 mL de S.R. Nitrato de plata, tanto al tubo con la muestra como al del control, y enseguida agua hasta los 50 mL. Se mezclan y se dejan reposar durante cinco minutos, protegidos de la luz. Se observan y se comparan. La turbidez producida por la sustancia por ensayar no será mayor que la del control de referencia.

Orozco D. Fernando Análisis Químico cuantitativo Ed. Porrúa México 1977

6.0 ANÁLISIS MICROBIOLÓGICO

USP <61>

Límites Microbianos

Conjunto de pruebas cuyo objetivo es evaluar la calidad sanitaria de productos farmacéuticos (materias primas, productos intermedios y terminados), mediante el recuento de organismos mesófilos aerobios, hongos filamentosos y levaduras; así como, la investigación de microorganismos objetables en dichos productos.

Recomendaciones Generales

- Las muestras deben trabajarse bajo condiciones asépticas.
- El tiempo transcurrido desde la preparación de la primera dilución hasta su incorporación con el medio de cultivo no debe exceder de una hora.
- Las muestras de prueba deben incubarse a $35 \pm 2^\circ\text{C}$, de 24 a 48 horas, a menos que se especifiquen otras condiciones.

Solución amortiguadora de fosfato, pH 7.2





Solución concentrada. En un matraz volumétrico de 1,000mL. Se disuelven 34 gramos de fosfato monobásico en cerca de 500 mL de agua. El pH se ajusta a 7.2 ± 0.1 , agregando cerca de 175 mL de S.R. de hidróxido de sodio; se agrega agua hasta el aforo y se mezcla, Se conserva bajo refrigeración. Para usarla se diluye con agua en la proporción de 1:800. Se esteriliza a 121° durante 15 minutos.

Medios de Cultivo

Preparar los medios de cultivo a partir de mezclas deshidratadas comerciales respetando estrictamente las condiciones del fabricante. Cuando sea necesario preparar los medios de cultivo a partir de los ingredientes señalados en su fórmula y de acuerdo a las siguientes instrucciones. Disolver los sólidos solubles en agua, calentar hasta disolución completa. Determinar el pH a $25^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$ y ajustar si es necesaria con soluciones de ácido clorhídrico o hidróxido de sodio 1 N según sea el caso.

Los medios de cultivo deben esterilizarse a 121°C durante 15 minutos a menos que en la formulación se indique otras condiciones.

Medios de Cultivo utilizados:

-  Agar Soya Tripticaseina para cultivo de Bacterias
-  Agar Dextrosa y Papa para cultivo de Hongos y Levaduras
-  Agar de sal y manitol para *Estafilococos Aureus*
-  Agar Mac conkey para Enterobacterias y Coliformes

Muestreo

La muestra de producto para cada determinación no debe ser menor a 10 g o 10 mL.

Procedimiento

De acuerdo a las características físicas de la muestra pesar 10 g o 10 mL del producto, transferirlo a 90 mL de solución amortiguadora de fosfatos pH 7.2 previamente esterilizado.

Método de Placa



Se mide con pipeta 1 mL de la dilución anterior, se deposita en cada una de dos cajas de Petri estériles, que contienen entre 15 y 20 mL, del medio Agar Soya Trypticaseina , Agar Dextrosa y Papa, Agar sal y manitol y Agar Mac conkey que ha sido previamente fundido y enfriado aproximadamente a 45°C. Las cajas se tapan y la muestra se mezcla con el Agar, inclinándolas o moviéndolas circularmente sobre una superficie plana. El contenido de cada una se deja solidificar a la temperatura ambiente. Se invierten y se incuban.

Agar	Tiempo de incubación
Soya Trypticaseina	32-35°C por 48 horas
Dextrosa y Papa	Temperatura ambiente (25°C) por 5 días
Sal y manitol	32-35°C de 18-48 horas
Mac conkey	32-35°C de 18-48 horas

Durante 48 horas las cajas petri que contienen los cultivos en Agar Soya Trypticaseina a $35 \pm 2^\circ\text{C}$ y a 72 horas, las cajas petri que contienen los cultivos en Agar Dextrosa y Papa a temperatura ambiente.

Después del período de incubación, auxiliándose de una lupa si es necesario, el número de colonias (UFC) se cuenta en las dos cajas y se promedia. El número de microorganismos se expresa, respecto de 1g o de 1mL de muestra, considerando el factor de dilución de la muestra.

Características de las colonias

-  En el Agar de sal y manitol las colonias son amarillas.
-  En el Agar Mac Konckey las colonias son rojas con halo turbio.

7.0 PÉRDIDA POR SECADO

USP 29 (731)

El procedimiento descrito a continuación se usa para determinar en sustancia la cantidad de materia volátil de cualquier naturaleza que se elimina bajo condiciones especificadas. Para las sustancias que únicamente contienen agua como constituyente volátil, se procede como se indica en determinación de agua.

A menos que se indique otra cosa en la monografía respectiva, la prueba se efectúa con 1 a 2 g. de muestra de la sustancia previamente mezclada si la muestra se encuentra en forma de cristales grandes, esto se reducen cerca de 2 mm. Triturándolos rápidamente.

En un pesa filtro (crisol) tarado de forma baja, previamente desecado durante 30 minutos bajo las mismas condiciones en que se efectuará la determinación se coloca la muestra, se tapa y se pesa; se agita suavemente de uno a otro lado, distribuyendo el contenido tan uniformemente como sea posible hasta un espesor aproximado de 5mm. O de 10mm, en el caso de materiales voluminosos crisol con la muestra de la sustancia, se coloca en la estufa u horno de desecación se quita el tapón y la muestra se deseca a la temperatura y durante el tiempo especificado en la monografía respectiva. Al abrir el horno o estufa de desecación se tapa rápidamente crisol y se pasa a un desecador para que adquiera la temperatura ambiente, antes de ser pesado si la sustancia ensayada funde a temperatura inferior a la especificada para la determinación de pérdida al secado crisol con su contenido se coloca de una a tres horas a una temperatura entre 5 y 10 debajo de su temperatura de fusión y enseguida se deseca a la temperatura que se especifica, cuando se indique que el secado se debe hacer en desecador, se tendrá especial cuidado en asegurarse que el desecante se conserve totalmente activo cambiándolo frecuentemente.

8.0 ABSORCIÓN DE ACEITE

Una de las pruebas preliminares que se aplican a un pigmento es mezclarlo con aceite de linaza hasta formar una pasta. La cantidad de aceite que se emplea para ella se conoce como absorción de aceite del pigmento, y se expresa en gamos de aceite por cien gramos de pigmento.

Esta prueba da una idea aproximada del calor y la textura.

La superficie de cada partícula de pigmento se moja con el aceite; cada partícula se rodea de una capa de aceite de una o varias moléculas de espesor. La cantidad de aceite que se requiere para esta etapa depende del área específica del pigmento, o sea, del tamaño de partícula, la rugosidad de la superficie, la presencia de grietas o poros.

El grueso de la capa de aceite adherida sobre la partícula depende del grado de atracción que existe entre el pigmento y el aceite, que varía para cada pigmento. Posteriormente el aceite empieza a rellenar los huecos que quedan entre las partículas, ya rodeadas por aceite, actuando como empaque entre las partículas del pigmento. La aglomeración de las partículas humectantes se ve afectada por el tipo de aceite que se emplee y varía según el contenido de ácidos grasos presentes. Generalmente se usa aceite de linaza refinado álcali.

El valor de la absorción de aceite se ve afectado también por la consistencia de la pasta final, la presión ejercida sobre el pigmento, al hacer la mezcla, el tiempo empleado, la temperatura, y la humedad.

Los métodos más usuales para esta determinación son los siguientes:

MÉTODO DE GARDNER-COLEMAN

Se requiere un recipiente de vidrio de fondo redondo; una bureta de 250 mL. De capacidad, graduado en 0.1 mL; una espátula con una hoja de 18 X 100 mm. y aceite de linaza.

PROCEDIMIENTO

- Transferir al recipiente de vidrio 3 ± 0.5 g. De pigmento, pesados con una exactitud de 0.1 mg, agregar de una bureta, aceite, a una velocidad de una gota por segundo, agitando continuamente y revolviendo el contenido con la espátula de manera que el aceite caiga en pigmento seco. Se formaran pequeños aglomerados (debe tenerse cuidado de no frotar ni ejercer presión alguna sobre ellos) que se unirán por si solos. A medida que el tamaño de los aglomerados aumente, disminuyendo la velocidad de adición del aceite.

Blanco Matas Alberto, "Tecnología de Pinturas y Recubrimientos orgánicos
Química S. A. Ed. México 1966.

9.0 PESO ESPECÍFICO

Se define como la relación entre el peso de un volumen dado de la muestra y el peso de un volumen igual de agua.

TÉCNICA

1. Colocar en una probeta 10 mL de agua.
2. Adicionar a la probeta X gramos de la muestra (M)
3. Medir el aumento de volumen (V)
4. Calcular la gravedad específica (sg) mediante $sg = M/V$
5. Se registra la temperatura a la cual se realiza el análisis.

Esto se puede hacer con más muestra y más agua y entre más grande se haga la prueba, más preciso es el resultado.

Blanco Matas Alberto, "Tecnología de Pinturas y Recubrimientos orgánicos
Química S. A. Ed. México 1966.

10.0 PUNTO DE INFLAMACIÓN

Es una de las pruebas más importantes que se le hacen a un disolvente, ya que da una idea del peligro que representa su manejo.

El punto de inflamación de un material es la temperatura mínima a la que los vapores que se desprenden de éste explotan en contacto con una flama o una chispa. El punto de ignición (Fire Point) por el contrario, es la temperatura mínima a la que el material se incendia.

La explosividad del vapor de un disolvente no depende sólo de la temperatura si no de la cantidad de aire presente por lo que las determinaciones del punto de inflamación deben hacerse en condiciones cuidadosas y controladas.

Los aparatos para determinar puntos de inflamación son de dos tipos, abiertos y cerrados. Los últimos son los más utilizados.

En ambos, el líquido se introduce dentro de un recipiente y se calienta a una velocidad uniforme. A intervalos especificados de temperatura, se pone una flama en contacto con los vapores. La temperatura en que el vapor se inflama violentamente o explote es el Punto de Inflamación.

El aparato más usado en este tipo de prueba es el “Tag Closed Cup Tester”.

Blanco Matas Alberto, “Tecnología de Pinturas y Recubrimientos orgánicos
Química S. A. Ed. México 1966.

11.0 IDENTIFICACIÓN DE BISMUTO

USP 29 (191)

Las soluciones de sales de bismuto tratadas con Ácido Sulfhídrico, forman un precipitado de color café negruzco insoluble en S.R. de Hidróxido de Sodio, y Ácido Clorhídrico diluido y en S.R. de Sulfito de Amonio pero soluble en Ácido Nítrico caliente.

Con S.R. De Yoduro de Potasio, dan precipitado de Color Café oscuro en solución en exceso de reactivo, dan precipitado color café oscuro soluble en exceso de reactivo, dando una solución café amarillenta, la cual por dilución de agua, da precipitado de color anaranjado.

Acidificadas con Ácido Nítrico diluido o adicionando solución de Tiourea al 10 por ciento en agua, dan coloración amarilla intensa.

Las soluciones de sales de bismuto ligeramente ácidas con solución diluida de cloruro de Sodio en exceso, dan precipitado blanco insoluble en S.R. de Ácido Tartárico.

12.0 DETERMINACIÓN DE CITRATOS

USP <191>

- Los Citratos calentados con Ácido Sulfúrico H_2SO_4 en tubo colocado en B.V., dan color amarillo pálido y desprenden Monóxido y Dióxido de Carbono, (CO , CO_2 .)
- Las soluciones neutras de citratos hervidas con exceso de S.R. de Cloruro de Calcio $CaCl_2$ dan precipitado blanco granular, soluble en solución de Ácido Acético CH_3COOH .
- Con exceso de S.R. de Nitrato de Plata $Ag(NO_3)$ dan precipitado blanco, soluble en Ácido Nítrico HNO_3 y en S.R. de Amoniac NH_3 .
- Calentadas con exceso de S.R. de Sulfato Mercúrico, $HgSO_4$ se obtiene una solución en la cual, después de hervir y agregarle más gotas de S.R. de Permanganato de Potasio, $KMnO_4$ decoloran este reactivo y producen precipitado blanco.

13.0 DETERMINACIÓN DE ARSÉNICO

USP <211>

Es un método colorimétrico, comparativo basado en la formación, de arsina, que se emplea para investigar el contenido de arsénico en una sustancia.

I. Aparato.

Está diseñado para transformar el arsénico contaminante presente en una sustancia, a arsina y valorar ésta con ayuda de un reactivo, colorante, por comparación con una solución tipo que contenga el límite de arsénico permitido y que se trata en igual forma que la muestra. El aparato consta de un recipiente de reacción de boca ancha, de fondo plano y de 125 mL. de capacidad, aproximadamente, provisto de un tapón de hule con una perforación, donde se inserta un tubo de vidrio que mide cerca de 8 cm de largo y 1 cm de diámetro, ensanchado en su parte superior, en forma de ampolla, donde se coloca una torunda de algodón de manera que ocupe cerca de 5 cm. La parte inferior el tubo mide 4 cm de largo y 5 mm de diámetro y atraviesa el tapón de hule rebasándolo ligeramente. El algodón se humedece uniformemente con S.R. de acetato de plomo, secando con cuidado las gotas de reactivo que pudieran haber quedado adheridas a la pared del tubo. En el extremo libre de la parte ensanchada del tubo se coloca una tira de papel indicador de bromo mercuríco, lo que se prepara como se indica fijándola con una pinza o en alguna otra forma apropiada para mantenerla a 2 cm de altura de la unión de los dos tubos.

II. Solución Tipo Arsénico.

En un matraz volumétrico de 1,000 mL., se disuelven 132 mg de trióxido de arsénico, previamente pulverizado y desecado sobre ácido sulfúrico, en aproximadamente 5 mL de solución 1:5 de hidróxido de sodio. La solución se neutraliza con ácido sulfúrico diluido, se agrega un exceso, de 10 mL de la solución de ácido, se diluye con agua, recientemente hervida y enfriada hasta el aforo y se mezclan: cada ml. de esta solución tipo contiene 1 mkg de arsénico (As).

Esta solución se conserva en recipiente de vidrio con tapón esmerilado. No debe usarse transcurridos tres días a partir de su precipitación.

III. Preparación para valorar.

En el recipiente de reacción del aparato se coloca la solución o suspensión preparada, como se indica en la monografía correspondiente y, si es necesario, se agrega agua hasta un volumen de 35mL. Cuando la monografía no indique como preparar la muestra, se procede como sigue: En el recipiente de reacción se coloca 1 g de la substancia por ensayar, se agregan 5 mL de ácido sulfúrico y algunas perlas de vidrio y se calienta suavemente, en una parrilla cubierta, dentro una campana para desprendimiento de gases, hasta que la carbonización se inicie. En caso necesario se puede agregar un exceso de 5 ml. de ácido sulfúrico, para lograr la digestión total de la substancia por ensayar. Terminada la reacción del ácido se agrega gota a gota y con precaución, peróxido de hidrógeno al 30 por ciento esperando que la reacción debida a cada a cada adición cese antes de efectuar lo siguiente. Se calienta y se mezcla con cuidado antes de evitar cualquier reacción con violencia. El calentamiento se suspende en caso de que la formación de espuma sea excesiva. Es muy importante asegurarse de que algunas porciones de la muestra por ensayar no se hayan adherido a las paredes del recipiente; si esto sucede se desprenden por medio de agitación. Las condiciones

de oxidación se mantienen durante la digestión, agregando pocas porciones de peróxido de hidrógeno, al 30 por ciento cada vez que la mezcla tome color café pardo. La digestión continua hasta que la sustancia ha sido totalmente destruida, lo que se conoce por el desprendimiento abundante de humos de trióxido de azufre y por la decoloración total de la solución. Se enfría y con precaución se agregan lentamente 10 mL de agua, se mezclan, se lavan las paredes del recipiente con algunos ml. de agua y el volumen se ajusta a 35 mL.

IV. Precaución.

Algunas sustancias pueden reaccionar en forma explosiva cuando se digieren con peróxido de hidrógeno por lo que se aconseja sumo cuidado, antes de que empiece la carbonización, para evitar alguna pérdida de arsénico trivalente.

V. Procedimiento.

A la preparación por valorar se agregan 20 mL de ácido sulfúrico diluido 1:5, 2 mL de S.R. De yoduro de potasio y 0.5 mL de S.R., francamente acidificada, de cloruro estannoso. Se mezcla y se deja reposar durante 30 minutos. Mientras tanto en la parte ensanchada del tubo del aparato, se coloca una porción de algodón previamente impregnada con solución saturada de acetato de plomo, en las condiciones antes mencionadas. Transcurrido el tiempo de reposo se agrega al contenido del recipiente de reacción del aparato, 3 g. de polvo de zinc (malla No. 20), colocándole el tapó lo más rápidamente posible. El recipiente de reacción se mantiene a $25^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ de temperatura, agitando suavemente cada 10 minutos.

Se puede agregar una pequeña cantidad de alcohol Isopropílico para facilitar la uniformidad en la velocidad del desprendimiento de gas. Transcurridos 45 minutos la tira de papel se retira del tubo y la mancha de arsina depositada en la misma se compara con la producida en la tira de papel correspondiente a la solución tipo control,

que contiene la cantidad de arsénico permitida y las mismas cantidades de los mismos reactivos, tratados de la misma manera que la muestra.

La obtención de manchas de arsina correspondientes a la solución tipo de control y a la solución de la muestra, se verifica simultáneamente y la comparación se hace lo más rápidamente posible, introduciendo las tiras de papel indicador con la arsina producida, en tubos respectivos, limpios y secos, ya que el color de las manchas puede afectarse por acción de la luz, la humedad y la temperatura: la mancha obtenida con la muestra problema no es mayor en tamaño e intensidad de color, que la correspondiente a la solución tipo de control.

VI. Substancias que interfieren.

En la formación y desprendimiento de arsina pueden interferir: cromo, cobalto, cobre, mercurio, molibdeno, níquel, paladio y plata. El antimonio forma estibina, que también produce color. Si se sospecha la presencia de hipofosfitos, la solución problema se debe oxidar completamente, ya que de lo contrario la fosfina que se produce en el papel indicador se humedecen con S.R. de amoníaco: la de arsina se oscurece, mientras que la de fosfina, prácticamente no cambia de color.

14.0 RESIDUO DE IGNICIÓN

1. En un crisol se depositan de 1 a 2 g. de la sustancia (cantidad pesada con exactitud), o la cantidad indicada en la monografía respectiva.
2. Se incinera paulatinamente hasta que la sustancia se carbonice del todo, se enfría y, a menos que se indique otra cosa, el residuo se humedece con 1 ml. de Ácido Sulfúrico, H_2SO_4 calentando suavemente hasta que no haya más desprendimiento de vapores blancos y se incinera a $800^\circ \pm 25^\circ$ hasta que se consuma el carbón.
3. En un desecador se enfría, se pesa y de nuevo se calcula el porcentaje de residuo.
4. La ignición se efectúa en un lugar protegido de corrientes de aire.

15.0 IDENTIFICACIÓN DE NITRATOS USP <191 >

- La solución de nitratos se mezcla con volumen igual de ácido sulfúrico, la mezcla se enfría, y se deja resbalar lentamente por las paredes del recipiente una solución de sulfato ferroso, se produce un color café en la conjunción de los dos líquidos.
- Los nitratos cuando son calentados con ácido sulfúrico y cobre metálico, desarrollan vapores fumantes rojo cafezoso.
- Los nitratos no decoloran la solución de permanganato de potasio 0.1 N acidificada. (A diferencia de los nitritos).

16.0 IDENTIFICACIÓN DE SALICILATOS USP <191 >

Las soluciones diluidas de salicilatos producen un color violeta con solución reactivo de Cloruro Férrico.

La adición de ácidos moderadamente concentrados produce un precipitado blanco cristalino de ácido salicílico, que tiene un punto de fusión entre 158-161°C;

Preparación de la Solución Reactivo de Cloruro Férrico:

- Se añaden 9gr Cloruro Férrico (FeCl_3) en 100mL de agua.

17.0 DETERMINACIÓN DE BISMUTO

Por Titulación Complejométrica

Reactivos:

- Solución valorada de EDTA di sódica: 0.05 M.
- Indicador Naranja de Xilenol: Disolver 50 mg en una mezcla de 50 mL de etanol y 50 mL de agua.

Pesar aproximadamente 100 mg de la muestra y adicionar de 2 a 3 mL. de ácido nítrico (pH 2 – 3) hasta disolución de la muestra y calentar si es necesario hasta su completa disolución, adicionar de 3 a 4 gotas de solución indicadora. Titular con EDTA di sódico 0.05M hasta el cambio de color rojo a amarillo.

1 mL de EDTA 0.05 M = 10.45 mg de Bi

The bulletin of the Bismuth Institute 1999 73

Titration of Bi ⁺³ Ion by EDTA Na₂ and Sample Preparation of Different Bismuth Compounds

TÉCNICA GENERAL DE USO DEL EQUIPO: ESPECTROFOTOMETRO PARA REALIZAR ANALISIS DE SALICILATOS TOTALES Y NITRATOS

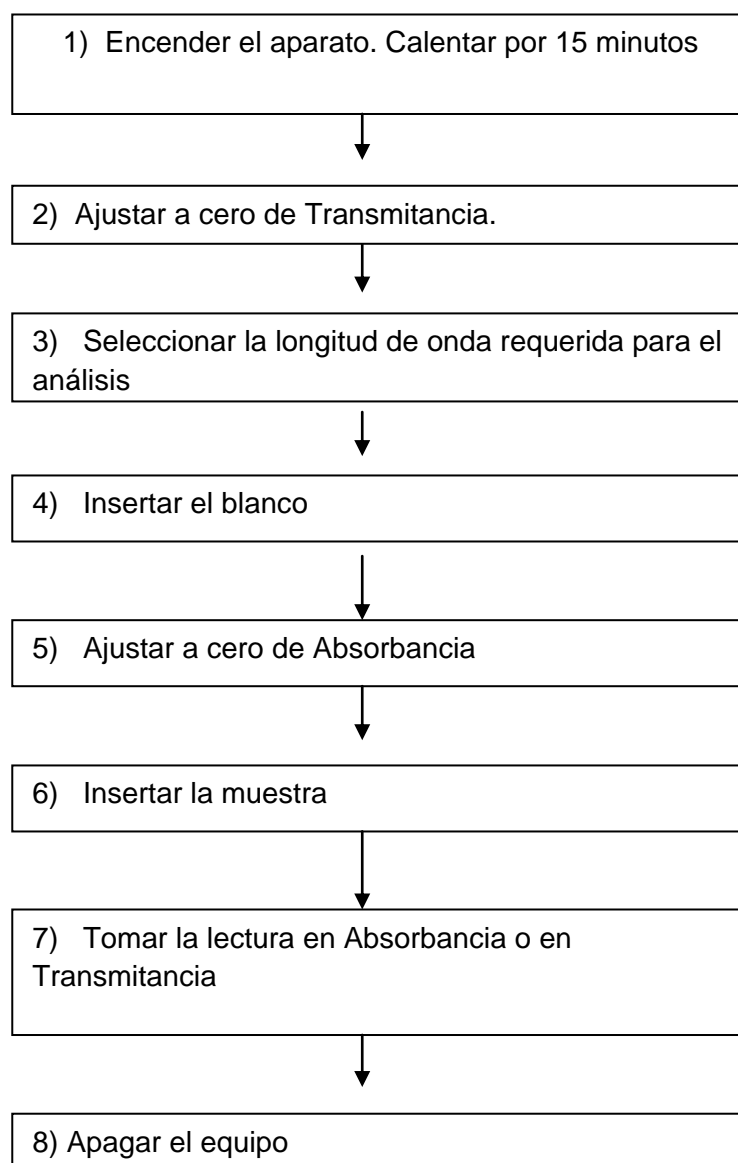
18.0 ESPECTROFOTÓMETRO Spectronic 20

Datos Técnicos:

Rango: 340 – 960 nm.

Marca: Bauch & Lomb

Operación:



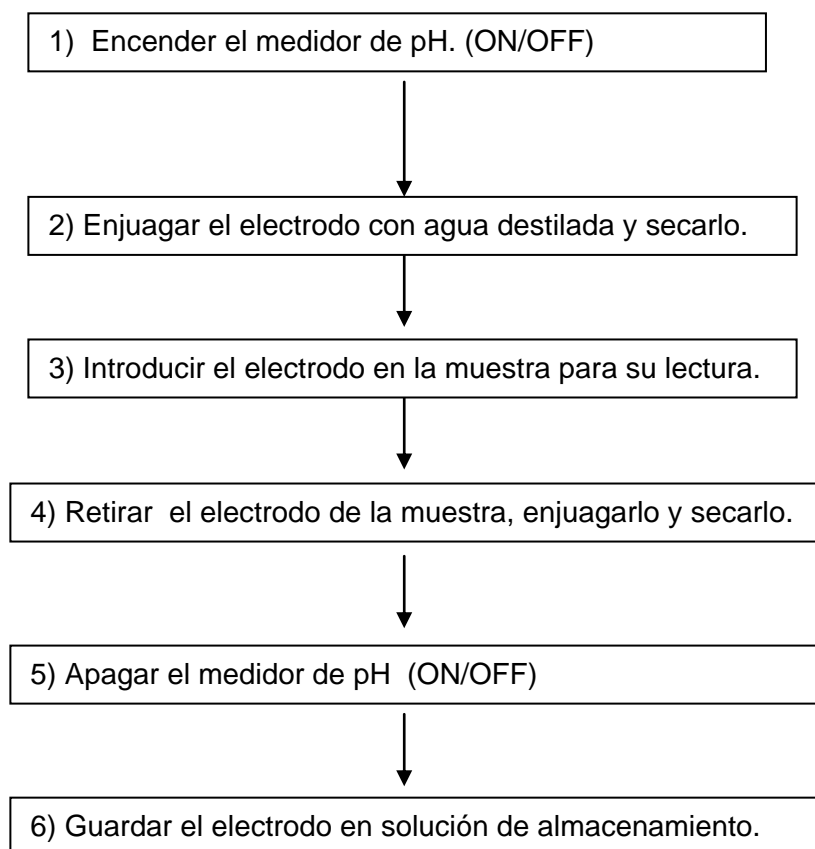
ESPECTROFOTÓMETRO Spectronic 20



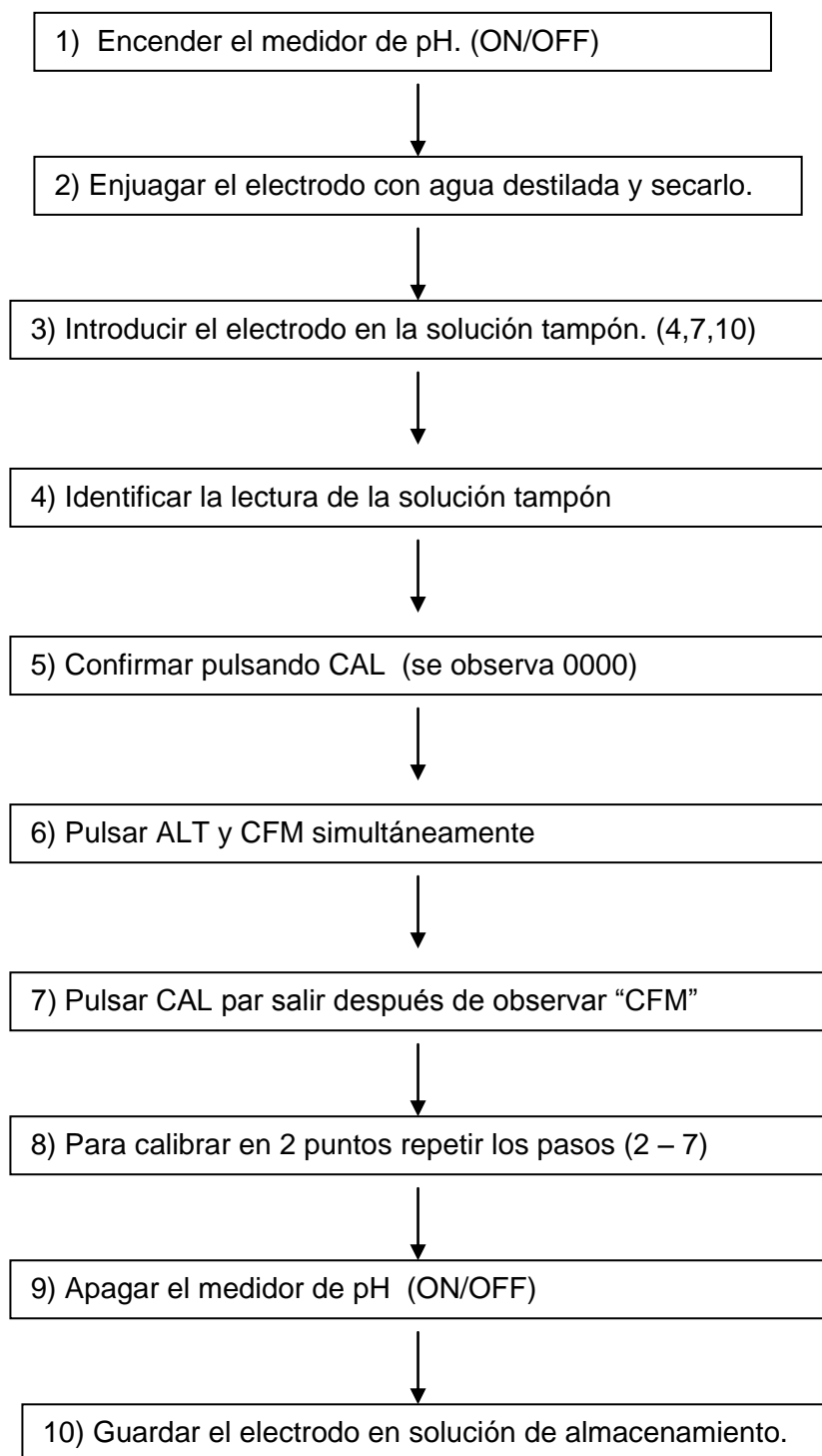
TÉCNICA GENERAL DE MEDIDOR DE pH

19.0 MEDIDOR DE PH MODELO HI 98140**1. ESPECIFICACIONES DEL EQUIPO**

- Rango pH - 4,00 - 19,99 pH
- Temperatura: 20 - 120 °C
- Resolución pH 0,01 pH
- Precisión pH $\pm 0,01$ pH
- Temperatura Automática de -20 a 120°C





20.0 Verificación del Medidor de pH modelo HI 98140

Medidor de pH modelo HI 98140



21.0 BALANZA ANALITICA

ESPECIFICACIONES DEL EQUIPO

- Rango 10 mg-100g.

Operación:

1) Encender la balanza.



2) Colocar en el plato de la balanza el recipiente donde se va a pesar.



3) Pulsar (O/T) para Tarar el recipiente.



4) Pesar la muestra.



5) Retirar de la balanza el recipiente con la muestra.



6) Pulsar (O/T) y apagar.



22.0 AUTOCLAVE

Los materiales a desinfectar requeridos para el análisis microbiológico se llevan a la autoclave en recipientes adecuados y a prueba de fuga.

Se carga la autoclave con suficiente agua dentro de la cámara y se cierra la tapa manteniendo la válvula de descarga abierta, y se prende la fuente de calor.

PURGADO DE AUTOCLAVE

Cuando el agua hierva, fluirá el vapor por la válvula de descarga, arrastrando con él el aire caliente existente en la cámara. Se deja que salgan libremente el aire y el vapor hasta que se haya eliminado todo el aire.

Cuando se haya alcanzado esta fase, se cierra la válvula de descarga aire-vapor.

CONDICIONES DE ESTERILIZACIÓN

La presión del vapor se eleva en la cámara hasta que la presión deseada, generalmente 15 lb (1,054 kg/cm²) se alcanza y fluye vapor por la válvula de seguridad. Cuando la carga ha alcanzado la temperatura requerida 121 °C se mantiene la presión de 15 a 20 minutos. Al término del periodo de esterilización, se apaga el calentador y se deja que la autoclave se enfríe.

Se abre la válvula de descarga muy lentamente una vez que el indicador ha llegado a cero, se deja que el material se enfríe hasta que tenga una temperatura a la cual pueda manipularse.

Los instrumentos de vidrio enviados a la autoclave para su esterilización son de vidrio refractario. Como el vidrio puede romperse por el cambio brusco de temperatura, se recomienda entreabrir la puerta de la autoclave para permitir que el calor escape y esperar que el material se enfríe aproximadamente 10 minutos antes de su remoción.

En las condiciones anteriores se realiza la destrucción del material utilizado durante el análisis Microbiológico.



23.0 USOS Y APLICACIONES DE LOS PRODUCTOS ELABORADOS CON BISMUTO

Oxícloruro de Bismuto

El oxícloruro de bismuto (BiOCl) es un producto único. Sus características y versatilidad han hecho que sea un ingrediente importante en las formulaciones cosméticas. El BiOCl le confiere consistentemente características vitales a productos cosméticos: efectos de color natural clásicos, un sofisticado brillo nacarado sedoso, una sensación cutánea magnífica, una mejor capacidad de fijación y compresión, ausencia de toxicidad, escasa absorción de aceites y buena adhesión a la piel. Es además un aditivo funcional que mejora significativamente las propiedades de aplicación, por ejemplo sensación de suavidad en la piel y alta adhesión a la piel de muchas formulaciones cosméticas y para el cuidado personal. Es además un aditivo funcional que mejora significativamente las propiedades de aplicación, por ejemplo sensación de suavidad en la piel y alta adhesión a la piel de muchas formulaciones cosméticas y para el cuidado personal.

Oxícloruro de Bismuto (Línea cosmética)

El oxícloruro de bismuto es un polvo blanco perlado que imparte un efecto nacarado de alto brillo a los productos cosméticos. Posee una adherencia a la piel y una suavidad únicas que permiten formular productos cosméticos de alta calidad, tales como: polvos compactos, sombras, maquillajes, rubores, lápices labiales entre otros.

TRIOXIDO DE BISMUTO: Cerámicos Electrónicos para la fabricación de capacitores, transistores y varistores.

CITRATO DE BISMUTO Ingrediente activo para tintes progresivos para el pelo.

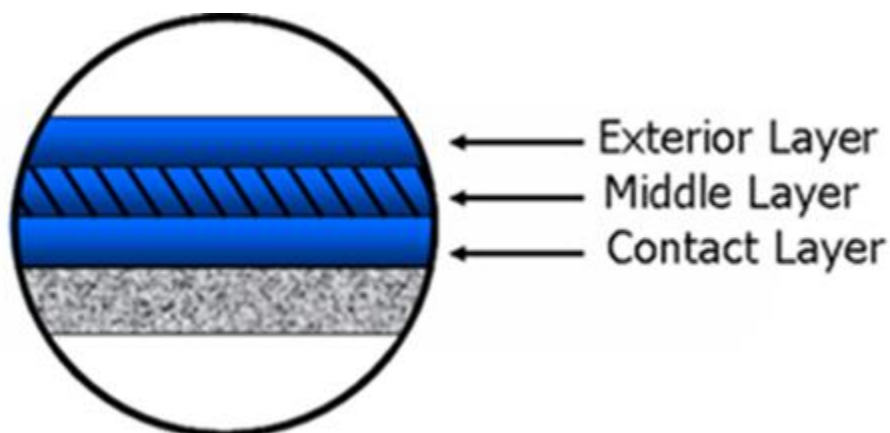
Los Tintes Progresivos para el pelo permiten recuperar gradualmente el tono natural del cabello al reaccionar con el sulfuro de la queratina del pelo.

Vanadato de Bismuto Pigmento para Pintura automotriz Y Pigmento para Plásticos

Producto	Aplicación
Trióxido de Bismuto	Una alternativa segura y ecológica para sales pirotécnicas en sustitución a las sales de Plomo
Subnitrato de Bismuto	

Octoato de Bismuto:

La mejor alternativa de Secante de Pinturas de la Capa de Contacto (Contact Layer), en sustitución de Octoato de Plomo y Octoato de Zirconio.



Producto	Aplicación
Subsalicilato de Bismuto	Catalizador del secado de pintura automotriz
Subnitrato de Bismuto	Catalizador del secado de pintura automotriz
Octoato de Bismuto	Catalizador de la polimerización de Poliuretano
Trióxido de Bismuto	Catalizador del secado de pintura automotriz Catalizador de Oxidación en Convertidores catalíticos

Principales Sales Farmacéuticas de Bismuto

Sal	Uso Terapéutico
Subsalicilato de Bismuto USP	Antiácido; Tratamiento de Úlceras y Padecimientos Gastrointestinales
Subnitrato de Bismuto USP	Antiácido; Tratamiento de Úlceras y Padecimientos Gastrointestinales
Subcarbonato de Bismuto USP	Antiácido; Tratamiento de Úlceras y Padecimientos Gastrointestinales
Citrato de Bismuto USP	Antiácido; Tratamiento de Úlceras y Padecimientos Gastrointestinales
Subcitrato de Bismuto Coloidal	Antiácido; Tratamiento de Úlceras y Padecimientos Gastrointestinales
Subgalato de Bismuto USP	Tratamiento tópico (eczema); Padecimientos Gastrointestinales; Control del olor intestinal (colostomía)
Gluconato de Bismuto	Antiinflamatorio (garganta)

Dispersiones de Oxidloruro de Bismuto				
	Composición	Medio	Brillo	Area de Aplicación
<i>Alfalux-60</i>	<i>BiOCI 60%</i>	<i>Laca NC</i>	<i>Superior</i>	<i>Barnices de Uñas</i>
<i>Alfalux-25</i>	<i>BiOCI 25%</i>	<i>Laca NC</i>	<i>Superior</i>	<i>Barnices de Uñas</i>
<i>Luna MK-60 Ultra</i>	<i>BiOCI 60%</i>	<i>Laca NC</i>	<i>Alto</i>	<i>Barnices de Uñas</i>
<i>Luna MK-25 Ultra</i>	<i>BiOCI 25%</i>	<i>Laca NC</i>	<i>Alto</i>	<i>Barnices de Uñas</i>
<i>Luna H-60 Ultra</i>	<i>BiOCI 60%</i>	<i>Agua</i>	<i>Alto</i>	<i>Uñas/Gloss</i>
<i>Luna CO-60 Ultra</i>	<i>BiOCI 60%</i>	<i>Oleoso</i>	<i>Superior</i>	<i>Lipsticks / Gloss</i>

El oxidloruro de Bismuto (perlescentes dispersados) puede ser predispersado en distintos medios a fin de facilitar su incorporación en diversas formulaciones líquidas cosméticas, a las que les imparte brillo, reflejo y poder cubriente. En estas aplicaciones destacan los Barnices para Uñas, maquillajes líquidos, Lápices y brillos labiales, rímel etc.

Las aplicaciones, productos y otros servicios referentes a productos elaborados de bismuto los podemos encontrar en:

<http://www.farmaquimia.com.mx/>

24.0 FARMAQUIMIA

FARMAQUIMIA es una empresa líder en la manufactura y desarrollo de Especialidades Químicas de Bismuto para la industria Cosmética, Farmacéutica, Pinturas y Recubrimientos, Electrónica, Lubricantes, Plásticos & Resinas, entre otras. La combinación de una amplia experiencia y una activa investigación para el desarrollo de nuestra tecnología, dan como resultado Productos de ALTA CALIDAD.

- **PIGMENTOS PERLESCENTES COSMETICOS**
- **PIGMENTOS PERLESCENTES INDUSTRIALES**
- **FARMACEUTICOS**
- **CATALIZADORES**
- **SECANTES DE PINTURAS**
- **CERÁMICOS ELECTRONICOS**
- **SALES PARA FUEGOS ARTIFICIALES**
- **PIGMENTOS AMARILLOS**
- **ADITIVOS PARA TINTES PROGRESIVOS**

24.1 HISTORIA DE FARMAQUIMIA

Se fundó en la Ciudad de México a principios de los años 60s. Comenzó produciendo sales de Mercurio para aplicaciones farmacéuticas y pilas alcalinas.

Debido a que México es el principal productor de Bismuto metálico a nivel mundial, Farmaquimia decidió desarrollar tecnología para la producción de sales y óxidos de este metal.

Desde 1970 Farmaquimia desarrolló productos a base de Bismuto para las industrias Farmacéutica, Cosmética, Electrónica, de Pinturas&Recubrimientos entre otras. En ese mismo año Farmaquimia comenzó a exportar sus productos a distintos países, lo que ha hecho que hoy en día los productos de Farmaquimia se conozcan y utilicen en todo el mundo.

En 1974, con tecnología propia, el primer Polvo de Oxiclورو de Bismuto Perlescente se produjo en Farmaquimia. A partir de ese año la línea de Pigmentos Perlescentes ha crecido para ofrecer nuevos pigmentos de efecto innovadores a base de Bismuto. Tal es el caso de la tecnología UCR que hizo posible por primera vez, que el Oxiclورو de bismuto fuese completamente resistente a la luz UV.

En 1988-1992 Farmaquimia se convirtió en la 3er compañía a nivel mundial en desarrollar tecnología para la producción de Dispersiones de oxiclورو de Bismuto perlescente.

La unión estratégica de Farmaquimia con importantes distribuidores en todo el mundo ha permitido llevar la alta calidad de productos de Farmaquimia al Mercado Global, brindando confianza y satisfacción a todos nuestros clientes.

24.2 LOCALIZACION DE FARMAQUIMIA

Farmaquimia S.A. de C.V.

A.M. Ampere No. 11
Cuautitlán Izcalli, Mèx.

México 54730

Tel: (5255) 5872 2668

Fax: (5255) 5872 1108



Think green, think bismuth.

**DESCRIPCION DEL DESEMPEÑO PROFESIONAL EN LAS ACTIVIDADES
REALIZADAS COMO QUIMICO DE CONTROL DE CALIDAD EN LA
EMPRESA FARMAQUIMIA**

25.0 DESCRIPCION DEL DESEMPEÑO PROFESIONAL

FARMAQUIMIA S.A. DE C.V. es una empresa mexicana, líder en la manufactura y desarrollo de Especialidades Químicas de Bismuto para la industria Cosmética, Farmacéutica, Pinturas y Recubrimientos, Electrónica, Lubricantes, Plásticos & Resinas, entre otras. La Cual actualmente se encuentra en proceso de certificación ante el ISO 9000.

Debido al constante crecimiento de esta empresa es como inicio mi participación laborando en el área de control de calidad desempeñando el puesto de químico de control de calidad.

En esta empresa me encuentro laborando actualmente desempeñando el puesto de Química de control de calidad. Además de formar parte del equipo de auditores internos para lo cual recibí una formación y obtuve el certificado de auditora interna, para contribuir a la obtención de la certificación ante el ISO 9000 de farmaquimia.

Realizando las siguientes actividades:

25.1 REALIZAR ANÁLISIS MICROBIOLÓGICOS EN BASE A LAS TÉCNICAS DESCRITAS PARA LOS MATERIALES Y PRODUCTOS.



Para realizar los análisis microbiológicos a los productos elaborados a base de bismuto, se inicia con una planeación y elección de los productos que se van a analizar de acuerdo a la producción y al medio que se va a utilizar para la identificación de: Bacterias, Hongos y Levadura, *Estafilococos Aureus*, Enterobacterias y Coliforme, según los requerimientos del cliente y los de cada producto según sus especificaciones.

Una vez realizado el programa y planeación de los análisis se procede a realizar la preparación del material y los medios a utilizar para realizar los análisis, después de desinfectar el material en la autoclave, simultáneamente se realiza el muestro de los productos para realizar el sembrado de los mismos, una vez colectadas las muestras de

ELABORACIÓN DE ESPECIALIDADES QUÍMICAS A BASE DE BISMUTO

producto se realiza el sembrado de los productos siguiendo el procedimiento o técnica de análisis microbiológico.

Después del sembrado, los medios de cultivo que requieren condiciones adecuadas para incubarse se colocan en la estufa bacteriológica.

Una vez obtenidos los resultados de análisis microbiológicos se registran los resultados en las bitácoras correspondientes se procede a la destrucción de los materiales y muestras utilizados para las pruebas.

PRODUCTO	LOTE	FECHA	SOYA TRIPTICASEINA UFC	DEXTROSA Y PAPA UFC	SAL Y MANITOL UFC	MAC CONKEY UFC

TABLA No 1 Ejemplo de Bitácora de análisis microbiológico

25.2 CAPACITACIÓN AL PERSONAL PARA UN MANEJO ADECUADO DE LAS BUENAS PRÁCTICAS DE HIGIENE

Se realizan semestralmente análisis microbiológicos para capacitar al personal de la empresa en los buenos hábitos de higiene que contribuye a reforzar las buenas prácticas de manufactura y la calidad.

Durante estos análisis se colecta muestras del personal que está en contacto con el producto se incuban las muestras y se obtienen los resultados que se muestran al personal. Y se realiza una plática/capacitación.

Se realiza una presentación en power point para capacitar al personal con respecto a los resultados obtenidos durante el análisis microbiológico, y se muestra evidencia de los resultados personalmente a cada trabajador.

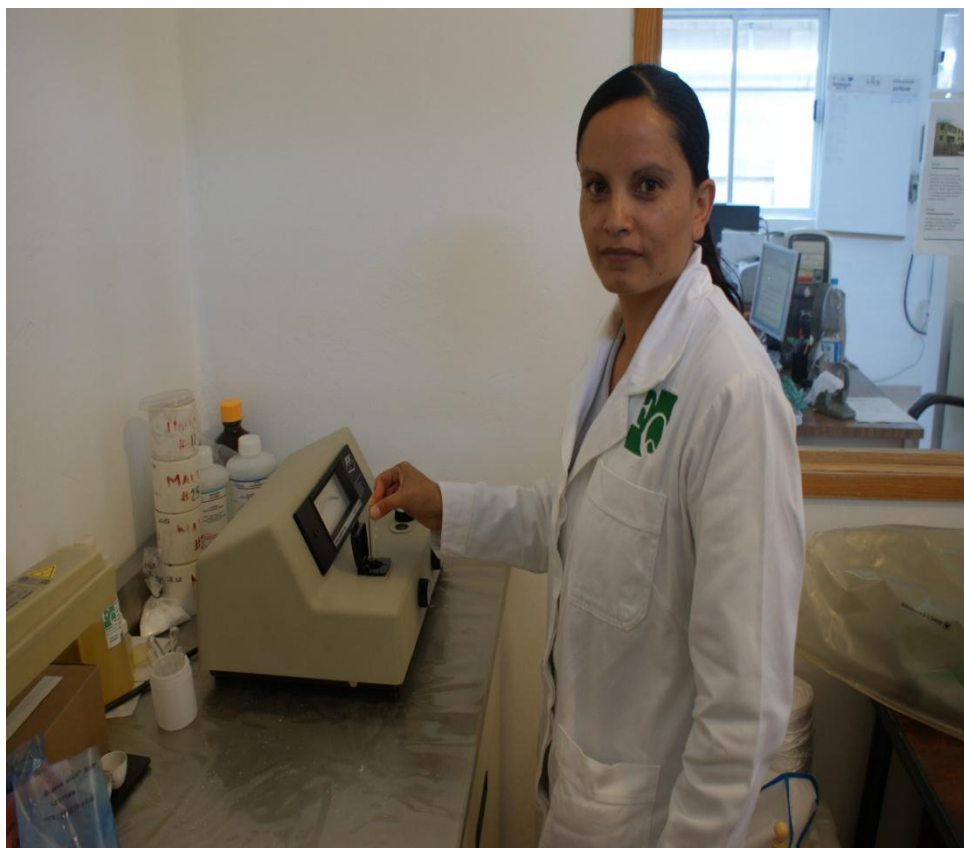


25.3 TRATAMIENTO PREVIO DE LAS MUESTRAS



Previo a la realización de algunas técnicas de análisis se realiza un tratamiento a las muestras de suma importancia para realizar los análisis, como se menciona en las técnicas correspondientes a los análisis de cada producto. Actualmente a principios del mes de octubre del 2009 el departamento de control de calidad implemento las técnicas de tratamiento de muestras a productos para poder ser analizados en equipo recientemente adquirido de absorción Atómica.

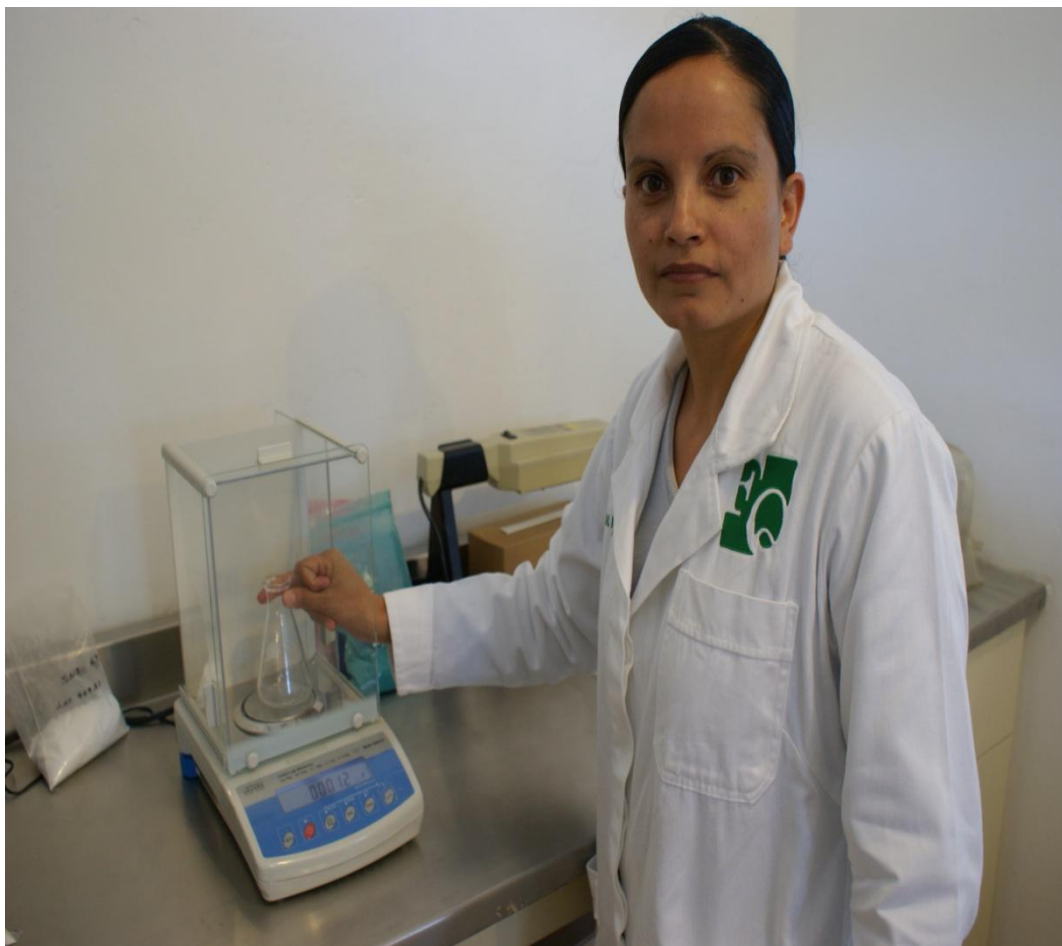
25.4 ANÁLISIS DE SALICILATOS TOTALES Y NITRATOS



Posterior al muestreo de los productos, se calibra el equipo de absorción UV y se lleva a cabo el análisis de los productos correspondientes en los parámetros de acuerdo a lo especificado por la monografía o técnica de cada producto.

Las muestras son tratadas y preparadas para que se realicen los análisis posterior a la obtención de los resultados se anotan y grafican en las bitácoras correspondientes a los análisis de salicilatos totales o para la prueba de nitratos implementada por el departamento de control de calidad de Farmaquimia.

25.5 MANEJO DE TÉCNICAS, MATERIAL Y EQUIPO DE LABORATORIO.



Anualmente se realizan calibraciones/ verificaciones de los equipos, se capacita al personal de producción para el manejo adecuado de los equipos (basculas, balanzas, pHmetros, se emiten reportes para llevar un adecuado control de los equipos y disminuir el riesgo de su mal funcionamiento durante las operaciones.

Se cumplen con programas y planeaciones que se llevan a cabo para cada aparato de medición para asegurar la calidad de los productos y disminuir riesgos en probables desviaciones en las especificaciones de los productos durante las reacciones (elaboración de los productos), o los análisis.

25.6 PERDIDA POR SECADO Y CALCINACION

El crisol se lleva a peso constante para hacer una determinación analítica cuantitativa, donde pequeñas variaciones implican una diferencia en el resultado.

En el caso de la **Pérdida por secado** es desecado durante 30 minutos bajo las mismas condiciones en que se efectuará la determinación, se coloca la muestra, y se pesa; en el caso de análisis que requieren previa calcinación, el crisol con la muestra de la sustancia, se coloca en la mufla durante el tiempo especificados en la monografía respectiva.

El crisol debe estar en el desecador, para saber que está seco. Luego se pesa vacío, se pesa cargado, y se calcina la muestra Por último se vuelve a poner en el desecador, y ahí sí se pesa y se vuelve a poner en el desecador hasta que el peso de constante



Esta técnica se realiza para la determinación de la pérdida por secado de los productos y para los productos que requieren previa calcinación antes de sus análisis posteriores.

Ejemplo de la Bitácora que se llena durante este análisis

Fecha del análisis:	
Producto:	Lote del producto:
Análisis:	
Peso del crisol vacío:	
Peso muestra:	
Peso del crisol después de secado/calcinación:	
Resultado:	

Esta bitácora se lleva diario en papel y simultáneamente se lleva una electrónica en la cual se anotan únicamente los resultados de los análisis que se le realizan para cada producto.

Cada producto cuenta con especificaciones, técnicas de análisis y procedimientos.

Ejemplo de especificaciones de un producto

DESCRIPCIÓN

Polvo Blanco amorfo

OTROS NOMBRES PARA CLIENTES (SINÓNIMOS)

Subcarbonato de Bismuto USP/ Bismuth Subcarbonate USP/ Carbonato de Bismuto, Bismuth Carbonate.

ESPECIFICACIONES:

FISICOQUÍMICOS

Metal	ppm máx
Ag (Plata)	25
As (Arsénico)	5
Cu (Cobre)	50
Pb (Plomo)	20

Identificación de Bismuto: Positiva

Identificación de Carbonatos: Positiva

Ensayo como $(\text{BiO})_2\text{CO}_3$: 97.6 – 100.7%

Perdida por Secado: 1 % máx

Tamaño de Partícula: 100% a través de malla 100

Cloruros: 0.05% máx.

Álcalis y Alcalinotérreos: 1 % máx

Nitratos: 0.4% máx

25.7 DETERMINACIONES DE CONCENTRACIÓN



Es una de las técnicas más utilizadas e importantes que se realizan en el Laboratorio de Control de calidad ya que de acuerdo a los resultados obtenidos podemos emitir un reporte de cómo se están llevando a cabo las reacciones.



ELABORACIÓN DE ESPECIALIDADES QUÍMICAS A BASE DE BISMUTO

Se realiza también análisis de concentración mediante titulaciones para analizar materia prima en la cual nos aseguramos que cumpla con las especificaciones requeridas para poder realizar productos de alta calidad y tener un completo control en la entrada de la materia prima y se emiten reportes de los resultados de estos análisis para poder liberar el uso de esta materia prima previo a su utilización en planta. Los resultados de estos análisis también se reportar en bitácoras por ejemplo:

Fecha de entrada de la materia prima:	Nombre de la materia prima:	Número de registro de la materia prima:	Proveedor:	Número de registro/Folio del proveedor:	Fecha de caducidad:	Técnica de análisis:	Resultados:	Resultados proveedor:	Fecha de Caducidad:

Ejemplo de bitácora de análisis de materia prima.

Ejemplo de procedimiento de titulación:

Transferir alrededor de 100 mg de Trióxido de Bismuto previamente secado en un matraz Erlemeyer, adicionar de 2 - 3 mL de ácido nítrico, agitar suavemente para disolver la muestra. Adicionar alrededor de 100 mL de agua. y de 3 a 5 gotas de naranja de xilenol como solución indicadora.

Titular con EDTA disódico 0.05 M. al cambio de color a amarillo.

Cada ml de EDTA disódico 0.05M es equivalente a 11.65 mg de Bi_2O_3 .

Cada ml de EDTA disódico 0.05M es equivalente a 10.45 mg de Bi

25.8 LLEVAR A CABO EL MUESTREO DE LOS MATERIALES PARA REALIZAR SU ANÁLISIS.

Para la realización de esta etapa se elaboraron procedimientos por escrito para que se tuviera un mejor control del muestreo, se evitara la contaminación de las muestras antes de ser tratadas y durante el análisis.



Análisis de productos desarrollados de acuerdo a las técnicas de análisis específicas para cada producto y/o materia prima.

Previo a la preparación del material y a la realización de las técnicas de análisis también se preparan la solución a utilizar durante los análisis

25.9 APOYO EN REALIZACIÓN DE LOS PROCEDIMIENTOS PARA EL ANÁLISIS DE LOS MATERIALES Y DE LOS PRODUCTOS, EN BASE A MONOGRAFÍAS ESPECÍFICAS Y USP CUANDO APLIQUE.

Registrar diariamente los resultados de los análisis realizados. Se cuenta con bitácoras electrónicas, en las cuales se registran diariamente los resultados de los análisis realizados a los productos y a la materia prima.



Se realizan investigaciones en la USP, artículos, libros de química, revistas científicas e internet con el fin de realizar procedimientos para los análisis de nuevos productos, modificaciones a los productos actuales, análisis a productos con nuevos equipos.

25.10 REALIZAR Y ENTREGAR A LOGÍSTICA CERTIFICADOS DE ANÁLISIS PARA LOS CLIENTES.



Posterior a la realización de los análisis se elabora el Certificado de calidad emitido para cada producto solicitado y se le entrega al departamento de logística para enviarlo a los Clientes al mismo tiempo se le entregan los documentos correspondientes al departamento de suministro para el control de los inventarios correspondientes.

Ejemplo de un certificado de análisis

CERTIFICATE OF ANALYSIS

DESCRIPTION	White powder, microcrystalline and odorless
CODE	SSB
DATE	
LOT	
MANUFACTURING DATE	
EXPIRATION DATE	

	METHOD	SPECS	LOT:
Identification Bismuth	U.S.P. <191>	Positive	
Identification Salicylates	U.S.P. 29	Positive	
pH	U.S.P. <791>	2.7 - 5	
Loss on drying	U.S.P. <731>	1% max.	
Nitrates	U.S.P. 29	0.4% max.	
As	U.S.P. 29	10 µg/g max.	
Cu	U.S.P. 29	10 µg/g max.	
Pb	U.S.P. 29	10 µg/g max.	
Ag	U.S.P. 29	10 µg/g max.	
Residual Solvents	U.S.P. <467>	N/A	
Soluble Bismuth	U.S.P. 29	40 ppm max.	
Assay for Bi	U.S.P. 29	56.0 - 59.4%	
Assay for total salicylates	U.S.P. 29	36.5 - 39.3%	
Free salicylic acid	U.S.P. 29	0.2% max.	
Microbiological	USP <61>	Bacteria: ≤10 CFU/g	
		Yeast: ≤10 CFU/g	
		Mold: ≤10 CFU/g	

Quality Control

25.11 REALIZACION DE ANALISIS PARA MEJORAS EN EL PROCESO/PRODUCTOS



El departamento de Investigación y desarrollo envía muestra de productos en desarrollo o mejora elaborados a base de bismuto para ser analizadas en el departamento de control de calidad las cuales no cuentan con técnicas específicas, se realizan los análisis en base a lo que se investiga en la bibliografía, se plantean las técnicas y se lleva a cabo los análisis, cuyas técnicas serán definitivas de acuerdo a los resultados obtenidos.

25.12 ANÁLISIS EN EL EQUIPO DE ABSORCIÓN ATÓMICA



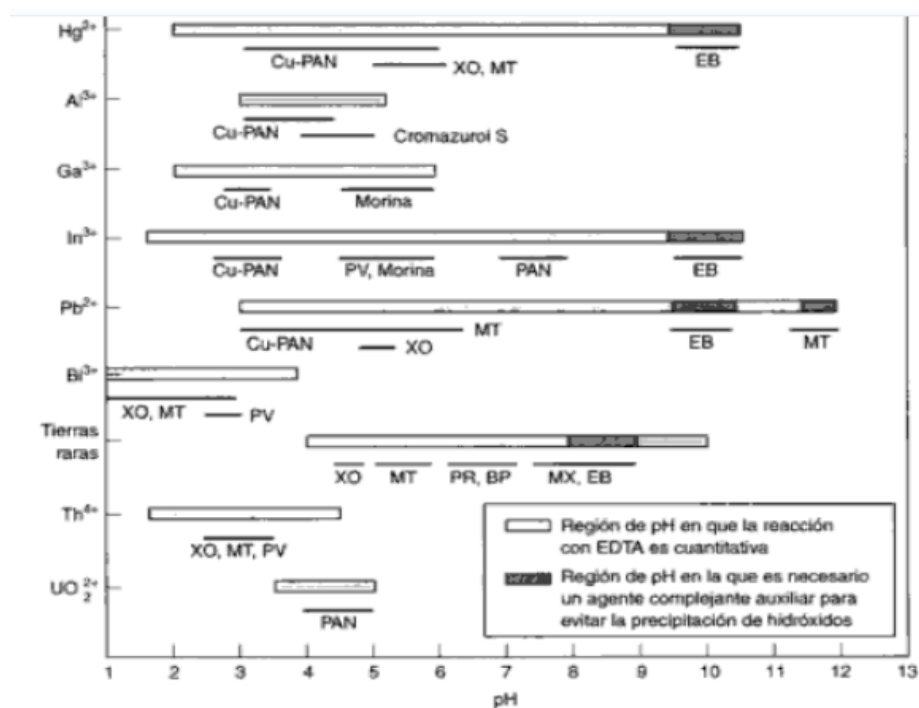
En este equipo se hacen los análisis de algunos metales pesados como Plomo, Arsénico, Plata, Cobre.

Previamente se tratan las muestras de los productos a ser analizados en el equipo de absorción atómica.

26.0 MEJORAS PARA EL PROCESO Y O INSTALACIONES

A continuación presento algunas propuestas que podrían ser útiles para mejorar el proceso de análisis de los productos químicos elaborados a base de bismuto:

- **utilización de azul de metil timol y/o violeta de pirocatenol como indicador para el producto vanadato de bismuto ya que el color del producto interfiere con el vire durante la titulación de rosa-amarillo con el indicador que actualmente se utiliza durante la valoración (naranja de xilenol).**



La propuesta anterior del empleo del indicador contribuiría a realizar los análisis de la titulación de una forma más segura, ya que en la actualidad con los indicadores que se llevan a cabo los análisis de titulación en el producto vanadato de bismuto no logra apreciarse claramente el vire, sin embargo con la nueva propuesta se aprecian mejor, los vires y además al igual que el indicador naranja de xilenol son indicadores que forman complejos con el EDTA.

Y se mantienen dentro de las condiciones de pH requeridas para llevar a cabo la titulación.

- **Preparación de soluciones estándar para utilizar en el equipo de absorción atómica.**

La preparación de estas soluciones traería un ahorro significativo en el costo de las soluciones que en la actualidad son utilizadas para realizar los análisis en el equipo de absorción atómica y que en un futuro únicamente serían empleadas para valorar las que se preparen en el laboratorio de control de calidad de la empresa Farmaquimia.

Propuesta de: PREPARACION DE LAS SOLUCIONES ESTANDAR PARA ABSORCION ATOMICA

SOLUCION ESTANDAR DE MERCURIO

METAL MERCURIO 99.99%

Cloruro de mercurio R.A HgCl_2

Técnica para la preparación de la solución:

Pesar lo más exactamente posible 1.354g de cloruro de mercurio, disolver en 10mL de ácido Nítrico concentrado, Llevar a disolución en un matraz aforado de 1Lt. El contenido de esta solución es de 1000 $\mu\text{g/mL}$ de Hg.

SOLUCION ESTANDAR DE ARSENICO

METAL OXIDO DE As_2O_3 99.99%

Técnica para la preparación de la solución:

Pesar lo más exactamente posible 1.3203g As_2O_3 en un volumen mínimo del 20% de NaOH neutralizado con ácido nítrico concentrado, Llevar a disolución en un matraz aforado de 1Lt. El contenido de esta solución es de 1000 $\mu\text{g/mL}$ de As.

SOLUCION ESTANDAR DE PLOMO

METAL PLOMO 99.99%

Técnica para la preparación de la solución:

Pesar lo más exactamente posible 1g de plomo en una solución 1:1 de Acido nítrico concentrado, Llevar a disolución en un matraz aforado de 1Lt. El contenido de esta solución es de 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ de As.

- **Adquisición del material adecuado para la preparación de las soluciones estándar para el equipo de absorción atómica.**

Esto forma parte de la propuesta para realizar la preparación de las soluciones para realizar el análisis de metales pesados como el Pb en el equipo de absorción atómica.

- **Mejoras en las instalaciones del equipo de absorción atómica.**

Para esta parte mi propuesta es que se amplié un poco la mesa en la que se encuentra el equipo y se coloque una tarja cerca del mismo para realizar la limpieza del material utilizado durante el análisis en el equipo de absorción atómica y para tener el suficiente espacio frente al equipo para poder inyectar las muestras.

- **Resguardo de la parte eléctrica en el laboratorio como prevención de accidentes.**

En la actualidad las conexiones de algunos equipos se realizan mediante extensiones que quedan libres sobre las mesas de trabajo en el laboratorio. Mi propuesta es que se coloquen algunas canaletas y se fijen a la pared para que no queden expuestas y sobre todo se tenga un libre movimiento en el área de trabajo.

- **Control de pH metros (calibración) con soluciones estandarizadas y certificadas.**

En la actualidad únicamente se calibran los pHmetros con soluciones buffer, mi propuesta es que además de que se calibren los pHmetros con estas soluciones buffer además estas estén certificadas y se pueda tener una trazabilidad, además de que se lleve una bitácora que contenga la fecha de calibración, los resultados de las calibraciones de los pHmetros en tres puntos, a pH 4,7 y 10 el número de

referencia de las soluciones buffer, el nombre del analista/quien realizo la calibración y el nombre de quien verifico la calibración.

- **Verificación de termómetros para cumplir con el control de equipo que afecta la producción.**

Con esta propuesta se tendría un mayor control en el aseguramiento de la calidad durante la elaboración de los productos.

- **Adquisición de una campana extractora en el laboratorio de análisis químico para la preparación de soluciones y el análisis de productos.**

Esto mejoraría la calidad durante el análisis de los productos en el laboratorio y disminuiría los riesgos en la seguridad del personal que labora en el laboratorio.

- **Instalaciones independientes al laboratorio de control de calidad para realizar los análisis microbiológicos.**

Se dispondría de un mayor espacio para realizar los análisis y se disminuirían aun más los riesgos de contaminación durante la realización de los análisis.

- Realización de análisis químicos para Bismuto, cobre y vanadio por Absorción Atómica.

Esto contribuiría a ofrecer mayor garantía a los clientes de Farmaquimia y beneficiaría en un futuro en nuevos productos que requiriera un alto nivel de calidad.

27.0 CONCLUSIONES

Se realizo un compendio que contiene la descripción de las técnicas de análisis de los productos químicos elaborados a base de Bismuto.

Este trabajo es de gran utilidad para que el Analista pueda llevar a cabo la caracterización de especialidades químicas de Bismuto.

OBSERVACIONES

-Al realizar un análisis previo de la materia prima utilizada para la elaboración de los productos químicos de Bismuto se asegura la calidad de los mismos durante el proceso.

-Se disminuyen costos en la elaboración de los productos al tener un control de calidad desde la materia, el material de empaque, durante el proceso y al final de la elaboración del producto.

-El empleo de un indicador que permite observar mejor el cambio de vire durante una titulación disminuye en un 99% el margen de error.

-La elaboración de instructivos de trabajo y técnicas de análisis contribuyen a la realización de un sistema en el que el proceso realizado se vuelve más eficiente y se tiene un mejor control de el mismo.

-El empleo de nueva tecnología en los análisis contribuye a tener un mayor control de la calidad de los productos, innovar en las técnicas de análisis y mantenerse a la vanguardia tanto en la elaboración de productos farmacéuticos 100% analizados como en las nuevas líneas de producto realizado técnicas de análisis nuevas y desarrollo de las mismas garantiza la permanencia de los productos en el mercado nacional e internacional.

28. BIBLIOGRAFÍA

Arthur I. Vogel **Quantitative Inorganic Analysis** , Third edition

Blanco Matas Alberto, “Tecnología de Pinturas y Recubrimientos orgánicos
Química S. A. Ed. México 1966.

Catherine m. Kenny a encyclopedia of chemicals, drugs, and biologicals merck index
research laboratories division of Merck & co., inc fourteenth edition editorial assistant
published by Whitehouse station, nj, USA 2006 1257-1283

Compendio de Normas oficiales 2007 USP NF Edición anual en español Farmacopea
de los estados unidos de América Formulario Nacional

Harris C. Daniel. “Análisis Químico Cuantitativo”. Grupo Editorial Iberoamérica”.
1998.

Norma Oficial Mexicana NOM-059-SSA-2004 Buenas Prácticas de fabricación para
establecimientos de la industria química farmacéutica dedicados a la fabricación de
medicamentos.

Orozco D. Fernando Análisis Químico cuantitativo Ed. Porrúa México 1977

The bulletin of the Bismuth Institute 1999 73

Titration of Bi⁺³ Ion by EDTA Na₂ and Sample Preparation of Different Bismuth
Compounds

<http://www.farmaquimia.com.mx/>

29.0 GLOSARIO

USP: Es un libro de estándares farmacopeicos públicos. Contiene estándares para medicamentos, formas farmacéuticas, fármacos, excipientes, dispositivos médicos y suplementos dietéticos.)

BiOCl: Oxiclورو de Bismuto.

(BiO)₂CO₃ : Subcarbonato de Bismuto.

EDTA: El ácido etilendiaminotetracético, es una sustancia utilizada como agente quelante que puede crear complejos con un metal que tenga una estructura de coordinación octaédrica.

H₂SO₄ : Acido sulfúrico.

S.R. Solución reactivo.

CH₃COOH: Acido acético

(Bi₂O₃): Trióxido de Bismuto

Bi₅O(OH)₉(NO₃)₄: Subnitrato de Bismuto

C₇H₅BiO₄: Subsalicilato de Bismuto