

DETERMINACIÓ DEL CONTINGUT D'ALMAGAT EN UN ANTIÀCID MITJANÇANT UNA VOLUMETRIA COMPLEXOMÈTRICA

Autors: David Viñas González, Dolores Barrón Bueno, Alex Tarancón Sanz

INTRODUCCIÓ

L'acidesa estomacal és un dels símptomes més comuns de la indigestió. Existeixen diferents tipus de medicaments pel tractament de l'acidesa estomacal sent un d'ells els antiàcids no sistèmics. Els antiàcids no sistèmics són compostos (salts de magnesi, alumini i calci) que reaccionen amb l'àcid clorhídric segregat a l'estómac formant un compost que no és absorbit per l'organisme. A més tenen una alliberació lenta i prolongada en el temps el que fa que es redueixi el possible efecte rebot.

En el cas de l'almagat ($\text{Al}_2\text{Mg}_6\text{C}_2\text{O}_{20}\text{H}_{14}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$), la determinació de la seva concentració es pot realitzar mitjançant l'anàlisi complexomètric de tres formes diferents:

- A. Anàlisi del contingut total de metalls mitjançant una valoració per retrocés a pH 10.
- B. Anàlisi del contingut d' Al^{3+} mitjançant una valoració per retrocés a pH 5.
- C. Anàlisi del contingut de Mg^{2+} mitjançant una valoració directa a pH 10 previ emmascarament de l' Al^{3+} .

REACTIUS

- Mostra:

Antiàcid amb un contingut d'almagat de 0,5 g per comprimit.

- Solució patró de zinc 0,01 M:

Es neteja en un vas de precipitats una petita quantitat de zinc en encenalls amb etanol i s'asseca a l'estufa. Del vas es transfereix a un pesasubstàncies net i sec. Es pesen, per diferència, en una balança analítica de l'ordre de 0,65 g de zinc (precisió $\pm 0,0001\text{g}$), afegint el metall a un vas de 400 ml net. En una vitrina s'afegeixen, poc a poc, 12 ml d'àcid clorhídric concentrat fins que el zinc reaccioni completament. S'afegeixen 50 ml d'aigua desionitzada i es neutralitza la solució amb una solució saturada d'hidròxid de sodi. En neutralitzar apareix un precipitat d'hidròxid

de zinc que es redissol en afegir una gota d'àcid clorhídric. La solució es porta a un volum d'un litre amb aigua desionitzada en un matràs aforat.

- Solució amortidora amoníac/clorur d'amoni (pH 10):

En un vas de precipitats es pesen 17,6 g de clorur d'amoni. S'afegeixen 150 ml d'amoníac concentrat i s'agita bé per tal de dissoldre tot el solut. La solució es porta a 250 ml amb aigua desionitzada.

- Solució d'àcid clorhídric (HCl) 1M.

Es mesuren en proveta 20,70 ml d'àcid clorhídric concentrat i es dilueixen amb aigua desionitzada fins a 250 ml.

- Solució d'àcid clorhídric (HCl) 6M.

Es mesuren en proveta 46,7 ml d'àcid clorhídric concentrat i es dilueixen amb aigua desionitzada fins a 100 ml.

- Solució amortidora acètic/acetat (pH 5):

Es dissolen 5 g d'acetat de sodi en 250 ml d'aigua desionitzada. Amb agitació es controla el pH de la solució (amb pH-metre) mentre es va afegint gota a gota solució d'HCl 6 M fins a pH 5.

- Solució sòlida de Negre d'eriocrom T al 1% en clorur de sodi:

Es mescla 1 g del indicador pur amb 99 g de clorur de sodi i s'homogeneïtza en un morter de vidre

- Solució sòlida d'ataronjat de xilenol al 1% en clorur de sodi:

Es mescla 1 g del indicador pur amb 99 g de clorur de sodi i s'homogeneïtza en un morter de vidre.

- Solució patró d'àcid etilendiamintetraacètic (EDTA) 0,02 M

Es pesen en un granetari 7,4 g de $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, s'afegeixen a un vas de precipitats net i es dissolen amb aigua desionitzada. S'aboca la solució dins d'un matràs aforat d'1 litre i s'enrasa amb aigua desionitzada. Per la seva estandardització, s'afegeixen a un erlenmeyer 25 ml d'una solució patró de Zn 0,01 M, 10 ml de dissolució amortidora del pH (pH 10,

$\text{NH}_4\text{Cl}/\text{NH}_3$) i una punta d'espàtula d'indicador NET. La solució es valora amb la solució d'EDTA a estandarditzar. El punt final s'observa quan el color vermell-violeta inicial de la solució vira a blau clar.

PROCEDIMENT

Es pesen, per separat, 3 comprimits del fàrmac en una balança analítica per conèixer el pes promig per comprimit. En un morter net i sec es trituren els 3 comprimits fins que quedi una pols fina.

Es pesen, en una balança analítica (precisió $\pm 0,0001\text{g}$), 1,2 g del fàrmac polvoritzat i s'introdueixen en un got de precipitats. S'afegeixen 100 ml d'aigua desionitzada i 6 ml d'àcid clorhídric 6 M.

A la vitrina, en un bany de sorra, s'escalfa la mescla fins a ebullició. Es tapa el got de precipitats amb un vidre de rellotge per tal que el vapor condensat arrossegui les restes de fàrmac de les parets. Al cap de 20 minuts es retira la mostra del bany de sorra i es deixa refredar a temperatura ambient.

El contingut del got de precipitats es filtra a través d'un embut amb un paper de filtre, recollint la solució en un matràs aforat de 250 ml. Els matràs s'enrasa amb aigua desionitzada.

Aquest procediment s'ha de fer per triplicat per tal de disposar de tres mostres independents.

Mètode A: anàlisi del contingut de principi actiu a partir de la determinació de metalls totals (Magnesi i Alumini)

S'afegeixen, en aquest ordre, a un matràs erlenmeyer 10 ml de solució de mostra, 10 ml de solució amortidora del pH (pH 10, $\text{NH}_4^+/\text{NH}_3$) i 20 ml de patró d'EDTA 0,02 M.

En la vitrina, en el bany de sorra, s'escalfa el matràs fins a ebullició i es manté 5 minuts més per tal que l'EDTA complexi tot el metall. Un cop passats 5 minuts es retira del bany i es deixa refredar.

S'afegeix una punta d'espàtula d'una solució sòlida de l'indicador NET i es valora amb la solució patró de zinc 0,01 M. S'observa que el color blau de la solució vira a lila en el punt final.

Mètode B: anàlisi del contingut de principi actiu a partir de la determinació d'alumini.

S'afegeix 10 ml de solució de mostra a un matràs erlenmeyer i es neutralitza afegint NaOH 0.1M fins a pH 5. A continuació s'afegeixen 10 ml de solució amortidora de pH 5 i 10 ml de patró d'EDTA 0,02 M.

En la vitrina, en un bany de sorra, s'escalfa el matràs fins a ebullició i es manté a aquesta temperatura 5 minuts per tal que l'EDTA complexi tot l'alumini. Un cop passats 5 minuts es retira del bany i es refreda a temperatura ambient.

S'afegeix una punta d'espàtula de solució sòlida de l'indicador ataronjat de xilenol i es valora amb la solució patró de zinc 0,01 M. S'observa que el color groc de la solució vira a rosa en el punt final.

Per tal d'assegurar la correcta valoració en aquestes condicions la valoració es pot fer amb un control continu del pH (amb un pH-metre) i amb agitació magnètica.

Mètode C: anàlisi del contingut de principi actiu a partir de la determinació de magnesi

A un matràs erlenmeyer net s'afegeixen, en aquest ordre, 10 ml de la solució de mostra, 5 ml de trietanolamina, 10 ml de solució amortidora del pH (pH 10, $\text{NH}_4^+/\text{NH}_3$) i s'agita 2 minuts amb un agitador magnètic. S'afegeix una punta d'espàtula de solució sòlida de l'indicador NET i es valora amb una bureta de 25 ml utilitzant un solució patró d'EDTA 0,02 M. La valoració ha de ser ràpida per tal que l'alumini no s'alliberi del complex amb trietanolamina (en aquest cas tindríem un error positiu). S'observa que el color rosa de la solució vira a blau en el punt final.

OBSERVACIONS

En les valoracions amb patrons de Zn^{2+} 0,01M, el pH de la solució pot disminuir a mesura que s'afegeix el patró de Zn^{2+} ja que aquest es troba en medi àcid. Per evitar possibles errors en la determinació es recomana que el pH de la solució de Zn^{2+} no sigui fortament àcid (neutralitzant l'excés d'àcid en la seva preparació) o bé fer un control del pH durant la volumetria (i rectificat si s'escau amb hidròxid de sodi)

Expressar el resultat final en grams d'almagat per pes de comprimit

BIBLIOGRAFIA

1. G.H. Jeffery, J. Basset, J. Mendham, R.C. Denney, *Vogel's Textbook of quantitative chemical analysis*, 5th Edition, Longman Scientific & Technical, 1989, ISBN:0582446937
2. S. Yang and R. Tsai, *Complexometric Titration of Aluminum and Magnesium Ions in Commercial Antacids, An Experiment for General and Analytical Chemistry Laboratories*, Journal of Chemical Education, 83, 6, 906-909 (2006)
3. European Pharmacopoeia 7.0, *Almagate (Almagatum)*, 1345-1346
4. V. Mareska, *Direct complexometric determination of magnesium in the presence of uranium, iron and aluminium*, Talanta, 16, 1486-88 (1969)
5. J. Guiteras, R. Rubio, G. Fonrodona, *Curso experimental en química analítica*, Madrid, ed. Síntesis, 2003
6. Viñas Rodríguez, David, *Establiment d'un procediment analític per a la determinació d'antiàcids en preparats farmacèutics*. Treball Final de Grau. Universitat de Barcelona, Facultat de Química, 2013