

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR  
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA



OBTENCION DE INDICADORES NATURALES ACIDO-BASE PARA MEDIO  
ACUOSO A PARTIR DEL FRUTO DE LA *Fragaria vesca* (FRESA), DE LAS  
CASCARAS DE *Vitis vinífera* (UVA ROJA) Y DE LA *Prunus domestica*  
(CIRUELA NEGRA)

**TRABAJO DE GRADUACION PRESENTADO POR**

ELOISA MARISELA ALAS JUAREZ.

JENNY MARIA SALAZAR MEJIA.

PARA OPTAR AL GRADO DE

LICENCIATURA EN QUIMICA Y FARMACIA

AGOSTO 2010

SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMERICA.

**UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR**

**RECTOR**

MSc. RUFINO ANTONIO QUEZADA SANCHEZ

**SECRETARIO GENERAL**

LIC. DOUGLAS VLADIMIR ALFARO CHAVEZ

**FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA**

**DECANO**

LIC. SALVADOR CASTILLO AREVALO

**SECRETARIA**

MSc. MORENA LIZETTE MARTINEZ DE DIAZ

**COMITE DE TRABAJO DE GRADUACION**

**COORDINADORA GENERAL**

Licda. María Concepción Odette Rauda Acevedo

**ASESORA DE AREA DE ANALISIS DE ALIMENTOS: FISICOQUIMICO**

Ing. Rina Lavinia Hidalgo de Medrano

**ASESORA DE AREA DE CONTROL DE CALIDAD DE PRODUCTOS  
FARMACEUTICOS, COSMETICOS Y VETERINARIOS**

MSc. Rocío Ruano de Sandoval

**DOCENTE DIRECTOR**

Lic. Guillermo Antonio Castillo Ruiz.

## **AGRADECIMIENTOS**

A Dios Todopoderoso por habernos dado la sabiduría y fortaleza a lo largo de nuestra carrera profesional y brindarnos la oportunidad de culminarla con éxito.

A nuestros padres por su amor, apoyo y comprensión en todo momento de nuestras vidas.

A nuestro asesor de Área Lic. Guillermo Antonio Castillo Ruiz, Docente director por su orientación, optimismo y paciencia, en el proceso de elaboración del Trabajo de Graduación, por sus consejos que llevaron a culminar nuestra carrera con éxito.

Al departamento de Química y Farmacia de la Facultad Multidisciplinaria de Occidente por su colaboración en el Trabajo de graduación.

Al Comité de trabajo de graduación Lic. María Concepción Odette Rauda Acevedo. Coordinadora general, Ing. Rina Lavinia Hidalgo de Medrano y Msc. Rocío Ruano de Sandoval.

A los demás docentes por haber compartido su sabiduría y conocimientos a lo largo de nuestra carrera.

Al personal de laboratorio, administrativo y demás por brindarnos su colaboración durante el desarrollo de nuestra formación académica.

MUCHAS GRACIAS.

Con Cariño: Eloisa Marisela Juárez

Jenny María Salazar de Álvarez

## **DEDICATORIA**

Agradezco sobre todo a Dios por haber estado a mi lado en los momentos más decisivos de mi vida y darme la fortaleza, sabiduría para culminar mi meta terminar mi carrera.

A mi madre Violeta Juárez por su lucha, comprensión y amor en todos en todos los momentos de mi vida.

A mi hermano Jaime Juárez por ser mi fuerza, y mi motivación para saber que querer es poder.

A mi tío Roberto Guevara por creer en mí y ayudarme en muchos momentos de mi vida.

Al amor de mi vida Walter Vanegas por su amor, entrega y comprensión en la tesis.

A mis primos, tíos y familia en general por el apoyo y consejos que me han brindado para lograr mi objetivo.

A mi compañera de tesis por haber luchado siempre junto a mí para lograr este éxito.

A mis amigas por su cariño y su apoyo en las buenas y las malas.

Con mucho amor y agradecimiento.....

ELO

## DEDICATORIA

A Dios por ser el guía de mi vida, darme la fortaleza y esperanza para terminar mi carrera, y sobretodo por darme una familia maravillosa.

A mis padres Luis Alonso (en Memoria) y Ana Margarita por todo el apoyo que me brindaron, y por enseñarme desde pequeña a luchar por alcanzar mis metas Mi triunfo es suyo. “Los Amo”.

A mi adorado esposo, César gracias por brindarme su amor, su apoyo constante, comprensión por la paciente espera y por tantas noches que te desvelaste a mi lado ayudándome “Gracias Amor”.

A mis hijos, Daniela, Rodrigo y Alejandro por ser el centro de mi vida, y por prestarme el tiempo que les pertenecía, por todo su cariño y comprensión. “Los amo”

A mi querida Hermana, Naomy por apoyarme incondicionalmente en todos los momentos de mi vida.

A mi abuelo, Luis Mejía por ser mi segundo padre, por apoyarme desde que estaba pequeña.

A mi compañera de tesis por luchar conmigo para terminar nuestra meta.

A mis amigos y compañeros por brindarme su amistad y apoyo siempre  
A todas las personas que han creído en mí....  
De corazón, muchas gracias.

JENNY.

## INDICE

Resumen	
Capitulo I	
1.0 Introducción	xxiv
Capitulo II	
2.0 Objetivos	27
Capitulo III	
3.0 Marco teórico	29
3.1 Monografía de la fresa	29
3.1.1 Taxonomía	29
3.1.2 Generalidades	30
3.1.3 Clima	31
3.1.4 Propiedades y usos	32
3.2 Monografía de la uva	33
3.2.1 Taxonomía	33
3.2.2 Generalidades	34
3.2.3 Clima	34
3.2.4 Propiedades y usos	35
3.3 Monografía de la ciruela	36
3.3.1 Taxonomía	37
3.3.2 Generalidades	37
3.3.3 Clima	38

3.3.4	Propiedades y usos	38
3.4	Teorías ácido base	39
3.4.1	Teoría de Arrhenius	39
3.4.2	Teoría de Bronsted-Lowry	40
3.4.3	Teoría de Lewis	41
3.5	Indicadores ácido base	42
3.5.1	Intervalo de pH del indicador	43
3.5.2	Indicadores ácido base sintético	43
3.5.3	Ejemplos de Indicadores ácido base sintético	44
3.5.4	Indicadores ácido base naturales	44
3.5.5	Ejemplo de indicadores ácido base naturales	45
3.5.6	Selección del indicador adecuado	46
3.5.7	Error debido al Indicador	46
3.5.8	Otros usos de indicadores ácido base	47
3.6	pHmetría	47
3.7	Escala de pH	48
3.8	Valoraciones volumétricas	48
3.8.1	Valoraciones potenciométricas ácido base	49
3.8.2	Procedimiento para realizar valoraciones potenciométricas	51
Capítulo IV		
4.0	Diseño metodológico	50
4.1	Tipo de estudio	53

4.1.1 Investigación bibliográfica	53
4.1.2 Investigación de campo	53
4.2 Tipo de muestreo	54
4.2.1 Puntos de muestreo	54
4.2.2 Tamaño de la muestra	54
4.2.3 Muestreo	56
4.3 Proceso de limpieza y pelado	56
4.4 Proceso de extracción del colorante	56
4.5 Pruebas preliminares	57
4.6 Determinación de una escala de pH	57
4.7 Valoración ácido fuerte-base fuerte	58
4.8 Valoración ácido débil-base fuerte	62
4.9 Cuantificación del porcentaje de Aspirina DC90	65
Capitulo V	
5.0 Resultados e interpretación de resultados	68
Capitulo VI	
6.0 Conclusiones	123
Capítulo VII	
7.0 Recomendaciones	126
Bibliografía	
Glosario	
Anexos	

## INDICE DE ANEXOS

### ANEXO N°

1. Fotografías.
2. Cálculos de la cuantificación del porcentaje de principio activo de la materia prima ácido acetilsalicílico precompactada DC90 (Aspirina DC90).
3. Certificado de análisis de la materia prima ácido acetilsalicílico precompactada DC90 (aspirina DC90).
4. Cálculos de la preparación y estandarización de las soluciones.
5. Monografía de ácido acetyl salicílico como materia prima.
6. Preparación de soluciones Buffer según USP 30.
7. Listado de reactivos, materia prima, materiales y equipos.

## INDICE DE CUADRO

CUADRO N°	Pág. N°
1. Indicadores, zonas de viraje y colores respectivos	44
2. Coloración de los extractos del fruto de la <i>Fragaria vesca</i> (fresa), de las cáscaras del fruto de <i>Vitis vinífera</i> (uva roja) y de <i>Prunus doméstica</i> (ciruela negra)	68
3. Resultados obtenidos de los extractos etanólicos de la <i>Fragaria vesca</i> (fresa), <i>Vitis vinífera</i> (uva) la <i>Prunus doméstica</i> (ciruela negra)	69
4. Virajes de los indicadores naturales con las soluciones buffer del pH 1 - 14	70
5. Valores de pH en la titulación (HCl 0.108 N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando fenolftaleína TS como indicador para elaborar la curva de titulación ácido – base	71
6. Datos para elaborar la gráfica de la segunda derivada (HCl 0.108N VS - NaOH 0.0996N VS), utilizando como indicador fenolftaleína TS	72
7. Valores de pH en la titulación (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0.110N VS-NaOH 0.0996N VS) utilizando fenolftaleína TS como indicador para elaborar la curva de titulación ácido– base	75

8. Datos para elaborar la gráfica de la segunda derivada  $H_2SO_4$  0.110N VS - NaOH 0.0996 N VS utilizando fenolftaleína TS como indicador 76
9. Valores de pH en la titulación  $CH_3COOH$  0.1N VS - NaOH 0.0996N VS utilizando fenolftaleína TS como indicador para elaborar la curva de titulación ácido – base 79
10. Datos para obtener la curva de la segunda derivada ( $CH_3COOH$  0.1N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando fenolftaleína TS como indicador 80
11. Valores de pH en la titulación (HCl 0.108N - NaOH 0.0996 N) utilizando como indicador extracto etanólico de la ***Fragaria vesca*** (fresa), para elaborar la curva de titulación ácido – base 83
12. Datos para elaborar la gráfica de la segunda derivada (HCl 0.108N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando extracto etanólico de la ***Fragaria vesca*** (fresa) como indicador 84
13. Valores de pH en la titulación ( $H_2SO_4$  0.110 N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador extracto etanólico de la ***Fragaria vesca*** (fresa) para elaborar la curva de titulación ácido – base. 87

14. Datos para elaborar la gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte (ácido sulfúrico 0.110N VS) - Base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando extracto etanólico de la **Fragaria vesca** (fresa) como indicador 88
15. Valores de pH en la titulación (ácido acético 0.1N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de la **Fragaria vesca** (fresa) para elaborar la curva de titulación ácido – base 91
16. Datos para obtener la gráfica de la segunda derivada (ácido acético 0.1N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando extracto etanólico de la **Fragaria vesca** (fresa) como indicador 92
17. Valores de pH en la titulación (HCl 0.108N VS - NaOH 0.0996 N VS) utilizando como indicador extracto etanólico de la **Vitis vinífera** (uva roja) para elaborar la curva de titulación ácido – base 95
18. Datos para elaborar la gráfica de la segunda derivada HCl 0.108N VS- NaOH 0.0996N VS) utilizando extracto etanólico de la **Vitis vinífera** (uva roja) como indicador. 96
19. Valores de pH en la titulación (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.110N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de la **Vitis vinífera** (uva roja) para elaborar la curva de titulación ácido – base. 99

20. Datos para elaborar la gráfica de la segunda derivada de la titulación de ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando extracto etanólico de la *Vitis vinífera* (uva) como indicador. 100
21. Valores de pH en la titulación ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de la *Vitis vinífera* (uva roja) para elaborar la curva de titulación ácido – base 103
22. Datos para elaborar la gráfica de la segunda derivada ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador extracto etanólico *Vitis vinífera* (uva roja) 104
23. Valores de pH en la titulación ( $\text{HCl}$  0.108N VS - NaOH 0.0996 N VS) utilizando el extracto etanólico de las cáscaras de la *Prunus doméstica* (ciruela negra) como indicador para elaborar la curva de titulación ácido – base 107
24. Datos para elaborar la gráfica de la segunda derivada ( $\text{HCl}$  0.108 N VS) NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador extracto etanólico de *Prunus doméstica* (ciruela negra) 108
25. Valores de pH en la titulación ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110 N VS - NaOH 0.0996 N VS) utilizando el extracto etanólico de las cáscaras de la *Prunus doméstica* (ciruela negra) como indicador para elaborar la curva de titulación ácido – base 111
26. Datos para obtener la gráfica de la segunda derivada ( $\text{H}_2\text{SO}_4$

0.110N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador extracto etanólico <i>Prunus doméstica</i> (ciruela negra)	112
<b>27.</b> Valores de pH en la titulación (CH <sub>3</sub> COOH 0.1N VS - NaOH 0.0996 N VS) utilizando el extracto etanólico de las cáscaras de la <i>Prunus doméstica</i> (ciruela negra) como indicador para elaborar la curva de titulación ácido – base	115
<b>28.</b> Datos para elaborar la gráfica de la segunda derivada (CH <sub>3</sub> COOH 0.1N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador extracto etanólico de <i>Prunus doméstica</i> (ciruela negra)	116
<b>29.</b> Resultados de la cuantificación del Acido Acetilsalicílico (Aspirina) DC90 precompactado utilizando los indicadores propuestos	119

## INDICE DE FIGURAS

FIGURA N°	Pág. N°
1. Fotografía de la especie <i>Fragaria vesca</i> .	29
2. Fotografía de la especie <i>Vitis vinífera</i> .	33
3. Fotografía de la especie <i>Prunus doméstica</i> .	36
4. Extracto de <b>Lombarda</b> en etanol con ácidos y bases	45
5. Mezcla del extracto de <b>Lombarda</b> en etanol con diferentes ácidos y bases.	45
6. Extracto de <b>Lombarda</b> en agua con ácidos y bases	
7. Mezcla del extracto de <b>Lombarda</b> en agua con diferentes ácidos.	45
8. Escala de pH.	48
9. Procedimiento para realizar valoraciones ácido-base	50
10. Curvas de titulaciones potenciométricas	51
11. Diagrama de la parte experimental (marcha esquemática para cada una de las muestras)	55
12. Curva de titulación ácido fuerte (HCL 0.108N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador fenolftaleína TS	73
13. Gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte (HCL 0.108N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador fenolftaleína TS	74

14. Curva de titulación ácido fuerte ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador fenolftaleína TS 77
15. Gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador fenolftaleína TS 78
16. Curva de titulación ácido débil ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador fenolftaleína TS 81
17. Gráfica de la segunda derivada de ácido débil ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador fenolftaleína TS 82
18. Curva de titulación ácido fuerte (HCl 0.108N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Fragaria vesca* 85
19. Gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte (HCl 0.108N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Fragaria vesca* 86
20. Curva de titulación ácido fuerte ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Fragaria vesca* 89

21. Gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de ***Fragaria vesca*** 90
22. Curva de titulación ácido débil ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de ***Fragaria vesca*** 93
23. Gráfica de la segunda derivada de ácido débil ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de ***Fragaria vesca*** 94
24. Curva de titulación ácido fuerte (HCl 0.108N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de ***Vitis vinífera*** 97
25. Gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte (HCl 0.108N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de ***Vitis vinífera*** 98
26. Curva de titulación ácido fuerte ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de ***Vitis vinífera*** 101

27. Gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110N VS) – Base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de ***Vitis vinífera*** 102
28. Curva de titulación ácido débil ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de ***Vitis vinífera***. 105
29. Gráfica de la segunda derivada de ácido débil ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS) – Base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de ***Vitis vinífera*** 106
30. Curva de titulación ácido fuerte (HCl 0.108N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de ***Prunus domestica***. 109
31. Gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte (HCl 0.108N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de ***Prunus doméstica***. 110
32. Curva de titulación ácido fuerte ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de ***Fragaria vesca*** 113

33. Gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de ***Prunus doméstica*** 114
34. Curva de titulación ácido débil ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de ***Prunus doméstica*** 117
35. Gráfica de la segunda derivada de ácido débil ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS) – Base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de ***Prunus doméstica*** 118

## RESUMEN

En la presente investigación se da a conocer la propuesta de obtención de indicadores naturales a ser utilizados en valoraciones ácido base en medio acuoso a partir de extractos de las especies *Fragaria vesca* (fresa), *Vitis vinífera* (uva roja) y *Prunus doméstica* (ciruela negra), para lo cual las muestras fueron sometidas a un proceso de extracción por método de maceración por un período de 7 días utilizando como solvente alcohol 90°.

Luego se realizaron pruebas preliminares para evidenciar cambios de color en los extractos, esta prueba tenía como finalidad observar el viraje de coloración de cada uno de los extractos frente a una solución ácida y a una básica, después se procedió a elaborar una escala de pH 1-14 para comprobar la acción de los extractos como indicadores ácido-base en valoraciones para medio acuoso, se realizaron una serie de valoraciones ácido-base potenciométricas, para las cuales se tomó la lectura de pH en cada una de las adiciones del titulante de cada valoración. Dichos datos fueron procesados para la obtención de los valores de la segunda derivada y de esta forma poder graficar la segunda derivada vrs Volumen de titulante agregado (mL), con la finalidad de encontrar el punto de equivalencia de la titulación, de esa forma se comprobó la utilidad de estos extractos como indicadores ácido-base en medio acuoso. Observando que estos extractos pueden ser utilizados como indicadores ácido- base en valoraciones de medio acuoso.

Por último se realizó la cuantificación del porcentaje de principio activo de la materia prima ácido acetilsalicílico DC90 precompactado comparándola con fenolftaleína como indicador y los indicadores naturales ácido base obtenidos de los extractos de las especies en estudio. Se concluye que los indicadores naturales ácido base anteriormente descritos, no pueden ser utilizados en el rango de viraje de la fenolftaleína.

Se recomienda realizar un estudio para otros rangos de pH y un estudio de estabilidad para los extractos obtenidos de la *Fragaria vesca* (fresa), *Vitis vinífera* (uva roja) y *Prunus doméstica* (ciruela negra) y así poder establecer la vida útil como indicador ácido base y conservación tanto microbiológica, como Físico-Química.

**CAPITULO I**  
**INTRODUCCION**

## 1.0 INTRODUCCIÓN

La Química Analítica ha empleado indicadores sintéticos con el fin de verificar cambios de pH por variaciones de color, este tipo de análisis ha sido una práctica muy antigua que fue introducida en el siglo XVII, pero actualmente en los procesos de valoraciones no hay alternativas para usar indicadores naturales, lo cual genera inconveniencia debido a la contaminación que producen los procesos de descarte y esto proporciona un impacto negativo en el medio ambiente; para ello se propone una alternativa que podría ser el uso de indicadores ácido-base de origen natural.

Por lo que en el presente trabajo se obtienen indicadores naturales ácido - base para valoraciones acuosas, a partir de los extractos de los frutos de la *Fragaria vesca* (fresa), de las cáscaras del fruto de *Vitis vinífera* (uva roja) y de *Prunus doméstica* (ciruela negra).

Para lograr el propósito de nuestra investigación se utiliza una metodología analítica que describe un proceso de extracción por medio de maceración con alcohol etílico al 90° lo cual se deja reposar por 7 días para luego realizarles pruebas preliminares utilizando como medio ácido clorhídrico (HCl) 0.1N, ácido acético ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOH}$ ) 0.1 N, ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 0.1N e hidróxido de sodio (NaOH) 0.1N, además se elaboró una escala de pH con cada uno de los extractos.

Se realizaron una serie de valoraciones ácido-base en el cual los agentes valorantes son ácido clorhídrico (HCl) 0.1N VS, ácido acético ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOH}$ )

0.1 N VS, ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 0.1N VS y como solución valorada hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) 0.1N VS utilizando Fenolftaleína TS y los indicadores propuestos, para luego determinar gráficamente el punto de equivalencia de las valoraciones potenciométricas, además se determinó el porcentaje de ácido acetilsalicílico DC90 precompactado por medio de una valoración utilizando ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 0.5N VS como agente valorante e hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) 0.5N VS como solución valorada empleando como indicador fenolftaleína TS y los indicadores naturales propuestos.

## **CAPITULO II**

### **OBJETIVOS**

## 2.0 -OBJETIVOS

### 2.1- OBJETIVO GENERAL

Obtener indicadores naturales ácido - base para medio acuoso a partir del fruto de la *Fragaria vesca* (fresa), de las cáscaras de *Vitis vinífera* (uva roja) y de la *Prunus doméstica* (ciruela negra).

### 2.2– OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- 2.2.1. Realizar la extracción de los colorantes por el método de maceración utilizando como solvente alcohol etílico.
- 2.2.2. Obtener indicadores en solución y comprobar el cambio de color por medio de la construcción de una escala de pH de 1 hasta 14.
- 2.2.3. Aplicar cada indicador en titulaciones ácido base con soluciones acuosas valoradas.
- 2.2.4. Elaborar curvas potenciométricas de las valoraciones ácido – base.
- 2.2.5. Determinar el porcentaje de principio activo de la materia prima de ácido acetilsalicílico utilizando los indicadores propuestos.

**CAPITULO III**  
**MARCO TEORICO**

### 3.0 MARCO TEÓRICO

#### 3.1 Monografía de la fresa



Figura N°1: Fruto de la *Fragaria vesca* (fresa).

Desde la antigüedad las fresas han sido una de las frutas más apreciadas por su intenso sabor y aroma; además de tener muchas propiedades curativas y nutritivas. Están conformadas por más de 20 especies del género *Fragaria*, que se deriva de la palabra en Latín *Fraga*: que significa fragancia.

##### **3.1.1 Taxonomía.** (5, 2,15,16, 17)

Reino: Plantae

División: Fanerogamae

Clase: Dicotiledóneae

Orden: Rhamnales

Familia: Rosacea

Genero: *Fragaria*

Nombre científico: *Fragaria vesca*

### 3.1.2 Generalidades (5, 2,15.16, 17)

La fresa es nativa de las regiones templadas de todo el mundo y se cultiva en grandes cantidades, se cultiva tanto con fines comerciales como por parte de horticultores aficionados.

Las flores blancas se organizan en cimbras y tienen cáliz de cinco piezas hendidas, cinco pétalos redondeados, numerosos estambres y pistilos. El fruto es el resultado de la agregación de muchos carpelos secos diminutos, sobre un receptáculo pulposo de color rojo escarlata.

Se trata de una planta perenne de 50 cm de altura, raíces fibrosas y poco profundas. Tiene una roseta basal de donde surgen: las hojas, las flores blancas hermafroditas, numerosos estambres y tallos rastreros que producen raíces adventicias de donde nacen nuevas plantitas. El sistema radicular es fasciculado, se compone de raíces y raicillas. Las primeras presentan cambium vascular y suberoso, mientras que las segundas carecen de éste, son de color más claro y tienen un periodo de vida corto, de algunos días o semanas, en tanto que las raíces son perennes. Las raicillas sufren un proceso de renovación fisiológico, aunque influenciado por factores ambientales, patógenos de suelo, entre otros que rompen el equilibrio. La profundidad del sistema radicular es muy variable, dependiendo entre otros factores, del tipo de suelo y la presencia de patógenos en el mismo. En condiciones óptimas pueden alcanzar los 2-3 m, aunque lo normal es que no sobrepasen los 40 cm, encontrándose la mayor parte (90%) en los primeros 25 cm.

El tallo está constituido por un eje corto de forma cónica llamado “corona”, en el que se observan numerosas escamas foliares.

Las hojas aparecen en roseta y se insertan en la corona. Son largamente pecioladas y provistas de dos estipulas rojizas. Su limbo está dividido en tres foliolos pediculados, de bordes aserrados, tienen un gran número de estomas ( $300-400/\text{mm}^2$ ), por lo que pueden perder gran cantidad de agua por transpiración.

Las inflorescencias se pueden desarrollar a partir de una yema terminal de la corona o de yemas axilares de las hojas. La ramificación de la inflorescencia puede ser basal o distal. En el primer caso aparecen varias flores de porte similar, mientras que en el segundo hay una flor terminal o primaria y otras secundarias de menor tamaño. La flor tiene 5-6 pétalos, de 20 a 35 estambres y varios cientos de pistilos sobre un receptáculo carnoso. Cada óvulo fecundado da lugar a un fruto de tipo aquenio. El desarrollo de los aquenios, distribuidos por la superficie del receptáculo carnoso, estimula el crecimiento y la coloración de éste, dando lugar al “fruto” del fresón.

### **3.1.3 Clima** (5, 2,15,16, 17)

La fresa es un cultivo que se adapta muy bien a muchos tipos de climas. Temperatura mínima biológica: 6°C. Temperatura mínima letal: -12°C (fase vegetativa, -6°C y fase floración, 0-2°C). Temperatura óptima: 10-13°C nocturna y 18-22°C diurna. Temperaturas por debajo de 12°C durante el cuajado dan lugar a frutos deformados por frío, en tanto que un tiempo muy caluroso puede

originar una maduración y coloración del fruto muy rápida, lo cual le impide adquirir un tamaño adecuado para su comercialización. La parte vegetativa de la fresa es altamente resistente a heladas, llegando a soportar temperaturas de hasta  $-20^{\circ}\text{C}$ , aunque los órganos florales quedan destruidos con valores algo inferiores a  $0^{\circ}\text{C}$ . Los valores óptimos para un fructificación adecuada se sitúan en torno a los  $15-20^{\circ}\text{C}$  de media anual. No obstante, el fresón necesita acumular una serie de horas frío, con temperaturas por debajo de  $7^{\circ}\text{C}$ , para dar una vegetación y fructificación abundante.

#### **3.1.4 Propiedades y usos** (16, 17)

Tienen un importante valor industrial ya que se utilizan para elaborar muchos productos como batidos, postres, helados, mermeladas, yogures y gelatinas. En la medicina popular tradicional es muy utilizada la infusión de sus hojas y raíces para aliviar el ácido úrico, gota, artritis e inflamación del intestino. Ayudan a bajar el nivel de colesterol, debido a la presencia de ácido ascórbico, lecitina y pectina que contiene sus frutos. Las hojas secas machacadas son excelentes para limpiar y purificar la piel, y para evitar las arrugas.

### 3.2. Monografía de la uva



Figura N° 2: Fruto de la *Vitis vinífera* (uva roja).

Cuando la uva se deja fermentar, se produce el vino una bebida que goza de gran tradición en todos los pueblos de la antigüedad, basta mencionar que en la cultura romana y griega existía un dios del vino, Dionisio o Baco. Los romanos celebraban unas grandes fiestas denominadas bacanales en honor de este dios y como tributo al vino.

#### 3.2.1 Taxonomía <sup>(21,14)</sup>

Reino: Plantae

División: Fanerogamae

Clase: Dicotiledóneae

Orden: Rhamnales

Familia: Vitaceae

Género: Vitis

Nombre científico: *Vitis vinífera*

### 3.2.2 Generalidades <sup>(21,14)</sup>

Son plantas leñosas que por lo general tienen una vida muy larga, tiene un largo periodo juvenil de (3 a 5 años), durante el cual no es capaz de producir flores; se caracterizan por presentar un tronco cuya longitud puede alcanzar los 35 metros, aunque en la etapa de poda solo llega a medir entre 1 y 3 metros de largo. Presenta hojas circulares u ovales, delgadas, que miden entre 5 y 23 cm de diámetro, dentadas o ligeramente melladas en sus bordes y de color verde apagado en la cara superior y de color gris en la cara inferior, caracterizadas por presentar entre 4 y 5 lóbulos. Las flores son numerosas, disponiéndose en forma opuesta a las hojas, agrupándose en racimos. Los frutos son pulposos, pequeños, oscilando entre 6 y 12 mm de diámetro cada uno, con formas variables: circulares, oblongos, etc. Los colores varían según el tipo de uvas: verdes, rojizas, rojo-oscuras, etc.

### 3.2.3 Clima <sup>(21,5)</sup>

La uva es el fruto de la *Vitis vinífera*, una planta cuyo origen se sitúa por la zona de oriente próximo, pero que hoy en día se encuentra extendida en muchas regiones de clima mediterráneo cálido, dado que esta planta precisa de un clima bondadoso para poder vivir adecuadamente, de manera que no viven en alturas excesivas ni demasiado cerca de los polos ni en los desiertos.

### 3.2.4. Propiedades y usos <sup>(7,21)</sup>

La uva es una fruta rica en azúcares, hasta un 16% aproximadamente. Son glucosas y fructuosas, de mejor asimilación que la sacarosa o azúcar blanco. Por ello posee un alto valor calórico, unas 60 calorías por cada cien gramos para el alimento fresco y más de 260 calorías para las uvas pasas, debido a su alta concentración de azúcares. Por otra parte tiene escasas proteínas, apenas grasas, algo de fibra, calcio, hierro, magnesio, fósforo y bastante potasio. También posee cantidades mínimas de sodio, carotenos y vitaminas C, grupo B y ácido fólico.

Desde el punto de vista dietético es una de las frutas más energéticas y útiles, ya que representa un combustible directo para el cerebro. Este emplea la glucosa en muchas de sus funciones. Pero por el contrario es un alimento contraindicado para los diabéticos debido a este alto contenido de glucosa. Tampoco es la fruta ideal para los obesos por su elevado aporte calórico. En cambio es un alimento muy adecuado para niños y ancianos, dada la rápida asimilación de los azúcares y su fácil aprovechamiento.

Uno de los componentes de las uvas y el vino es el denominado resveratrol, tiene varias características biológicas importantes. Es antiinflamatorio y tiene efectos sobre el metabolismo de los lípidos. Protege al corazón al reducir el nivel de colesterol y además inhibe la agregación de las plaquetas en la sangre.

Con ello la sangre es menos espesa y se evita la formación de los coágulos sanguíneos que desencadenan los infartos cardiacos y cerebrales. Desde el punto de vista químico, los compuestos responsables del color de las uvas se encuentran en los hollejos de las mismas, siendo los pigmentos y taninos (sustancias fenólicas) los más importantes.

### 3.3. Monografía de la ciruela



Figura N° 3: Fruto de *Prunus doméstica* (Ciruela negra).

El ciruelo damasceno o ciruelo de Damasco (*Prunus doméstica*) es un frutal de hueso que produce unas ciruelas comestibles. Estos ciruelos fueron cultivados en la antigüedad en el área alrededor de la antigua ciudad de *Damasco*, capital de la actual Siria, y fue llevado a Inglaterra por los romanos. Restos de antiguos ciruelos de damasco se encuentran a menudo en excavaciones de la era del citado Imperio Romano en Inglaterra, y escritos

antiguos describen el uso de la piel de estas ciruelas para la fabricación de tintes de color púrpura.

### 3.3.1 Taxonomía <sup>(19,20)</sup>

Reino: Plantae

División: Magnoliophyta

Clase: Dicotyledoneae

Orden: Rosales

Familia: Rosaceae

Subfamilia: Prunoideae

Género: Prunus

Nombre científico: *Prunus doméstica*.

### 3.3.2 Generalidades <sup>(12,14)</sup>

Existe una gran variedad de esta clase de fruta. La ciruela tiene la piel lisa y una pulpa casi siempre jugosa.

El árbol es de tamaño mediano que alcanza una altura máxima de 5 - 6 m. el tronco es de corteza pardo - azulada, brillante, lisa o agrietada longitudinalmente, produce ramas alternas, pequeñas, delgadas, unas veces lisas y otras pubescentes y vellosas.

Las hojas son caducifolias, oblongas, aserradas, de color verde, liso por el haz y pubescente por el envés.

Las flores aparecen en pequeños ramos cortos de un año de edad. Son blancas, solitarias, con pedúnculos más cortos que los de las flores del cerezo, pubescentes, aplastados y con pequeñas yemas de escamas ásperas.

El fruto es una drupa redonda u oval recubierta por una cera blanquecina (pruina), de color amarillo, rojo o violáceo, con pedúnculo mediano, peloso, con hueso oblongo, comprimido, algo áspero y que por un lado presenta una sola costilla.

Dentro del hueso se encuentran dos semillas o más frecuentemente una sola, por aborto de la otra. Las semillas pierden después de un mes la facultad germinativa.

### **3.3.3. Clima** (19,12 y 14)

Es uno de los frutales más rústicos y fáciles de cultivar. Resiste bien las bajas temperaturas. Dado lo temprano de su floración, en algunas exposiciones puede sufrir con las heladas primaverales; sin embargo, las flores son bastante resistentes a la misma. Prefiere los climas templados, pero se desarrolla bien en climas relativamente fríos, con tal de cultivarlo en sitios bien abrigados.

### **3.3.4. Propiedades y usos** (14,19)

Sus frutos son consumidos tanto en fresco como en jugos y mermeladas. Del mismo se obtienen por destilación diversos licores.

Debido a los hidratos de carbono que contiene, la ciruela es un buen energético, y actúa como estimulante nervioso, al mismo tiempo es diurético y descongestiona el hígado. La ciruela seca es muy laxante, así como la fresca, aunque en menor cantidad.

En cuanto a su composición, es destacable su alto contenido en vitaminas; también contiene muchas sales minerales de hierro, calcio, magnesio, potasio y sodio.

Tiene efecto curativo en las enfermedades de los riñones, hemorroides, estreñimiento, enfermedades del hígado y de la vesícula biliar, anemia, artritis, exceso de colesterol, arteriosclerosis.

### **3.4. Teorías ácido base** (8,10 y 12)

Muchos Químicos intentaron responder a la pregunta ¿Qué es un ácido? y no fue sino hasta 100 años más tarde que se tuvo una buena respuesta y esto fue gracias a cuatro Químicos: Svante Arrhenius, Johannes Bronsted, Thomas Lowry y Gilbert Lewis que contribuyeron enormemente a la teoría de ácidos y bases.

#### **3.4.1 Teoría de Arrhenius** (11,10)

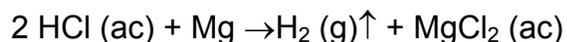
Arrhenius, definió a los ácidos, como sustancias que contenían hidrógeno, y que disueltas en agua producían una concentración de iones hidrógeno ó protones, mayor que la que existe en el agua pura, mientras que las bases las

definió como sustancias que disueltas en agua producía un exceso de iones hidroxilo.

Esta teoría ha sido objeto de críticas, una de las cuales es que el concepto de ácidos, se limita a especies químicas que contengan hidrógeno, y a las bases, las limita a especies químicas que contengan grupos hidroxilo. Otra crítica es que la teoría solo se refiere a disoluciones acuosas, cuando en realidad se conocen muchas reacciones ácido base que tiene lugar en ausencia de agua.

Ejemplo de la teoría de Arrhenius:

- El ácido clorhídrico, HCl (ac) reacciona con el magnesio metálico produciendo hidrógeno gaseoso y cloruro de magnesio.



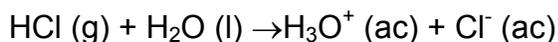
### 3.4.2 Teoría de Bronsted – Lowry (10, 22 y 23)

Las definiciones de Bronsted – Lowry es que un ácido es un donador de protones, pues dona un ión hidrógeno y que la base es un receptor de protones, pues acepta un ion hidrogeno.

Ejemplo de la teoría de Bronsted - Lowry:

- En la reacción del cloruro de hidrógeno gaseoso, HCl (g), con agua para dar ácido clorhídrico, el HCl (g) es el donador de protones. Todas las bases de Arrhenius son también bases de acuerdo con la definición de Bronsted, pero

hay otras bases. En el caso de la reacción del cloruro de hidrógeno con el agua, el receptor de protones (la base) es el agua.



### 3.4.3 Teoría de Lewis (10, 22,23)

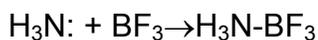
Lewis definió a los ácidos como sustancias que son capaces de aceptar o compartir un par electrónico y definió a las bases como sustancias capaces de donar y compartir un par electrónico.

Todas las sustancias químicas que son ácidos según la teoría de Arrhenius y de Bronsted – Lowry, también lo son, según la teoría de Lewis.

La teoría de Lewis expresa que un ión hidrogeno, no deja de ser ácido y que el ión hidroxilo no deja de ser base, pero las definiciones de Lewis, expanden el modelo ácido base más allá de los modelos de Bronsted Lowry y Arrhenius.

Ejemplo de la teoría de Lewis:

- El amoníaco se comporta como una base, pues es capaz de ceder un par de electrones al trifluoruro de boro para formar un par ácido-base:



### 3.5. Indicadores ácido base (11, 22,23)

Son reactivos usados para determinar el punto final especificado en una reacción química para medir la concentración de los iones  $H^+$  (pH) o para indicar que se ha llevado a cabo un cambio deseado de pH.

Para determinar cuando se alcanza el punto de equivalencia, el analista aprovecha el cambio de pH que ocurre en las titulaciones. Existen muchos ácidos y bases orgánicos débiles que presentan diferentes colores cuando están sin disociar y cuando están en forma iónica. Estas moléculas se pueden utilizar para determinar cuándo se ha adicionado la cantidad suficiente de valorante y se les denomina: Indicadores Visuales.

Muchas sustancias naturales o sintéticas presentan colores que dependen del pH de la solución en que están disueltas.

Un indicador ácido base, es un ácido o una base orgánica débil cuya forma no disociada, tiene un color diferente al de su forma conjugada.

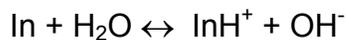
El siguiente equilibrio describe el comportamiento de un indicador tipo ácido HIn.



Color ácido

color básico

Y el equilibrio para un indicador básico es:



Color básico

color ácido

La expresión de la constante de equilibrio para la disociación de un indicador de tipo ácido es:

$$K_a = \frac{[H_3O^+][In^-]}{[HIn]}$$

$$[H_3O^+] = K_a \frac{[HIn]}{[In^-]}$$

La concentración del Ión Hidronio, determina la relación del ácido y de la base conjugada del indicador y por tanto determina el color que desarrolla la solución.

### 3.5.1. Intervalo de pH del indicador (3,8)

Para ello, se toman en cuenta los Logaritmos negativos de  $H_3O^+ = 10 K_a$  color completamente ácido.

$H_3O^+ = 0.1 K_a$  color completamente básico.

pH (color ácido) =  $-\text{Log}(10K_a) = pK_a + 1$

pH (color básico) =  $-\text{Log}(0.1K_a) = pK_a - 1$

Intervalo de pH del indicador =  $pK_a \pm 1$

### 3.5.2 Indicadores Acido Base Sintéticos (3,8)

El primer indicador en ser sintetizado en un laboratorio fue la fenolftaleína, y de la fenolftaleína salieron muchos otros indicadores, así apareció el rojo fenol, el azul de timol, la fenolftaleína, el azul de bromotimol, azul de bromofenol y el cresol, entre otros.

La fenolftaleína es un compuesto orgánico con una forma molecular un tanto compleja  $C_{20}H_{14}O_4$ , esta estructura se manifiesta en medio alcalino, con un color rojo diferente al que se manifiesta en medio ácido,  $C_{20}H_{13}O_3$ , incolora.

### 3.5.3. Ejemplos de indicadores ácido base sintéticos <sup>(3)</sup>

Cuadro N°.1 Indicadores, zonas de viraje y colores respectivos.

Indicador	Color ácido	Color básico	Zona de viraje(pH)
Anaranjado de metilo	rojo	anaranjado	3.1 – 4.4
Azul de bromotimol	amarillo	azul	6.0 – 7.6
Fenolftaleína	incoloro	rosa intenso	8.3 – 9-8
Rojo de metilo	rojo	amarillo	4.2 - 6.3
Tornasol	rojo	azul	4.5 – 8.3
Violeta de metilo	amarillo	azul- violeta	0.2 - 3.0

### 3.5.4. Indicadores ácido base naturales <sup>(23)</sup>

Estos indicadores son compuestos que se extraen de plantas o de algunos tejidos animales, y que poseen estructuras moleculares bastante complejas, y que presentan una particularidad: tienen un color si tienen contacto con un medio alcalino y otro color muy diferente, si entran en contacto con un medio ácido.

Estos indicadores se deben fundamentalmente a la proporción que contengan de pigmentos naturales conocidos como: Antocianinas y antoxantinas. La antocianina es roja en medio ácido, púrpura en medio neutro y azul en medio básico, sin embargo la antoxantina, es amarilla en medio básico.

### 3.5.5. Ejemplos de indicadores ácido base naturales <sup>(23)</sup>

Extracto de *Lombarda Sp.* (Col Roja):

La lombarda se extrae en una termobatidora, en frío con etanol absoluto (50 g de lombarda troceada / 100 mL de etanol absoluto), y en caliente con agua hasta 80°C (250 g/ 500g agua). El extracto alcohólico toma color rojo pálido (según la concentración), mientras que el acuoso se hace violeta.



Figura N°. 4: Extracto de *Lombarda* en etanol con ácidos y bases.



Figura N°.5: Mezcla del extracto de *Lombarda* en etanol con diferentes ácidos y bases.



Figura N°.6: Extracto *Lombarda* en agua con ácidos y bases.

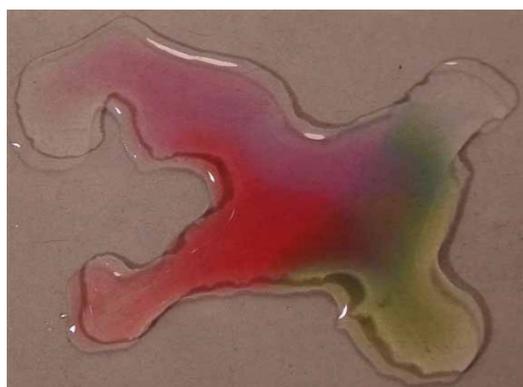


Figura N°.7: Mezcla del extracto de *Lombarda* en agua con diferentes ácidos y bases.

### 3.5.6 Selección del indicador adecuado (1, 3, 8)

Se debe de seleccionar el indicador que cambie de color en un pH aproximado al del punto de equivalencia de la valoración, por lo tanto, cualquier indicador cuyo cambio de color se produzca en este intervalo, propondría una buena aproximación del punto de equivalencia, es decir: cuanto más cerca del pH del punto de equivalencia se produzca el cambio de color, tanto más exacta será la localización del punto de equivalencia que interesa, si no exactamente, al menos con bastante aproximación, es cuestión de interpretar tonos y hacer las relaciones con los respectivos valores de pH de sus respectivas zonas de viraje. Para los ácidos débiles el pH del punto de equivalencia está arriba de 7, y para las bases débiles el pH está debajo de 7.

### 3.5.7 Error debido al indicador (8,3)

El error más importante que existe, se debe a que el indicador no cambia de color en el pH adecuado, y esto puede ser corregido por medio de la determinación del indicador en blanco, este consiste en adicionar el volumen del ácido o de la base que se necesita para cambiar el pH en el punto de equivalencia, al pH en el que el indicador cambia de color, esto se realiza casi siempre en forma experimental, y la diferencia en el punto final observado (el cambio de color) y el punto de equivalencia verdadero se denomina: Error de titulación.

### 3.5.8 Otros usos de indicadores ácido base <sup>(1,8)</sup>

Si se conoce el pK del indicador y la concentración de las 2 formas, es posible determinar el pH.

Esto viene dado por la siguiente ecuación:

$$pH \approx pK + \text{Log} \frac{[Y]}{[R]}$$

### 3.6 pHmetría <sup>(8)</sup>

Literalmente pH significa: Potencial de iones Hidronio, o sea la cantidad de iones Hidronio.

Actualmente para determinar el valor del pH de un sistema de especial interés hay desde expresiones matemáticas logarítmicas partiendo de la concentración de iones Hidronio, hasta instrumentos sofisticados en tecnología, y muy precisos (pH- metros), pasando por reacciones químicas de mayor o menor complejidad a través de las cuales se logra conocer que cantidad de iones hidronio que hay en la muestra en estudio. Una de esas expresiones matemáticas es la siguiente:

$$pH = - \text{Log} [H_3O^+]$$

### 3.7. Escala de pH <sup>(23)</sup>

La escala de pH se establece en una recta numérica que va desde el 0 hasta el 14. El número 7 corresponde a las soluciones neutras. El sector izquierdo de la recta numérica indica acidez, que va aumentando en intensidad cuando más lejos se está del 7. Por ejemplo una solución que tiene el pH 1 es más ácida o más fuerte que aquella que tiene un pH 6.

De la misma manera, hacia la derecha del 7 las soluciones son básicas y son más fuertes o más básicas cuanto más se alejan del 7. Por ejemplo, una base que tenga pH 14 más fuerte que una que tenga pH 8 .

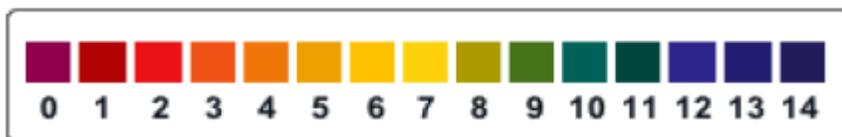


Figura N°.8: Escala de pH

### 3.8 Valoraciones volumétricas <sup>(23)</sup>

Las valoraciones volumétricas son métodos utilizados para determinar la cantidad de sustancia presente en una solución. Una solución de concentración conocida, llamada solución valorada, se agrega con la bureta a la solución que se analiza. La adición se detiene cuando se ha agregado la cantidad de reactivo determinada por la ecuación de la reacción, y es a este punto que se llama: punto de equivalencia. Para determinar este punto, se puede utilizar la curva de

titulación potenciométrica de la reacción ácido base, cuya gráfica resulta del pH del sistema contra el volumen de ácido o base agregados en la titulación, es así como puede entenderse como final de la titulación, al momento en el que el pH llega a 7, sin embargo esto está en función de la fuerza del ácido o la base que se está titulando.

Cuando la neutralización se produce entre un ácido fuerte y una base fuerte, el pH en el punto de equivalencia es 7, ya que todos los iones han sido neutralizados.

Cuando la reacción ocurre entre una base fuerte y un ácido débil, el anión del ácido sufre una hidrólisis, por lo que el pH al que ocurre una neutralización es mayor de 7, y en la situación contraria, entre un ácido fuerte y una base débil, el catión de la base sufre una hidrólisis, produciéndose iones hidronio, por lo que el pH es menor de 7.

### **3.8.1 Valoraciones potenciométricas ácido base.<sup>(8)</sup>**

Este tipo de valoraciones están basadas en la reacción de neutralización entre el analito y una disolución de ácido o base que sirve de referencia para determinar el punto final, haciendo uso de un pHmetro.

### 3.8.2 Procedimiento para realizar valoraciones potenciométricas.

Una valoración comienza con un vaso de precipitados o matraz erlenmeyer conteniendo un volumen preciso del reactivo a analizar, luego se le incorpora el magneto y se le introduce el electrodo del pH-metro para después ser colocado debajo de una bureta que contiene la disolución estándar, de manera que se pueda leer el pH y al mismo tiempo operar la bureta con facilidad. (Ver figura N° 9). Luego para descubrir el punto final con precisión se registran los valores de pH, contra el volumen de titulante agregado y se traza la curva de calibración.



Figura N°. 9: Procedimiento para realizar valoraciones ácido-base.

El punto final potenciométrico se determina por la medición continua del potencial de la solución durante la valoración. El punto final potenciométrico es más preciso que con el empleo de un indicador coloreado. Además la titulación potenciométrica es muy útil para valorar disoluciones coloreadas y/o turbias. La exactitud en la determinación del punto final puede ser mejorada empleando la primera o segunda derivada de la curva de titulación (ver figura N°10).

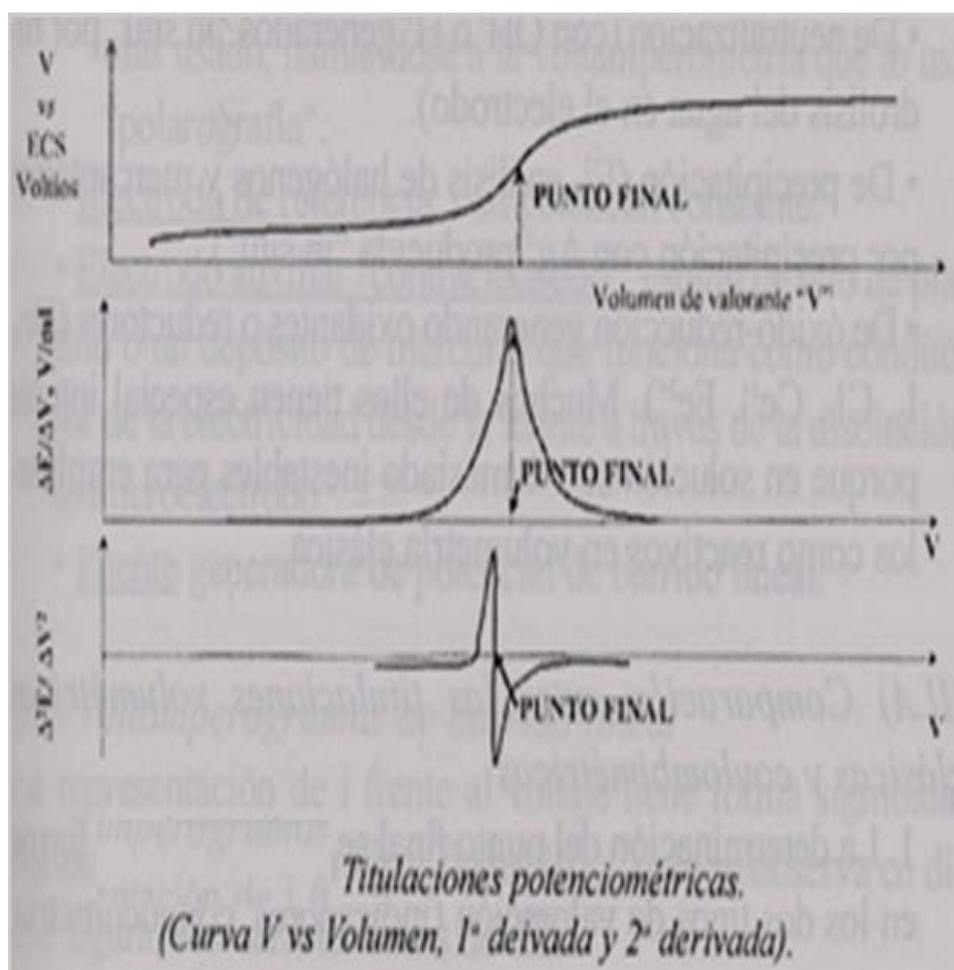


Figura N°.10: Curvas de titulaciones potenciométricas.

**CAPITULO IV**  
**DISEÑO METODOLÓGICO**

## 4.0- DISEÑO METODOLÓGICO

### 4.1 Tipo de estudio:

Retrospectivo: Se basa en referencia a estudios bibliográficos anteriores.

Prospectivo: Servirá de referencia para futuras investigaciones.

Experimental: Debido a que la práctica se realizó en el laboratorio de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.

#### 4.1.1 - Investigación Bibliográfica:

Se visitaron los siguientes lugares:

Biblioteca Dr. Benjamín Orozco de la Facultad de Química y Farmacia, Universidad de El Salvador.

Biblioteca de Facultad Multidisciplinaria de Occidente, Universidad de El Salvador.

Biblioteca del jardín botánico del Plan La Laguna, Antiguo Cuscatlán

Biblioteca de la Universidad Alberto Masferrer, (USAM)

Biblioteca de la Universidad Nueva San Salvador (UNSSA)

Internet.

#### 4.1.2 Investigación de campo:

**Universo:** Frutos de las especies vegetales que contienen pigmentos coloreados.

**Muestra:** Fruto de la *Fragaria vesca* (fresa), Cáscaras del fruto de la *Vitis vinífera* (uva roja) y de la *Prunus doméstica* (ciruela negra).

#### 4.2 Tipo de muestreo:

El muestreo fue puntual y dirigido, debido a que se utilizó el fruto de la *Fragaria vesca* (fresa) las cáscaras del fruto de la *Vitis vinífera* (uva roja) y de la *Prunus doméstica* (ciruela negra), las cuales se seleccionaron para que cumplan con el requisito de encontrarse en buen estado.

##### 4.2.1 Puntos de muestreo:

Vivero “Entre Nubes”, Apaneca, Ahuachapán se recolectaron los frutos de la *Fragaria vesca* (fresa). Price –Smart Santa Elena, Antiguo Cuscatlán, La Libertad, se recolectaron los frutos de la *Vitis vinífera* (uva roja) y la *Prunus doméstica* (ciruela negra).

##### 4.2.2 Tamaño de la muestra:

Se recolectaron aproximadamente 500 g del fruto de la *Fragaria vesca* (fresa), 50 g de las cáscaras del fruto de la *Vitis vinífera* (uva roja) y de la *Prunus doméstica* (ciruela negra) (Ver figura N°11).

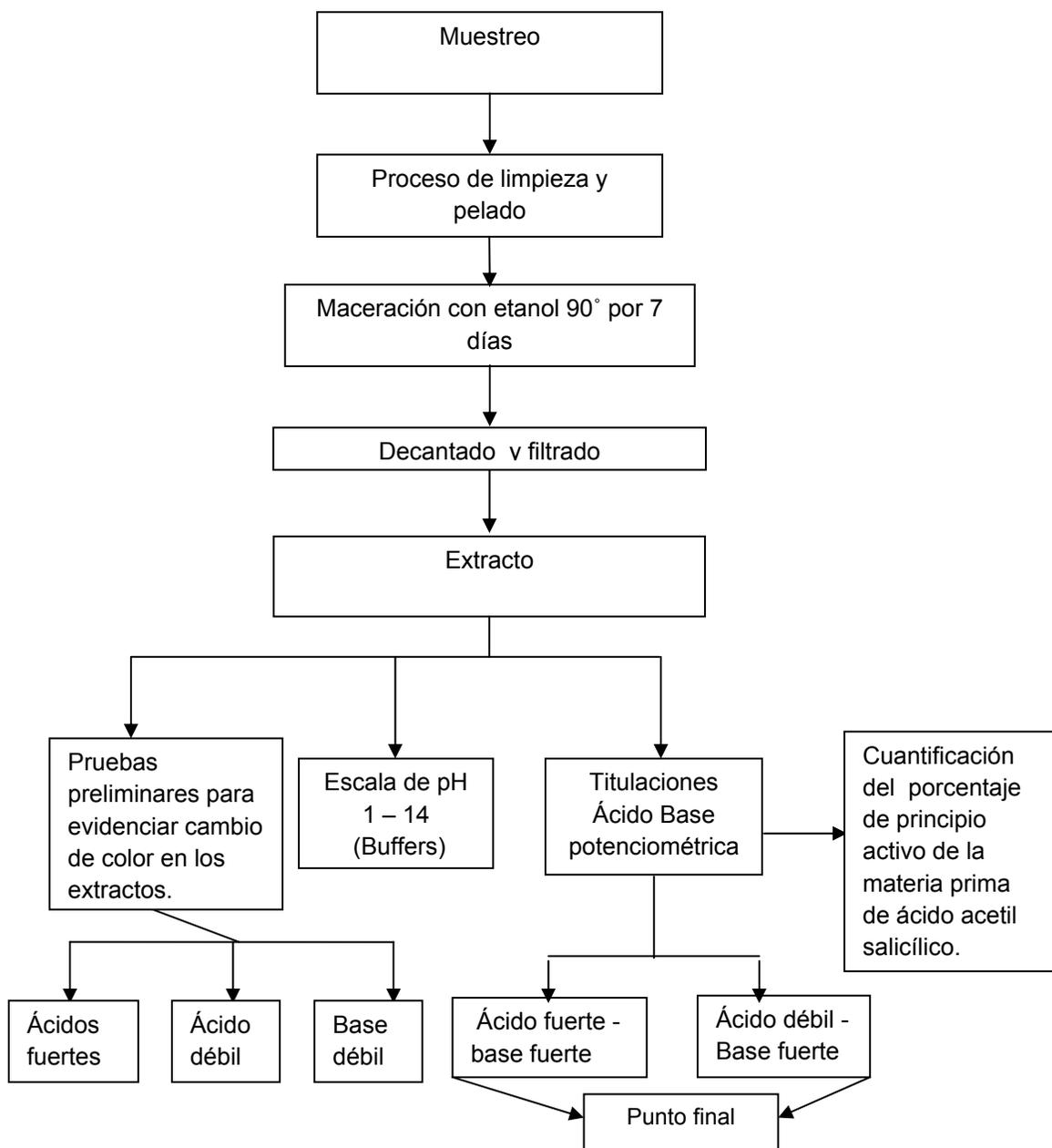


Figura. N°: 11 Diagrama de la parte experimental (marcha esquemática para cada una de las muestras).

#### 4.2.3 Muestreo

Se seleccionaron los frutos de la *Fragaria vesca* (fresa), *Vitis vinífera* (uva roja) y *Prunus doméstica* (ciruela negra) que se encontraron frescas y sanas.

#### 4.3 Proceso de limpieza y pelado

Procedimiento general:

1. Lavar con una solución de hipoclorito de sodio al 10% una cantidad de los frutos en estudio *Fragaria vesca* (fresa), *Vitis vinífera* (uva roja), *Prunus doméstica* (ciruela negra) cada una por separado.
2. Eliminar con abundante agua.
3. Secar todos los frutos y cortar en trozos pequeños únicamente el fruto de la *Fragaria vesca* (fresa) utilizando un cuchillo de acero inoxidable, y pelar los frutos de la *Vitis vinífera* (uva roja) y de la *Prunus doméstica* (ciruela negra).

#### 4.4 Proceso de extracción del colorante.

Procedimiento general:

1. Pesar 500 g del fruto de la *Fragaria vesca* (fresa) y 50 g de las cáscara de las frutas en estudio *Vitis vinífera* (uva roja) y *Prunus doméstica* (ciruela negra) y en balanza semianalítica.
2. Colocar las muestras por separado en frascos de vidrio ámbar y adicionar 250 mL de etanol al 90°.

3. Dejar en maceración por un período de 7 días a temperatura ambiente para extraer todo el colorante posible.
4. Luego decantar el extracto y filtrar en tamiz fino.
5. Medir el volumen obtenido.
6. Envasar en frasco de vidrio ámbar y etiquetar.

#### **4.5 Pruebas Preliminares**

Procedimiento general:

1. Colocar en cada tubo de ensayo, por separado  
5.0 ml de: ácido clorhídrico HCl 0.1N VS, ácido acético CH<sub>3</sub>COOH 0.1N VS, hidróxido de sodio NaOH 0.1N VS y ácido sulfúrico H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.1N VS.
2. Adicionar a cada uno de los tubos 1 mL del extracto respectivo y mezclar.
3. Observar si ocurre cambio de color de la solución.

#### **4.6 Determinación de una escala de pH.**

Procedimiento establecido para cada indicador:

1. Preparar las soluciones buffer a diferentes pH de 1 a 14. Según la USP 30.
2. Trasferir 5.0 mL de cada solución buffer, con pipeta volumétrica de 5.0 mL a los tres set de catorce tubos de 10 mL, rotulados de 1 a 14.
3. Adicionar 0.5 mL de solución indicadora a cada uno de los set de tubos que contienen las soluciones buffers.
4. Agitar y dejar en reposo por 1 minuto, observar viraje de color.

#### 4.7 Valoración ácido fuerte- base fuerte

##### a) Ácido clorhídrico 0.1N VS Vrs hidróxido de sodio 0.1N VS utilizando como indicador fenolftaleína TS.

1. Llenar la bureta de 25.0 mL con ácido clorhídrico 0.1N VS.
2. Adicionar 25.0 mL de hidróxido de sodio 0.1 N VS, utilizando una pipeta volumétrica de esa capacidad, a un erlenmeyer de 250 mL.
3. Introducir el electrodo de vidrio – calomel en el erlenmeyer de 250 mL
4. Adicionar 3 gotas de fenolftaleína TS y agitar utilizando un magneto a velocidad 100 rpm
5. Tomar la lectura de pH inicial.
6. Titular en volúmenes fraccionados de 5.0 mL hasta completar un volumen de 15.0 mL y seguir valorando de 1mL hasta llegar al punto de equivalencia que se destaca por un cambio de color en la solución valorada.
7. Observar el viraje de color y valor especificado de pH en cada adición del titulante.
8. Realizar este procedimiento por triplicado para luego sacar la media de los tres valores de pH.
9. Elaborar la grafica de titulación potenciométricas pH Vrs. Volumen.
10. Realizar los cálculos para la obtención del punto de equivalencia.

$$\Delta V = mL_2 - mL_1$$

$$\Delta pH = pH_2 - pH_1$$

$$\text{Primera Derivada} = \Delta\text{pH}/\Delta\text{V}$$

$$\text{Segunda Derivada} = \Delta^2\text{pH}/\Delta^2\text{V} = (\Delta\text{pH}/\Delta\text{V})_1 - (\Delta\text{pH}/\Delta\text{V})_2$$

11. Graficar la curva de la segunda derivada.

**b) Ácido Sulfúrico 0.1N VS Vrs hidróxido de sodio 0.1N VS utilizando como indicador fenolftaleína TS.**

1. Llenar la bureta de 25.0 mL con ácido sulfúrico 0.1N VS.
2. Adicionar 25.0 mL de hidróxido de sodio 0.1 N VS, utilizando una pipeta volumétrica de esa capacidad, a un erlenmeyer de 250 mL.
3. Introducir el electrodo de vidrio – calomel en el erlenmeyer de 250 mL
4. Adicionar 3 gotas de fenolftaleína TS y agitar utilizando un magneto a velocidad 100 rpm.
5. Tomar la lectura de pH inicial.
6. Titular en volúmenes fraccionados de 5.0 mL hasta completar un volumen de 15.0 mL y seguir valorando de 1mL hasta llegar al punto de equivalencia que se destaca por un cambio de color en la solución valorada.
7. Observar el viraje de color y valor especificado de pH en cada adición del titulante.
8. Realizar este procedimiento por triplicado para luego sacar la media de los tres valores de pH.
9. Elaborar la grafica de titulación potenciométrica pH Vrs. Volumen.
10. Realizar los cálculos para la obtención del punto de equivalencia.

$$\Delta V = mL_2 - mL_1$$

$$\Delta pH = pH_2 - pH_1$$

$$\text{Primera Derivada} = \Delta pH / \Delta V$$

$$11. \text{ Segunda Derivada} = \Delta^2 pH / \Delta^2 V = (\Delta pH / \Delta V)_1 - (\Delta pH / \Delta V)_2$$

12. Graficar la curva de la segunda derivada.

**c) Ácido clorhídrico 0.1N VS Vrs. hidróxido de sodio 0.1N VS utilizando como indicadores el extracto de la *Fragaria vesca* (fresa), *Vitis vinífera* (uva roja), *Prunus doméstica* (ciruela negra).**

1. Llenar la bureta de 25.0 mL con ácido clorhídrico 0.1N VS.
2. Adicionar 25.0 mL de hidróxido de sodio 0.1 N VS, utilizando una pipeta volumétrica de esa capacidad, a un erlenmeyer de 250 mL.
3. Introducir el electrodo de vidrio – calomel en el erlenmeyer de 250 mL
4. Adicionar 1.0 mL de cada una de las soluciones indicadoras (por separado) y agitar utilizando un magneto a velocidad 100 rpm.
5. Tomar la lectura de pH inicial.
6. Titular en volúmenes fraccionados de 5.0 mL hasta completar un volumen de 15.0 mL y seguir valorando de 1mL hasta llegar al punto de equivalencia que se destaca por un cambio de color en la solución valorada.
7. Observar el viraje de color y valor especificado de pH en cada adición del titulante.

8. Realizar este procedimiento por triplicado para luego sacar la media de los tres valores de pH.
9. Elaborar las graficas de titulaciones potenciométricas pH Vrs Volumen
10. Realizar los cálculos para la obtención del punto de equivalencia.

$$\Delta V = mL_2 - mL_1$$

$$\Delta pH = pH_2 - pH_1$$

$$\text{Primera Derivada} = \Delta pH / \Delta V$$

$$\text{Segunda Derivada} = \Delta^2 pH / \Delta^2 V = (\Delta pH / \Delta V)_1 - (\Delta pH / \Delta V)_2$$

11. Graficar la curva de la segunda derivada.

**d) Ácido sulfúrico 0.1N VS Vrs hidróxido de sodio 0.1N VS utilizando como indicadores el extracto de la *Fragaria vesca* (fresa), *Vitis vinífera* (uva roja), *Prunus doméstica* (ciruela negra).**

1. Llenar la bureta de 25.0 mL con ácido sulfúrico 0.1N VS.
2. Adicionar 25.0 mL de hidróxido de sodio 0.1N VS, utilizando una pipeta volumétrica de esa capacidad, a un erlenmeyer de 250 mL.
3. Introducir el electrodo de vidrio – calomel en el erlenmeyer de 250 mL
4. Adicionar 1.0 mL de cada una de las soluciones indicadoras (por separado) y agitar utilizando un magneto a velocidad 100 rpm
5. Tomar la lectura de pH inicial.

6. Titular en volúmenes fraccionados de 5.0 mL hasta completar un volumen de 15.0 mL y seguir valorando de 1mL hasta llegar al punto de equivalencia que se destaca por un cambio de color en la solución valorada.
7. Observar el viraje de color y valor especificado de pH en cada adición del titulante.
8. Realizar este procedimiento por triplicado para luego sacar la media de los tres valores de pH.
9. Elaborar las graficas de titulaciones potenciométricas pH Vrs Volumen.
10. Realizar los cálculos para la obtención del punto de equivalencia.

$$\Delta V = mL_2 - mL_1$$

$$\Delta pH = pH_2 - pH_1$$

$$\text{Primera Derivada} = \Delta pH / \Delta V$$

$$\text{Segunda Derivada} = \Delta^2 pH / \Delta^2 V = (\Delta pH / \Delta V)_1 - (\Delta pH / \Delta V)_2$$

11. Graficar la curva de la segunda derivada.

#### **4.8 Valoración ácido débil - base Fuerte.**

**a) Ácido acético 0.1N VS Vrs hidróxido de sodio 0.1N VS utilizando como indicador fenolftaleína TS.**

1. Llenar la bureta de 25.0 mL con ácido acético 0.1N VS
2. Adicionar 25.0 mL de hidróxido de sodio 0.1 N VS, utilizando una pipeta volumétrica de esa capacidad, a un erlenmeyer de 250 mL.

3. Introducir el electrodo de vidrio – calomel en el erlenmeyer de 250 mL
4. Adicionar 3 gotas de fenolftaleína TS y agitar utilizando un magneto a velocidad 100 rpm.
5. Tomar la lectura de pH inicial.
6. Titular en volúmenes fraccionados de 5.0 mL hasta completar un volumen de 15.0 mL y seguir valorando de 1mL hasta llegar al punto de equivalencia que se destaca por un cambio de color en la solución valorada.
7. Observar el viraje de color y valor especificado de pH en cada adición del titulante.
8. Realizar este procedimiento por triplicado para luego sacar la media de los tres valores de pH.
9. Elaborar la grafica de titulación potenciométrica pH Vrs Volumen.
10. Realizar los cálculos para la obtención del punto de equivalencia.

$$\Delta V = mL_2 - mL_1$$

$$\Delta pH = pH_2 - pH_1$$

$$\text{Primera Derivada} = \Delta pH / \Delta V$$

$$\text{Segunda Derivada} = \Delta^2 pH / \Delta^2 V = (\Delta pH / \Delta V)_1 - (\Delta pH / \Delta V)_2$$

11. Graficar la curva de la segunda derivada.

**b) Ácido acético 0.1N VS vrs hidróxido de sodio 0.1N VS utilizando como indicadores el extracto de la *Fragaria vesca* (fresa), *Vitis vinífera* (uva roja), *Prunus doméstica* (ciruela negra).**

1. Llenar la bureta de 25.0 mL con ácido acético 0.1N VS.
2. Adicionar 25.0 mL de hidróxido de sodio 0.1 N VS, utilizando una pipeta volumétrica de esa capacidad, a un erlenmeyer de 250 mL.
3. Introducir el electrodo de vidrio – calomel en el erlenmeyer de 250 mL.
4. Adicionar 1.0 mL de cada una de las soluciones indicadoras (por separado) y agitar utilizando un magneto a velocidad 100 rpm.
5. Tomar la lectura de pH inicial.
6. Titular en volúmenes fraccionados de 5.0 mL hasta completar un volumen de 15.0 mL y seguir valorando de 1mL hasta llegar al punto de equivalencia que se destaca por un cambio de color en la solución valorada.
7. Observar el viraje de color y valor especificado de pH en cada adición del titulante.
8. Realizar este procedimiento por triplicado para luego sacar la media de los tres valores de pH.
9. Elaborar las graficas de titulaciones potenciométricas pH Vrs Volumen.
10. Realizar los cálculos para la obtención del punto de equivalencia.

$$\Delta V = mL_2 - mL_1$$

$$\Delta pH = pH_2 - pH_1$$

$$\text{Primera Derivada} = \Delta pH / \Delta V$$

$$\text{Segunda Derivada} = \Delta^2 pH / \Delta^2 V = (\Delta pH / \Delta V)_1 - (\Delta pH / \Delta V)_2$$

11. Graficar la curva de la segunda derivada.

#### **4.9 Cuantificación del porcentaje de principio activo de la materia prima ácido acetilsalicílico precompactada DC90 (Aspirina DC90).**<sup>(14)</sup>

La aspirina contiene no menos del 90.0 % de  $C_9H_8O_4$  calculado con respecto a la sustancia seca.

Procedimiento:

1. La muestra de aspirina se seca previamente sobre sílica gel por 5 horas.
2. Se realizan 3 valoraciones, para ello se pesó 0.7500 g de aspirina DC 90, pesados previamente con exactitud en balanza analítica y se colocarán en matraces erlenmeyer con capacidad de 250 mL.
3. Adicionar 50.0 mL de NaOH 0.5N VS y calentar la muestra a ebullición moderada durante 10 minutos, luego se adiciona la fenolftaleína TS y valorar el exceso de hidróxido de sodio con ácido sulfúrico 0.5N VS , se realiza una determinación como blanco y hacer las correcciones necesarias.

4. Se realiza este procedimiento sustituyendo la fenolftaleína TS por los indicadores a partir de la *Fragaria vesca* (fresa), *Vitis vinífera* (uva roja), *Prunus doméstica* (ciruela negra).
5. Realizar este procedimiento por triplicado.

Cada mL de hidróxido de sodio 0.5N es equivalente a 45.04 mg de  $C_9H_8O_4$ .

**Cálculo:**

$$\text{Fórmulas: } V_{mx} = (B - V_g) \times F_c$$

$$P_a = \left[ \frac{(V_{mx}) (45.04 \text{ mg})}{M_x} \right] (100\%)$$

Donde:

$V_{mx}$ : Volumen de  $H_2SO_4$  0.5 N VS  $\equiv$  NaOH 0.5N VS consumido por la muestra en mL.

$F_c$ : factor de corrección del  $H_2SO_4$  0.5 N VS

B: blanco (en mL de  $H_2SO_4$  0.5 N VS)

$P_a$ = Porcentaje de Aspirina  $C_9H_8O_4$  en base seca.

$M_x$ : Peso real de la muestra previamente secada.

$V_g$ = Volumen gastado de  $H_2SO_4$  0.5 N VS.

## **CAPITULO V**

### **RESULTADOS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS**

## 5.0 RESULTADOS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.

**Cuadro N°2:** Coloración de los extractos del fruto de la *fragaria vesca* (fresa), de las cáscaras del fruto de *Vitis vinífera* (uva roja) y de las cáscaras del fruto de la *Prunus doméstica* (ciruela negra).

EXTRACTO	COLORACION DEL EXTRACTO
<i>Fragaria vesca</i> (fresa)	Rojo claro
<i>Vitis vinífera</i> (uva roja)	Rojo oscuro
<i>Prunus doméstica</i> (ciruela negra).	Rojo oscuro

(Ver figura N° 40)

Pesar 500.0 g de cada una de las frutas en estudio y añadir 250 mL de alcohol 90° a cada uno de los frascos, en el momento de la filtración se observó que los frutos en estudio presentaron una decoloración total por lo tanto se puede asegurar que la mayor cantidad de colorante fue extraído. El rendimiento obtenido del extracto del fruto de la *Fragaria vesca* (fresa) fue de 97.2%; de las cáscaras de la *Vitis vinífera* (uva roja) fue de 96.4% y de las cáscaras de la *Prunus doméstica* (ciruela negra) fue de 84.0%. (Ver figuras N° 37 - 39)

**Cuadro N° 3:** Resultados obtenidos de los extractos etanólicos del fruto de la *Fragaria vesca* (fresa), de las cáscaras de la *Vitis vinífera* (uva roja) y de las cáscaras de la *Prunus doméstica* (ciruela negra).

	Medios empleados en las pruebas preliminares			
	Ácidos fuertes		Acido débil	Base fuerte
	HCl 0.1N	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0.1N	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> COOH 0.1 N	NaOH 0.1N
<i>Fragaria vesca</i> (fresa)	Amarillo	Amarillo	Amarillo	Rosa
<i>Vitis vinífera</i> (uva roja)	Rosa	Rosa	Rosa	Verde
<i>Prunus doméstica</i> (ciruela)	Rosa	Rosa	Rosa	Verde

(Ver figuras N° 41 - 43)

Para realizar las pruebas preliminares a partir de los extractos etanólicos del fruto de la *Fragaria vesca* (fresa), de las cáscaras del fruto de la *Vitis vinífera* (uva roja) y de la *Prunus doméstica* (ciruela negra) se llevó a cabo con diferentes reactivos químicos para evidenciar de una forma cualitativa la diferencias de color y la variación en la intensidad lo cual es muy importante en este estudio debido que nos da un parámetro para las valoraciones ácido-base.

El extracto etanólico de la *Fragaria vesca* (fresa) frente a solución ácida y a solución básica, presentan diferencias en el viraje y en la intensidad de color dando tonos amarillos en medio ácido y rosa en medio básico.

Mientras que los extractos etanólicos de la cáscara *Vitis Vinífera* (uva roja) y de la *Prunus doméstica* (ciruela negra) dieron en medio ácido tonalidades rosa y en medio básico tonos verdes.

**Cuadro N°. 4:** Virajes de los indicadores naturales con la soluciones buffer del pH 1 - 14.

pH de Soln. Buffers	Viraje del extracto de la <i>Fragaria vesca</i> (fresa)	Viraje del extracto de la <i>Vitis Vinífera</i> (uva roja).	Viraje del extracto de la <i>Prunus doméstica</i> (ciruela negra).
1	Amarillo	Rosa	Rosa
2	Amarillo	Rosa	Rosa
3	Amarillo	Rosa	Rosa
4	Amarillo	Rosa	Rosa
5	Amarillo	Rosa	Rosa
6	Amarillo	Verde	Amarillo
7	Rojo	Verde	Amarillo
8	Rojo	Verde	Amarillo
9	Rojo	Verde	Amarillo
10	Rojo	Verde	Amarillo
11	Rojo	Verde	Amarillo
12	Rojo	Verde	Amarillo
13	Rojo	Verde	Amarillo
14	Rojo	Verde	Amarillo

En la Escala de pH de *Fragaria vesca* (fresa) se distingue fácilmente la variación de color de que se da desde un pH 1 hasta 6 en el cual da un color amarillo mientras que en pH 7 en adelante da tonalidades rojas. (Ver figura N°: 44). En la escala de pH de *Vitis Vinífera* (uva roja) se distingue fácilmente la variación de color que se da desde un pH 1 hasta 5 en el cual da un color rosa y a medida que aumenta la basicidad se observan tonalidades verdes. (Ver figura N°: 45).

En la escala de pH de *Prunus doméstica* (ciruela negra) se distingue fácilmente la variación de color que se da desde un pH 1 hasta 5 en el cual

da un color rosa y a medida que aumenta la basicidad da tonalidades amarillas.  
(Ver figura N°: 46).

**Cuadro N° 5:** Valores de pH en la titulación (HCl 0.108 N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando fenolftaleína TS como indicador para elaborar la curva de titulación ácido – base.

Volumen (mL) de Valorante (HCl 0.108 N VS)	Lectura de pH <sub>1</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>2</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>3</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Color Observado
0.0	12.82	12.80	12.81	Rosa
5.0	12.81	12.79	12.80	Rosa
10.0	12.75	12.73	12.74	Rosa
15.0	12.51	12.53	12.52	Rosa
16.0	12.45	12.43	12.44	Rosa
17.0	12.33	12.35	12.34	Rosa
18.0	12.18	12.16	12.17	Rosa
19.0	11.93	11.91	11.92	Rosa
20.0	11.35	11.37	11.36	Rosa
20.5	10.84	10.82	10.83	Rosa
21.0	10.17	10.15	10.16	Rosa
21.2	9.75	9.77	9.76	Rosa
21.7	8.63	8.61	8.62	Rosa
21.8	8.19	8.17	8.18	Incoloro
21.9	8.05	8.07	8.06	Incoloro
22.0	8.25	8.23	8.24	Incoloro
23.0	6.37	6.39	6.38	Incoloro
24.0	2.88	2.86	2.87	Incoloro
25.0	2.35	2.37	2.36	Incoloro

❖ **Determinación del Punto Final.**

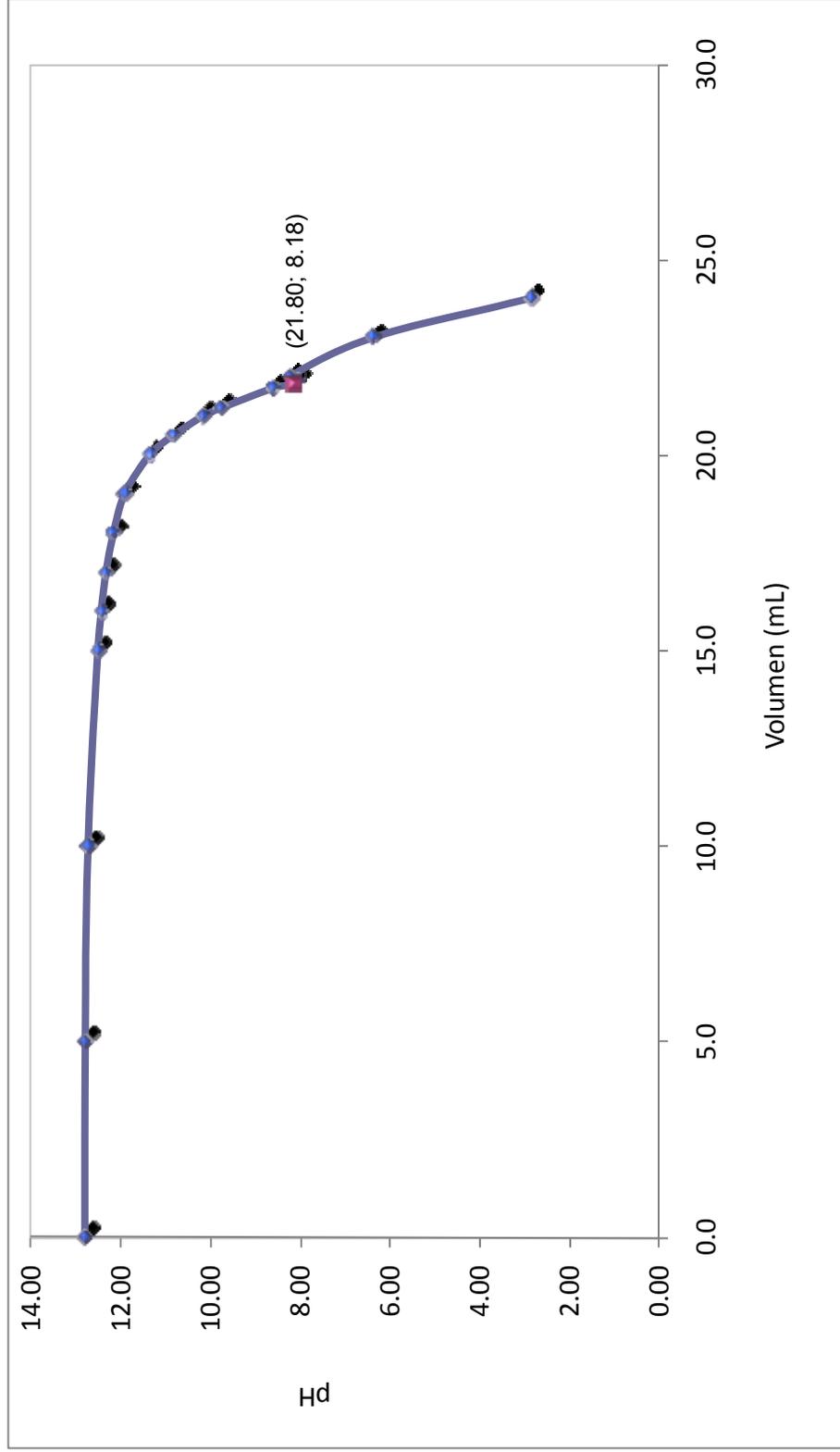
En la titulación se observó un color rosa al inicio de la titulación, el cual varía a medida que se le va adicionando valorante hasta llegar al punto final, donde se aprecia el viraje a incoloro (ver figura N°47), esto se dio a un volumen de 21.8 mL, a un pH promedio de 8.18, con los datos obtenidos se grafica la curva de titulación ácido - base, donde el eje horizontal representa el volumen de

titulante y en el eje vertical representa el pH, aquí se observa un descenso brusco cerca del punto final y en esta región se produce el punto final mostrado en color morado en la figura N° 12.

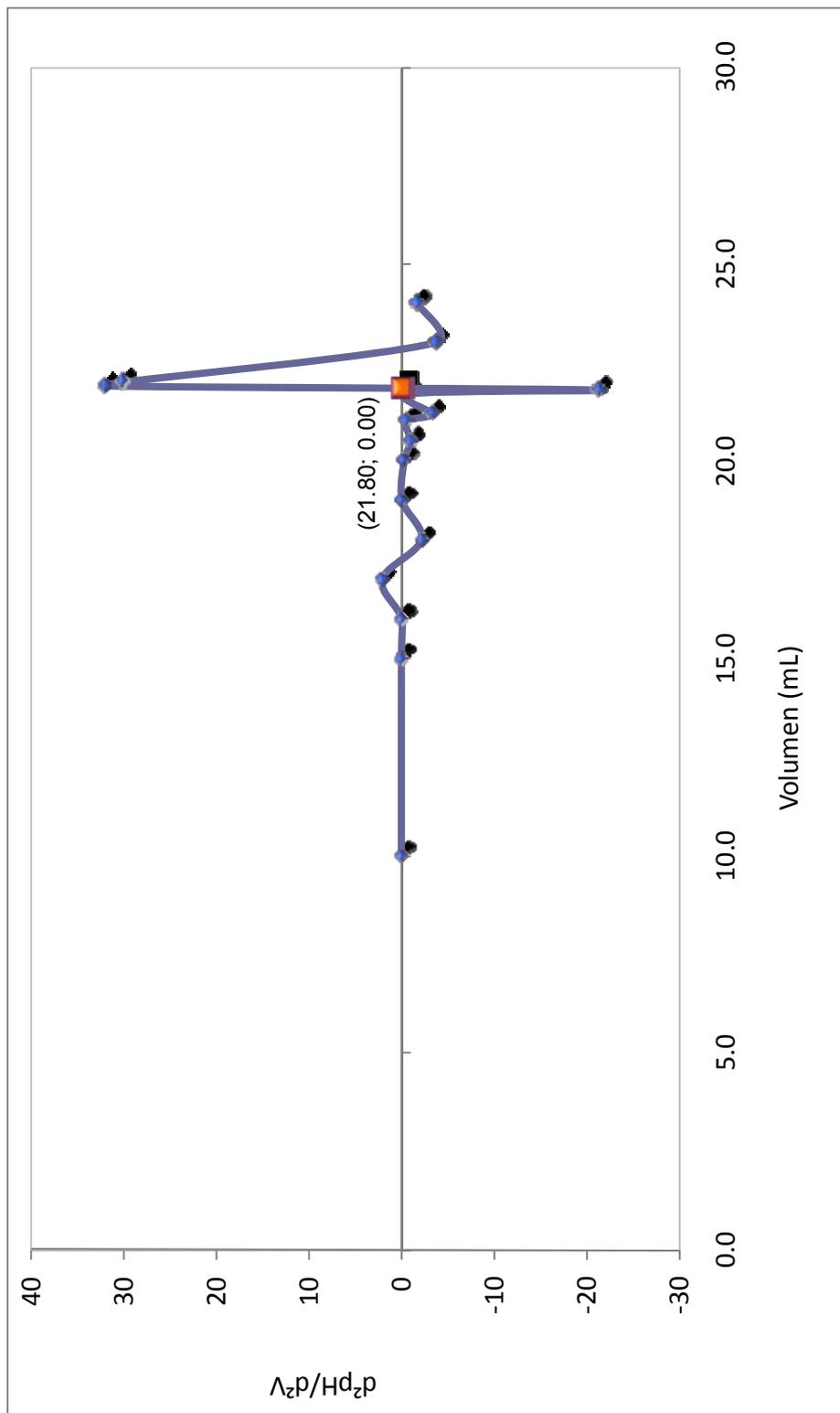
**Cuadro N° 6:** Datos para elaborar la gráfica de la segunda derivada (HCl 0.108N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador fenolftaleína TS.

Volumen (mL) de Valorante (HCl 0.108 N VS)	Lectura promedio de pH de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	dpH/dV	d <sup>2</sup> pH/d <sup>2</sup> V
0.0	12.810	-	-
5.0	12.800	-0.002	-
10.0	12.740	-0.012	-0.002
15.0	12.520	-0.044	-0.006
16.0	12.440	-0.080	-0.036
17.0	12.340	2.000	2.080
18.0	12.170	-0.170	-2.170
19.0	11.920	-0.250	-0.080
20.0	11.360	-0.560	-0.310
20.5	10.830	-1.060	-1.000
21.0	10.160	-1.340	-0.560
21.2	9.760	-2.000	-3.300
21.7	8.620	-2.280	-0.560
21.8	8.180	-4.400	-21.200
21.9	8.060	-1.200	32.000
22.0	8.240	1.800	30.000
23.0	6.380	-1.860	-3.660
24.0	2.870	-3.510	-1.650
25.0	2.36	-0.510	3.000

Con los resultados anteriores se grafica la curva de la segunda derivada, obteniéndose el punto de equivalencia, siendo este 21.84 mL, el punto de equivalencia es mostrado en color anaranjado en la figura N° 13.



**Figura N°12:** Curva de titulación ácido fuerte (HCl 0.108N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador fenolftaleína TS. El punto final de la titulación esta indicado en color morado (■).



**Figura N° 13:** Gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte (HCl 0.108N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador fenolftaleína TS. El punto de equivalencia de la titulación está indicado en color anaranjado (■).

**Cuadro N° 7:** Valores de pH en la titulación ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110N VS – NaOH 0.0996N VS) utilizando fenolftaleína TS como indicador para elaborar la curva de titulación ácido – base.

Volumen (mL) de Valorante ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ 0.110N VS)	Lectura de $\text{pH}_1$ de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de $\text{pH}_2$ de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de $\text{pH}_3$ de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Color Observado
0.0	12.94	12.96	12.95	Rosa
5.0	12.61	12.63	12.62	Rosa
10.0	12.51	12.53	12.52	Rosa
15.0	12.24	12.26	12.25	Rosa
20.0	10.69	10.71	10.70	Rosa
21.0	8.33	8.35	8.34	Incoloro
21.1	8.04	8.06	8.05	Incoloro
21.3	7.39	7.41	7.40	Incoloro
21.5	6.81	6.83	6.82	Incoloro
22.1	4.54	4.56	4.55	Incoloro
23.0	3.02	3.04	3.03	Incoloro
24.0	2.45	2.47	2.46	Incoloro
25.0	2.19	2.21	2.20	Incoloro

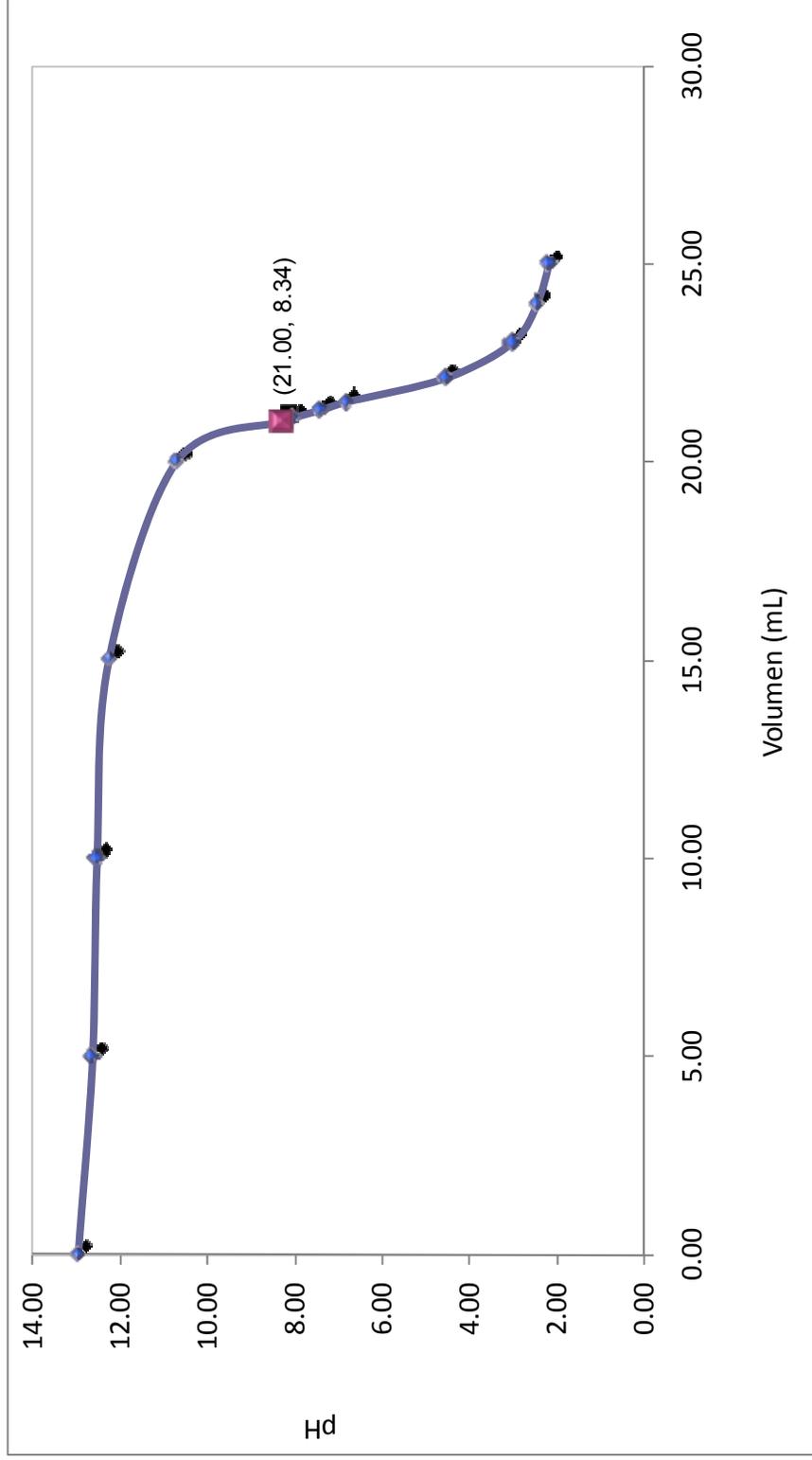
❖ Determinación del Punto Final

En la titulación se observó un color rosa al inicio de la titulación, el cual varía a medida que se le va adicionando valorante hasta llegar al punto final, donde se aprecia el viraje a incoloro (ver figura N°48), esto se dio a un volumen de 21.0 mL, a un pH promedio de 8.34, con los datos obtenidos se grafica la curva de titulación ácido - base, donde el eje horizontal representa el volumen de titulante y en el eje vertical representa el pH, aquí se observa un descenso brusco cerca del punto final y en esta región se produce el punto final mostrado en color morado en la figura N°14.

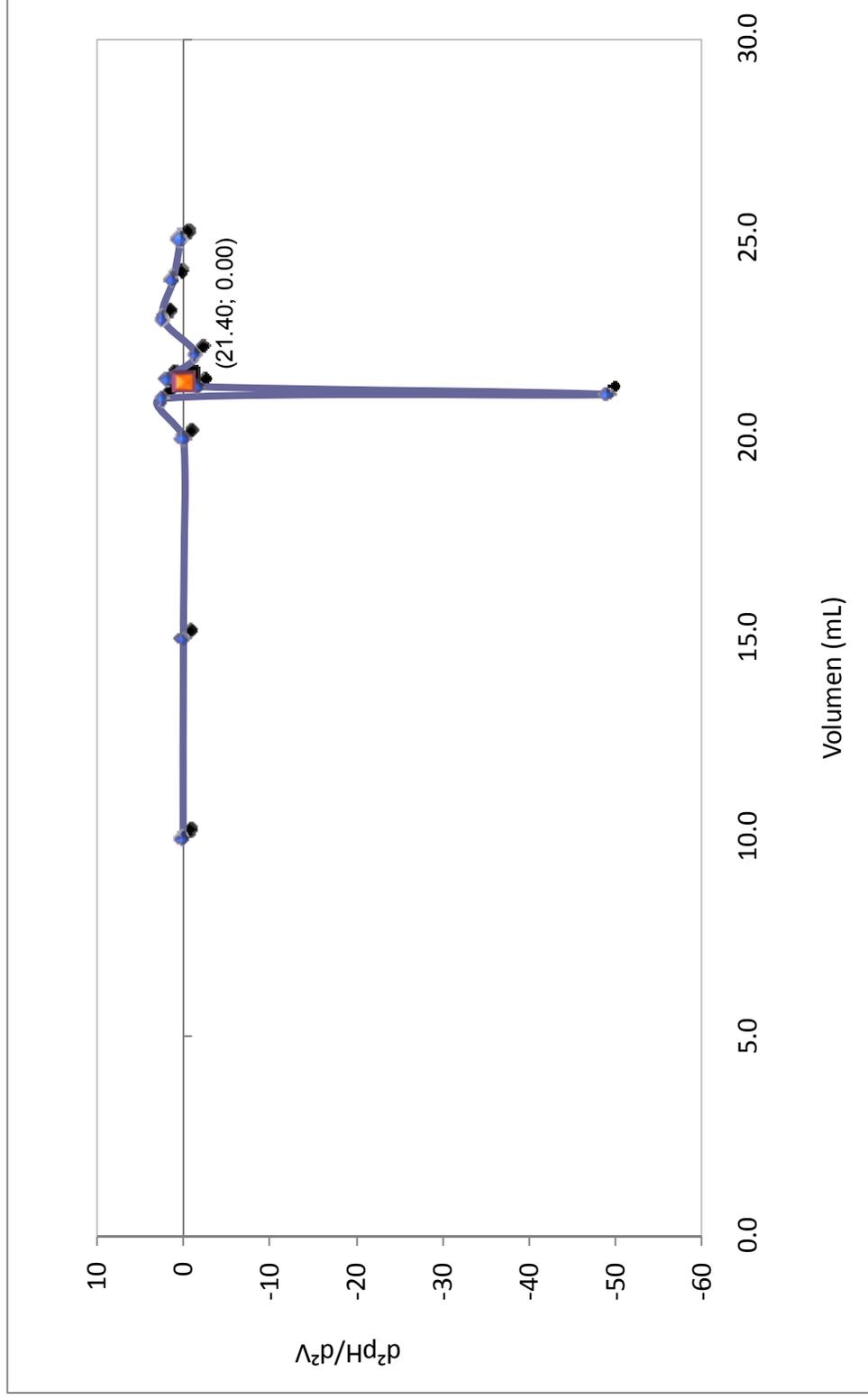
**Cuadro N° 8:** Datos para elaborar la grafica de la segunda derivada H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.110N VS - NaOH 0.0996 N VS utilizando fenolftaleína TS como indicador.

Volumen (mL) de Valorante (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0.110 N VS)	Lectura promedio de pH de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	dpH/dV	d <sup>2</sup> pH/d <sup>2</sup> V
0.0	12.950	-	-
5.0	12.620	-0.066	-
10.0	12.520	-0.020	0.009
15.0	12.250	-0.054	-0.007
20.0	10.700	-0.310	-0.051
21.0	8.340	2.000	2.310
21.1	8.050	-2.900	-49.000
21.3	7.400	-3.250	-1.750
21.5	6.820	-2.900	1.750
22.1	4.550	-3.783	-1.472
23.0	3.030	-1.689	2.327
24.0	2.460	-0.570	1.119
25.0	2.200	-0.260	0.310

Con los resultados anteriores se grafica la curva de la segunda derivada, obteniéndose el punto de equivalencia, siendo este 21.49 mL, esto indica que las moléculas del analito han reaccionado químicamente, determinándose así la cercanía del punto final con el punto de equivalencia. El punto de equivalencia es mostrado en color anaranjado en la figura N°15.



**Figura N° 14:** Curva de titulación ácido fuerte ( $H_2SO_4$  0.110N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) .  
 utilizando como indicador fenolftaleína TS. El punto de equivalencia de la titulación esta  
 indicado en color morado (■).



**Figura N° 15:** Gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte ( $H_2SO_4$  0.110N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador fenolftaleína TS. El punto de equivalencia de la titulación esta indicado en color anaranjado (■).

**Cuadro N°.9:** Valores de pH en la titulación  $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS - NaOH 0.0996N VS utilizando fenolftaleína TS como indicador para elaborar la curva de titulación ácido – base.

Volumen (mL) de Valorante ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ 0.1 N VS)	Lectura de pH <sub>1</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>2</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>3</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Color Observado
0,0	13,20	13,22	13,21	Rosa
5,0	13,16	13,18	13,17	Rosa
10,0	13,06	13,08	13,07	Rosa
15,0	12,88	12,90	12,89	Rosa
20,0	12,21	12,23	12,22	Rosa
22,5	10,28	10,30	10,29	Rosa
23,0	8,94	8,96	8,95	Incoloro
23,5	7,56	7,58	7,57	Incoloro
24,0	6,94	6,96	6,95	Incoloro
24,5	6,56	6,58	6,57	Incoloro
25,0	6,34	6,36	6,35	Incoloro

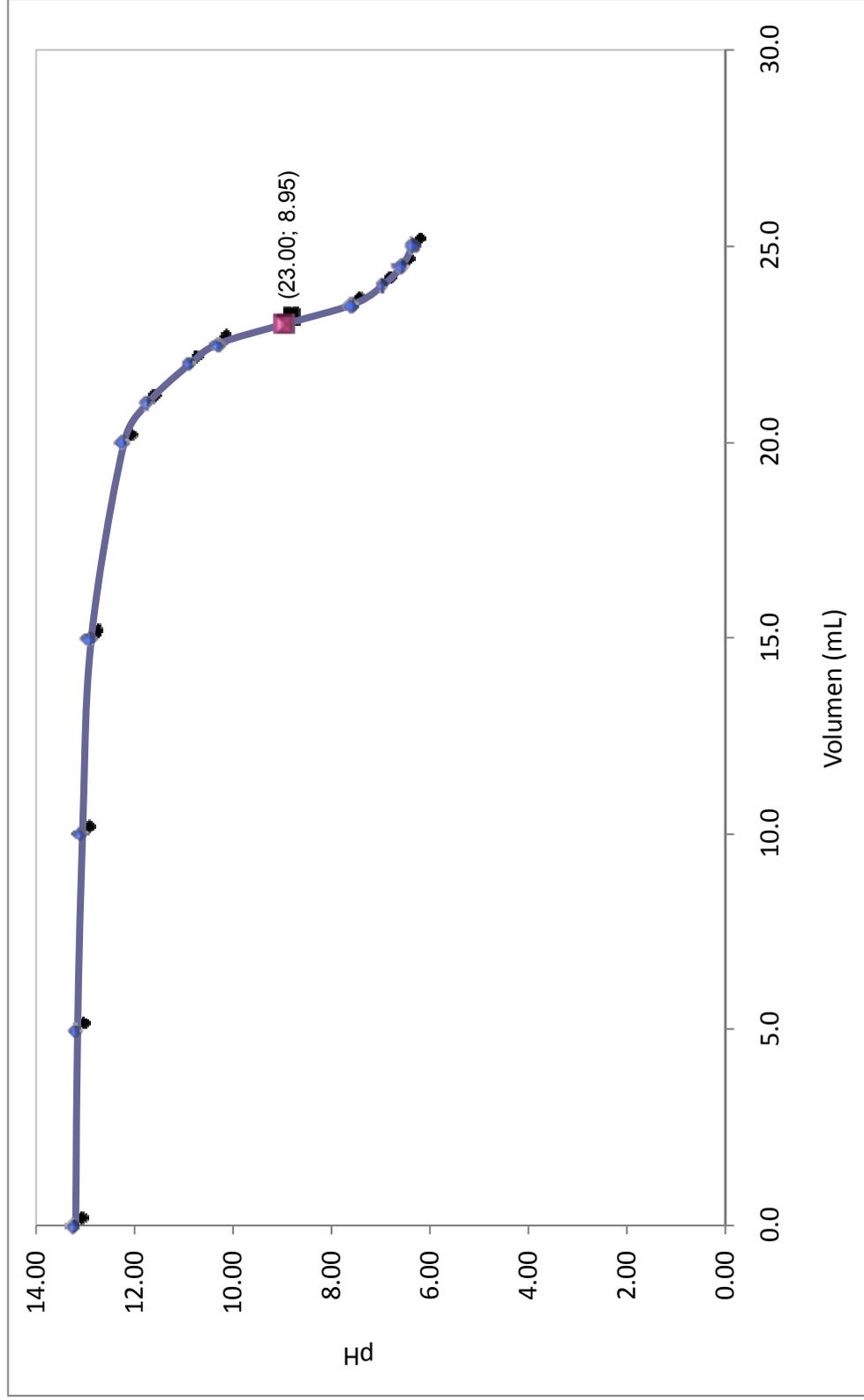
❖ **Determinación del Punto Final**

En la titulación se observó un color rosa al inicio de la titulación, el cual varía a medida que se le va adicionando valorante hasta llegar al punto final, donde se aprecia el viraje a incoloro (ver figura N°49 ), esto se dio a un volumen de 23.0 mL, a un pH promedio de 8.95, con los datos obtenidos se grafica la curva de titulación ácido - base, donde el eje horizontal representa el volumen de titulante y en el eje vertical representa el pH, aquí se observa un descenso brusco cerca del punto final y en esta región se produce el punto final mostrado en color morado en la figura N°16.

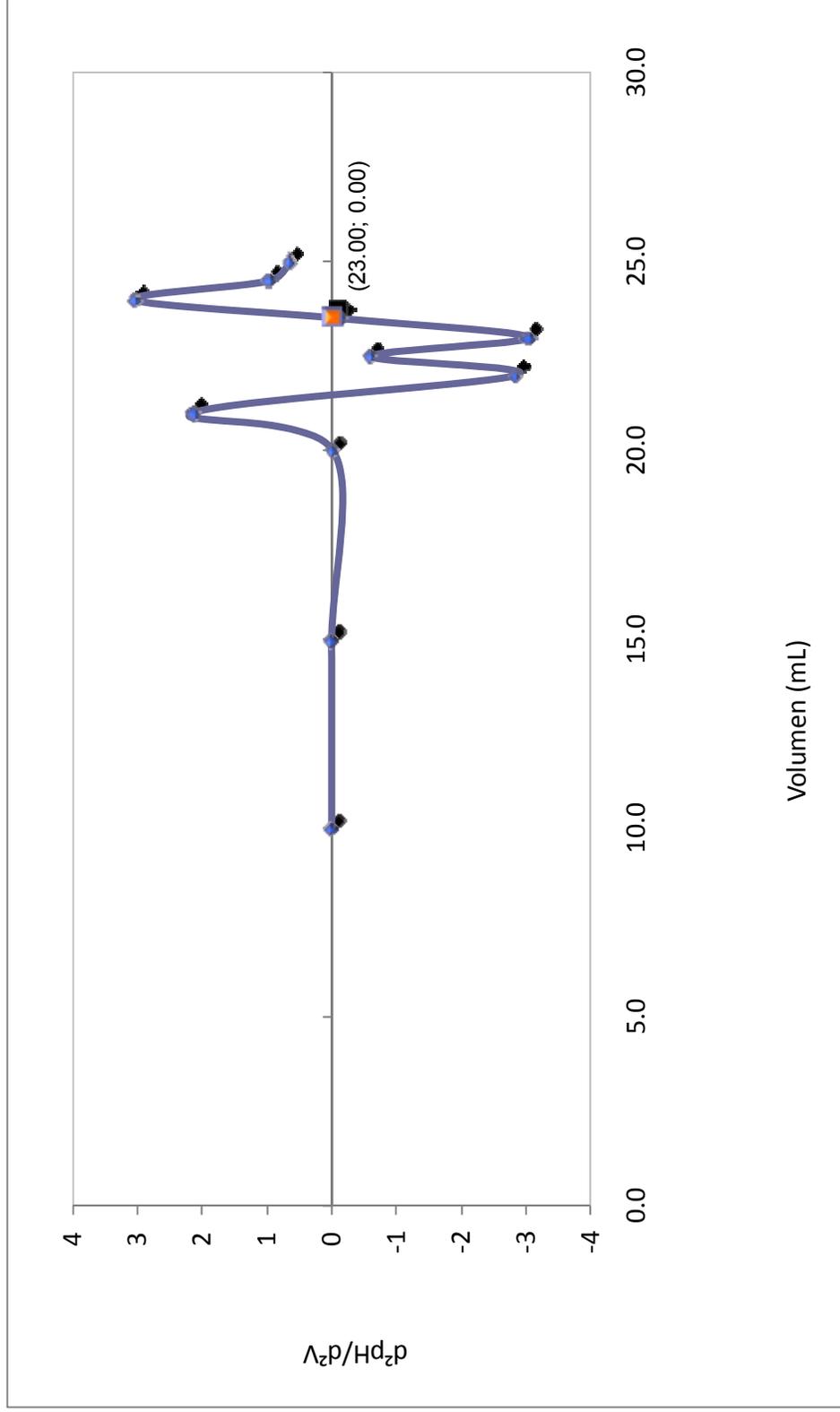
**Cuadro N° 10:** Datos para obtener la curva de la segunda derivada (CH<sub>3</sub>COOH 0.1N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando fenolftaleína TS como indicador.

Volumen (mL) de Valorante (CH <sub>3</sub> COOH 0.1 N VS)	Lectura promedio de pH de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	dpH/dV	d <sup>2</sup> pH/d <sup>2</sup> V
0.0	13.210	-	-
5.0	13.170	-0.008	-
10.0	13.070	-0.020	-0.002
15.0	12.890	-0.036	-0.003
20.0	12.220	-0.134	-0.020
22.5	10.290	-0.772	-0.255
23.0	8.950	-2.680	-3.816
23.5	7.570	-2.760	-0.160
24.0	6.950	-1.240	3.040
24.5	6.570	-0.760	0.960
25.0	6.350	-0.440	0.640

Con los resultados anteriores se grafica la curva de la segunda derivada, obteniéndose el punto de equivalencia, siendo este 23.0 mL, esto indica que las moléculas del analito han reaccionado químicamente, determinándose así la cercanía del punto final con el punto de equivalencia. El punto de equivalencia es mostrado en color anaranjado en la figura N° 17.



**Figura N° 16:** Curva de titulación ácido débil ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador fenolftaleína TS. El punto de equivalencia de la titulación esta indicado en color morado (■).



**Figura N° 17:** Gráfica de la segunda derivada de ácido débil ( $CH_3COOH$  0.1N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador fenolftaleína TS. El punto de equivalencia de la titulación esta indicado en color anaranjado (■).

**Cuadro N° 11:** Valores de pH en la titulación (HCl 0.108N - NaOH 0.0996 N) utilizando como indicador extracto etanólico de la *Fragaria vesca* (fresa), para elaborar la curva de titulación ácido – base.

Volumen (mL) de Valorante (HCl 0.108N VS)	Lectura de pH <sub>1</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>2</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>3</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Color Observado
0.0	13.01	13.03	13.02	Rojo
5.0	12.94	12.96	12.95	Rojo
10.0	12.78	12.80	12.79	Rojo
15.0	12.21	12.23	12.22	Rojo
20.0	8.29	8.31	8.30	Rojo
20.6	7.39	7.41	7.40	Rojo
20.8	7.32	7.34	7.33	Amarillo
20.9	7.22	7.24	7.23	Amarillo
21.0	7.14	7.16	7.15	Amarillo
21.5	6.59	6.61	6.60	Amarillo
22.0	5.84	5.86	5.85	Amarillo
23.0	3.88	3.86	3.87	Amarillo
24.0	2.89	2.87	2.88	Amarillo
25.0	2.39	2.41	2.40	Amarillo

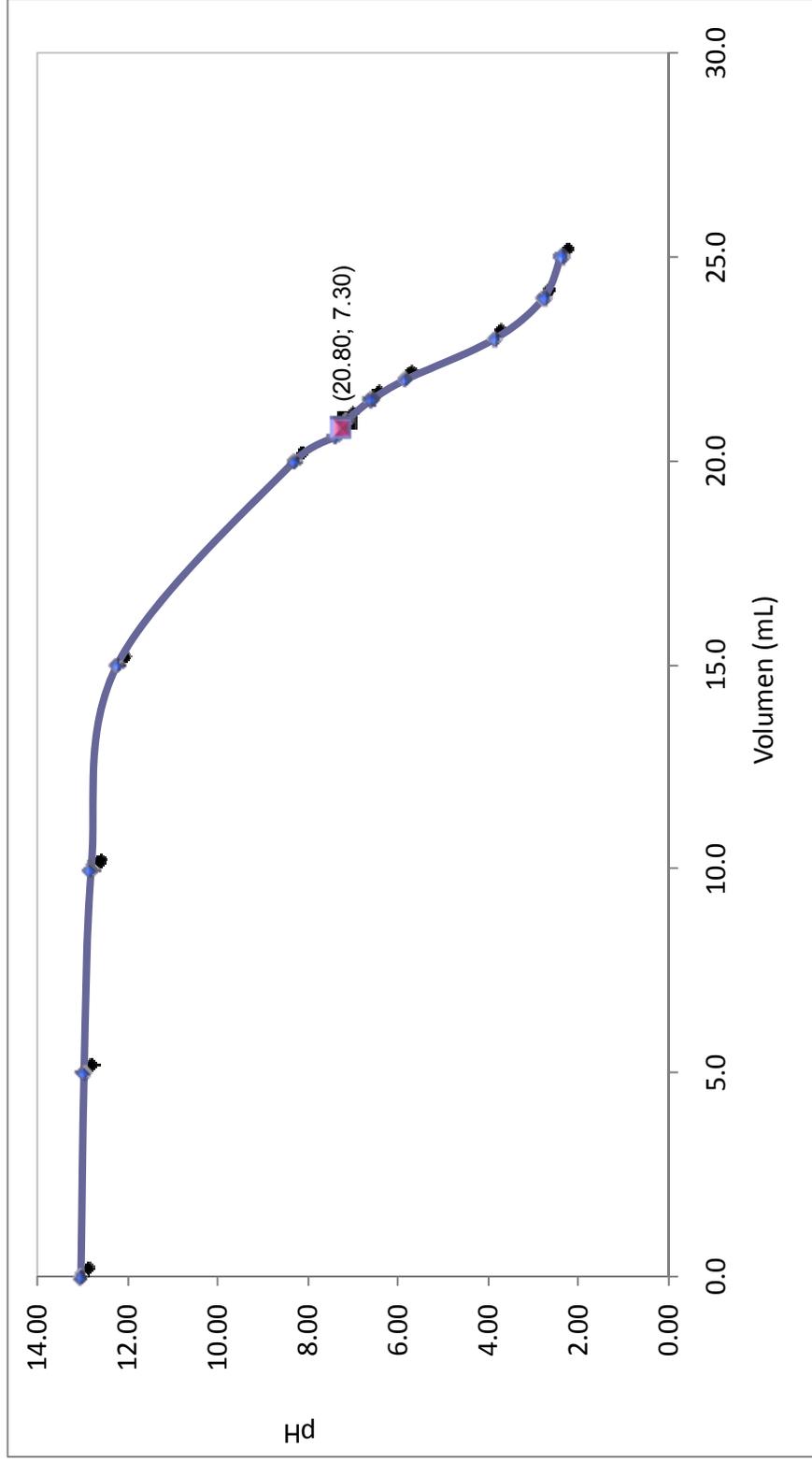
❖ Determinación del Punto Final.

En la titulación se observó un color rojo al inicio de la titulación, el cual varía a medida que se le va adicionando valorante hasta llegar al punto final, donde se aprecia el viraje de color amarillo (ver figura N°50), esto se dio a un volumen de 20.8 mL, a un pH promedio de 7.33, con los datos obtenidos se grafica la curva de titulación ácido - base, donde el eje horizontal representa el volumen de titulante y en el eje vertical representa el pH, aquí se observa un descenso brusco cerca del punto final y en esta región se produce el punto final mostrado en color morado en la figura N°18.

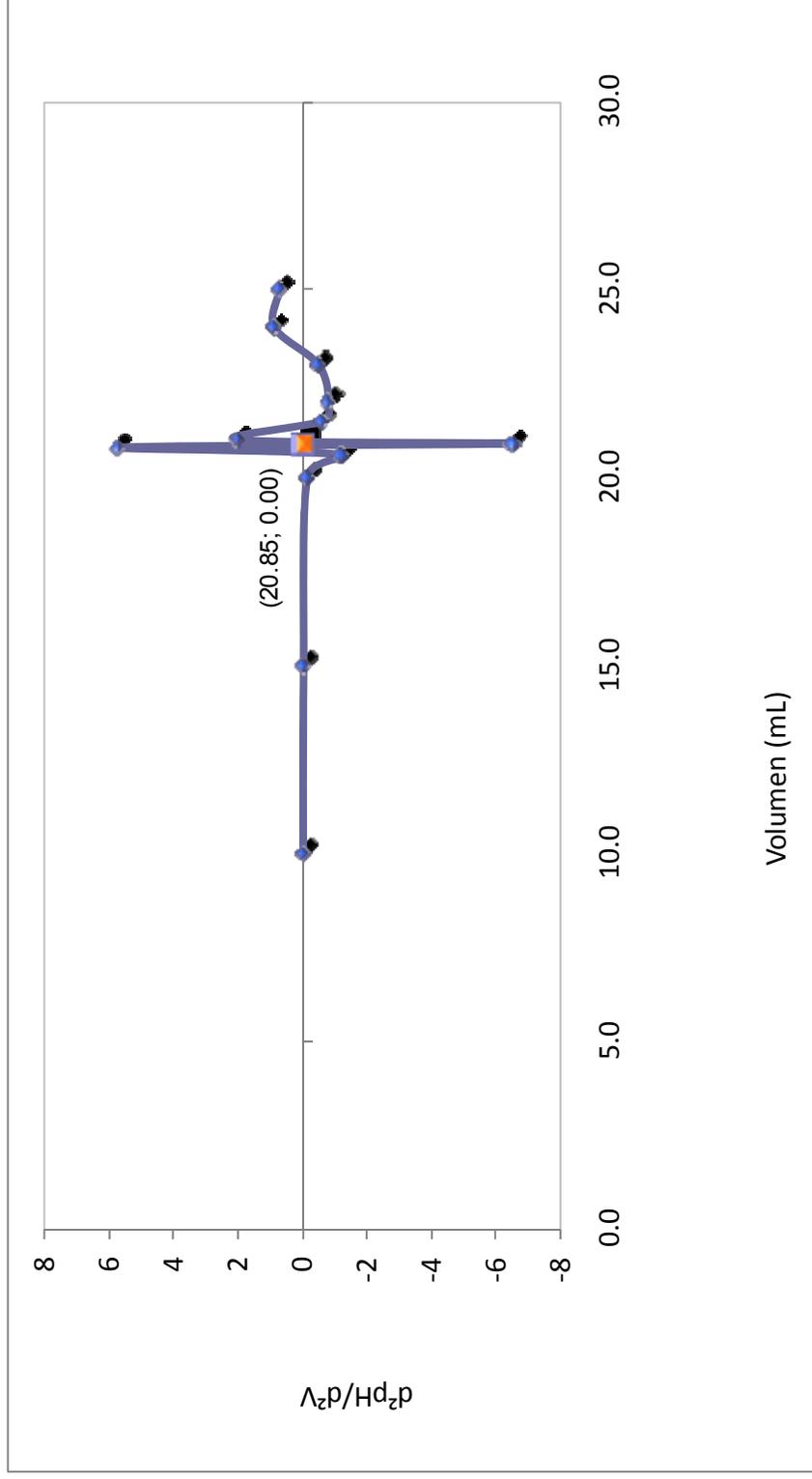
**Cuadro N°.12:** Datos para elaborar la gráfica de la segunda derivada (HCl 0.108N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando extracto etanólico de la *Fragaria vesca* (fresa) como indicador.

Volumen (mL) de Valorante (HCl 0.108 N VS)	Lectura promedio de pH de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	dpH/dV	d <sup>2</sup> pH/d <sup>2</sup> V
0.0	13.020	-	-
5.0	12.950	-0.014	-
10.0	12.790	-0.032	-0.004
15.0	12.220	-0.114	-0.016
20.0	8.300	-0.784	-0.134
20.6	7.400	-1.500	-1.193
20.8	7.330	-0.350	5.750
20.9	7.230	-1.000	-6.500
21.0	7.150	-0.800	2.000
21.5	6.600	-1.100	-0.600
22.0	5.850	-1.500	-0.800
23.0	3.870	-1.980	-0.480
24.0	2.780	-1.090	0.890
25.0	2.400	-0.380	0.710

Con los resultados anteriores se grafica la curva de la segunda derivada, obteniéndose el punto de equivalencia, siendo este 20.85 mL, esto indica que las moléculas del analito han reaccionado químicamente, determinándose así la cercanía del punto final con el punto de equivalencia. El punto de equivalencia es mostrado en color anaranjado en la figura N° 19.



**Figura N° 18:** Curva de titulación ácido fuerte (HCl 0.108N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Fragaria vesca*. El punto final de la titulación esta indicado en color morado (■).



**Figura N° 19:** Gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte (HCl 0.108N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de **Fragaria vesca**. El punto de equivalencia de la titulación está indicado en color anaranjado (■).

**Cuadro N°13:** Valores de pH en la titulación ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110 N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador extracto etanólico de la *Fragaria vesca* (fresa) para elaborar la curva de titulación ácido - base.

Volumen (mL) de Valorante ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ 0.110N VS)	Lectura de pH <sub>1</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>2</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>3</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Color Observado
0.0	12.306	12.308	12.307	Rojo
5.0	12.140	12.142	12.141	Rojo
10.0	11.879	11.881	11.880	Rojo
15.5	11.453	11.455	11.454	Rojo
20.0	10.049	10.051	10.050	Rojo
21.0	8.788	8.790	8.789	Rojo
22.0	6.630	6.632	6.631	Amarillo
23.0	5.649	5.66	5.65	Amarillo
24.0	4.854	4.856	4.855	Amarillo
25.0	4.154	4.156	4.155	Amarillo

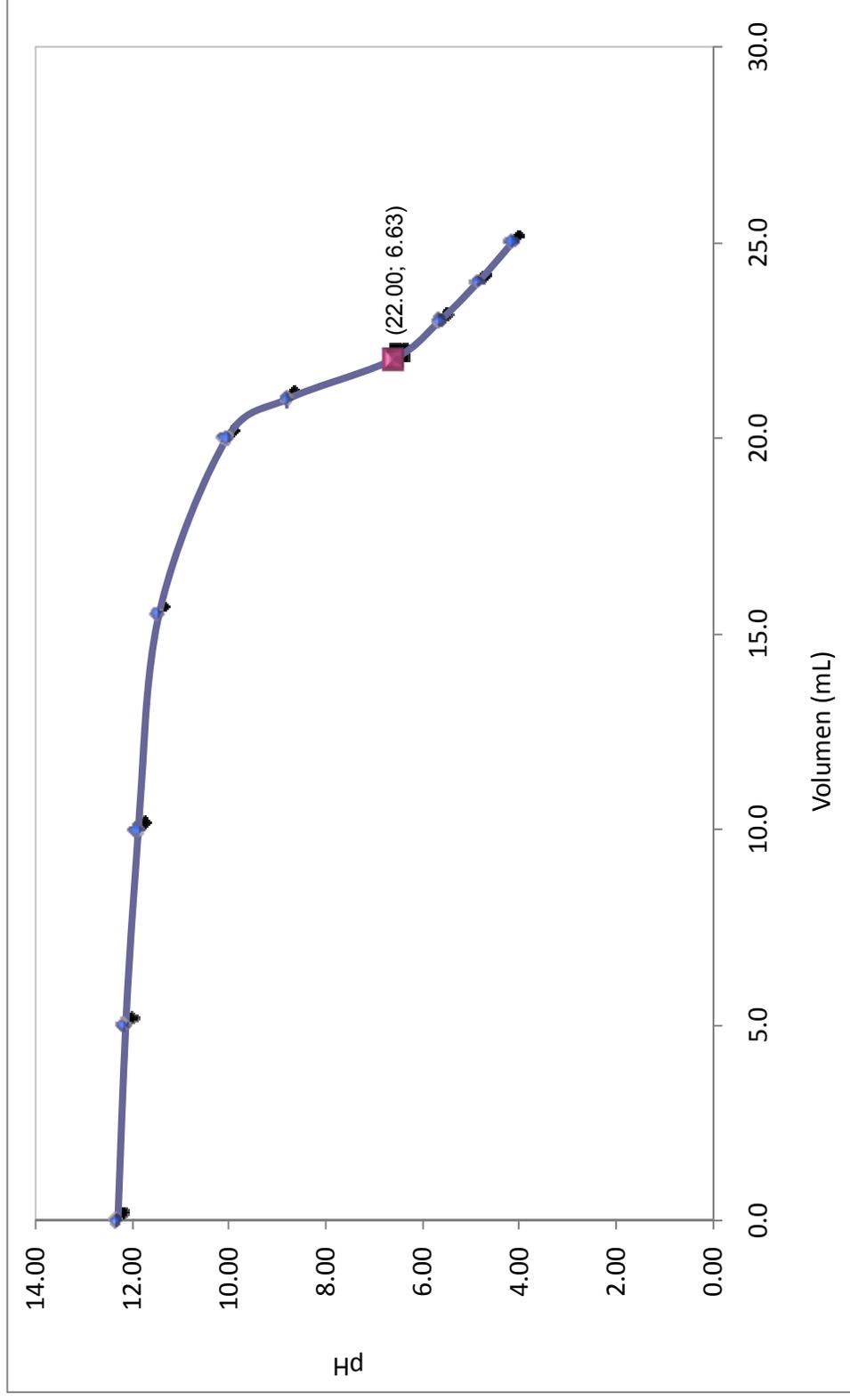
#### ❖ Determinación del Punto Final

En la titulación se observó un color rojo al inicio de la titulación, el cual varía a medida que se le va adicionando valorante hasta llegar al punto final, donde se aprecia el viraje de color amarillo (ver figura N°51), esto se dio a un volumen de 22.0 mL, a un pH promedio de 6.63, con los datos obtenidos se grafica la curva de titulación ácido - base, donde el eje horizontal representa el volumen de titulante y en el eje vertical representa el pH, aquí se observa un descenso brusco cerca del punto final y en esta región se produce el punto final mostrado en color morado en la figura N°20.

**Cuadro N° 14:** Datos para elaborar la gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte (ácido sulfúrico 0.110N VS) - base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando extracto etanólico de la *Fragaria vesca* (fresa) como indicador.

Volumen (mL) de Valorante (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0.110 N VS)	Lectura promedio de pH de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	dpH/dV	d <sup>2</sup> pH/d <sup>2</sup> V
0.0	12.307	-	-
5.0	12.141	-0.033	-
10.0	11.880	-0.052	-0.004
15.5	11.454	-0.077	-0.005
20.0	10.050	-0.312	-0.052
21.0	8.789	-1.261	-0.949
22.0	6.631	-2.158	-0.897
23.0	5.650	-0.981	1.177
24.0	4.855	-0.795	0.186
25.0	4.155	-0.700	0.095

Con los resultados anteriores se grafica la curva de la segunda derivada, obteniéndose el punto de equivalencia, siendo este 21.89 mL, esto indica que las moléculas del analito han reaccionado químicamente, determinándose así la cercanía del punto final con el punto de equivalencia. El punto de equivalencia es mostrado en color anaranjado en la figura N°21.



**Figura N° 20:** Curva de titulación ácido fuerte ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Fragaria vesca*. El punto de equivalencia de la titulación esta indicado en color morado (■).



**Figura N° 21:** Gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte ( $H_2SO_4$  0.110N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Fragaria vesca*. El punto de equivalencia de la titulación esta indicado en color anaranjado (■).

**Cuadro N° 15:** Valores de pH en la titulación (ácido acético 0.1N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de la *Fragaria vesca* (fresa) para elaborar la curva de titulación ácido – base.

Volumen (mL) de Valorante (CH <sub>3</sub> COOH 0.1N VS)	Lectura de pH <sub>1</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>2</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>3</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Color Observado
0.0	13.119	13.121	13.120	Rojo
5.0	13.089	13.091	13.090	Rojo
10.0	12.909	12.911	12.910	Rojo
15.0	12.539	12.541	12.540	Rojo
16.0	12.389	12.391	12.390	Rojo
17.0	12.149	12.151	12.150	Rojo
18.0	11.809	11.811	11.810	Rojo
19.0	11.209	11.211	11.210	Rojo
20.0	10.501	10.503	10.500	Rojo
21.0	9.501	9.503	9.500	Rojo
21.5	8.411	8.413	8.410	Amarillo
22.0	8.119	8.121	8.120	Amarillo
22.5	7.569	7.571	7.570	Amarillo
23.0	7.089	7.091	7.090	Amarillo
23.5	6.649	6.651	6.650	Amarillo
24.0	6.479	6.481	6.480	Amarillo
25.0	6.001	6.003	6.000	Amarillo
26.0	5.761	5.763	5.760	Amarillo
27.0	5.579	5.581	5.580	Amarillo
28.0	5.439	5.441	5.440	Amarillo
29.0	5.339	5.341	5.340	Amarillo
30.0	5.259	5.261	5.260	Amarillo

❖ Determinación del Punto Final

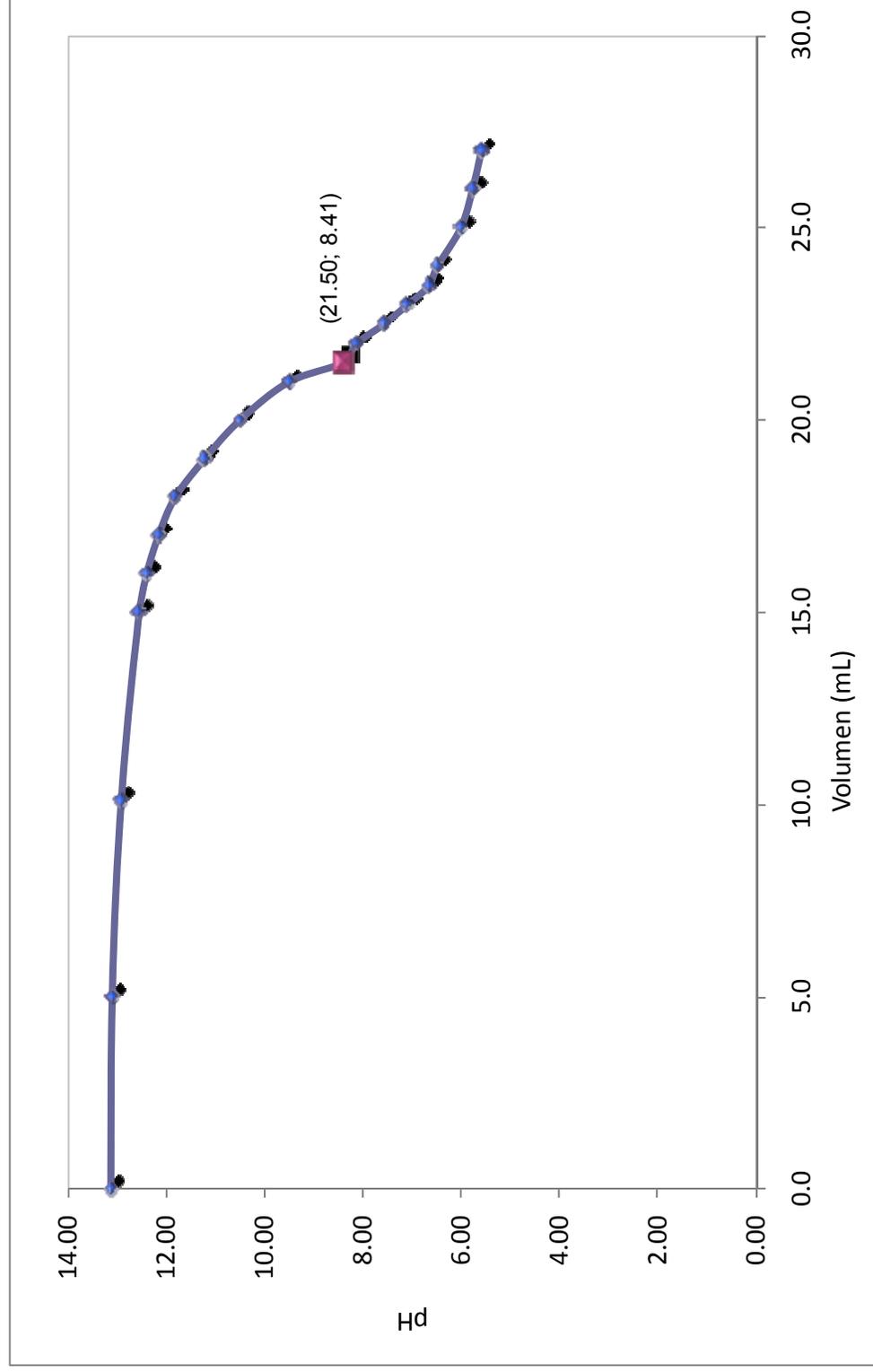
En la titulación se observó un color rojo al inicio, y varía a medida que se adiciona el valorante hasta llegar al punto final, donde se aprecia el viraje de color amarillo (ver figura N°52), esto se dio a un volumen de 21.5 mL, a un pH promedio de 8.41, luego se grafica la curva de titulación ácido - base, donde se observa un descenso brusco de pH y en esta región se produce el punto final,

mostrado en color morado en la figura N°22.

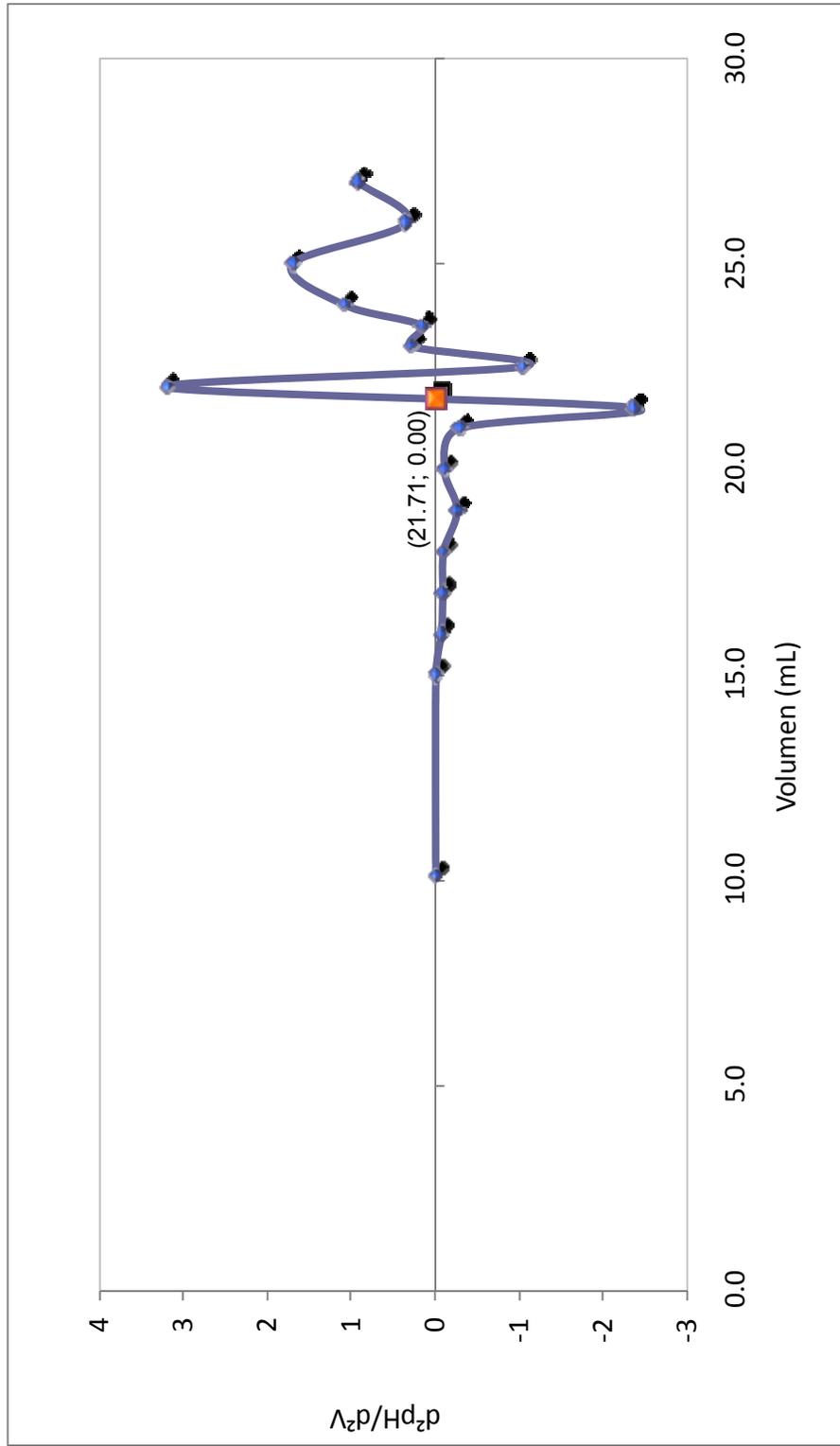
**Cuadro N° 16:** Datos para obtener la gráfica de la segunda derivada (ácido acético 0.1N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando extracto etanólico de la *Fragaria vesca* (fresa) como indicador.

Volumen (mL) de Valorante (CH <sub>3</sub> COOH 0.1 N VS)	Lectura promedio de pH de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	dpH/dV	d <sup>2</sup> pH/d <sup>2</sup> V
0.0	13.120	-	-
5.0	13.090	-0.006	-
10.1	12.910	-0.035	-0.006
15.0	12.540	-0.076	-0.008
16.0	12.390	-0.150	-0.074
17.0	12.150	-0.240	-0.090
18.0	11.810	-0.340	-0.100
19.0	11.210	-0.600	-0.260
20.0	10.500	-0.710	-0.110
21.0	9.500	-1.000	-0.290
21.5	8.410	-2.180	-2.360
22.0	8.120	-0.580	3.200
22.5	7.570	-1.100	-1.040
23.0	7.090	-0.960	0.280
23.5	6.650	-0.880	0.160
24.0	6.480	-0.340	1.080
25.0	6.000	-0.480	1.700
26.0	5.760	-0.240	0.340
27.0	5.580	-0.180	0.920
28.0	5.44	-0.140	0.820
29.0	5.34	-0.100	0.780
30.0	5.26	-0.080	0.260

Se grafica la curva de la segunda derivada, obteniéndose el punto de equivalencia, de 21.71 mL, el cual es mostrado en color anaranjado en la figura N°23.



**Figura N° 22:** Curva de titulación Acido débil ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS) – Base fuerte ( $\text{NaOH}$  0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Fragaria vesca*. El punto de equivalencia de la titulación esta indicado en color morado (■).



**Figura N° 23:** Gráfica de la segunda derivada de ácido débil ( $CH_3COOH$  0.1N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Fragaria vesca*. El punto de equivalencia de la titulación esta indicado en color anaranjado (■).

**Cuadro N°17:** Valores de pH en la titulación (HCl 0.108N VS - NaOH 0.0996 N VS) utilizando como indicador extracto etanólico de la *Vitis vinifera* (uva roja) para elaborar la curva de titulación ácido – base.

Volumen (mL) de Valorante (HCl 0.108 N VS)	Lectura de pH <sub>1</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>2</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>3</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Color Observado
0.0	12.719	12.721	12.72	Verde
5.0	12.779	12.781	12.780	Verde
10.0	12.639	12.641	12.640	Verde
15.0	12.329	12.331	12.330	Verde
16.0	12.289	12.291	12.290	Verde
17.0	12.201	12.203	12.200	verde
18.0	12.059	12.061	12.060	Verde
19.0	11.669	11.671	11.670	Verde
20.0	10.909	10.911	10.910	Verde
21.0	9.439	9.441	9.440	Verde
22.0	7.669	7.671	7.670	Verde
22.5	6.479	6.481	6.480	Verde
23.0	3.689	3.691	3.690	Rosa
23.5	3.249	3.251	3.250	Rosa
24.0	2.849	2.851	2.850	Rosa

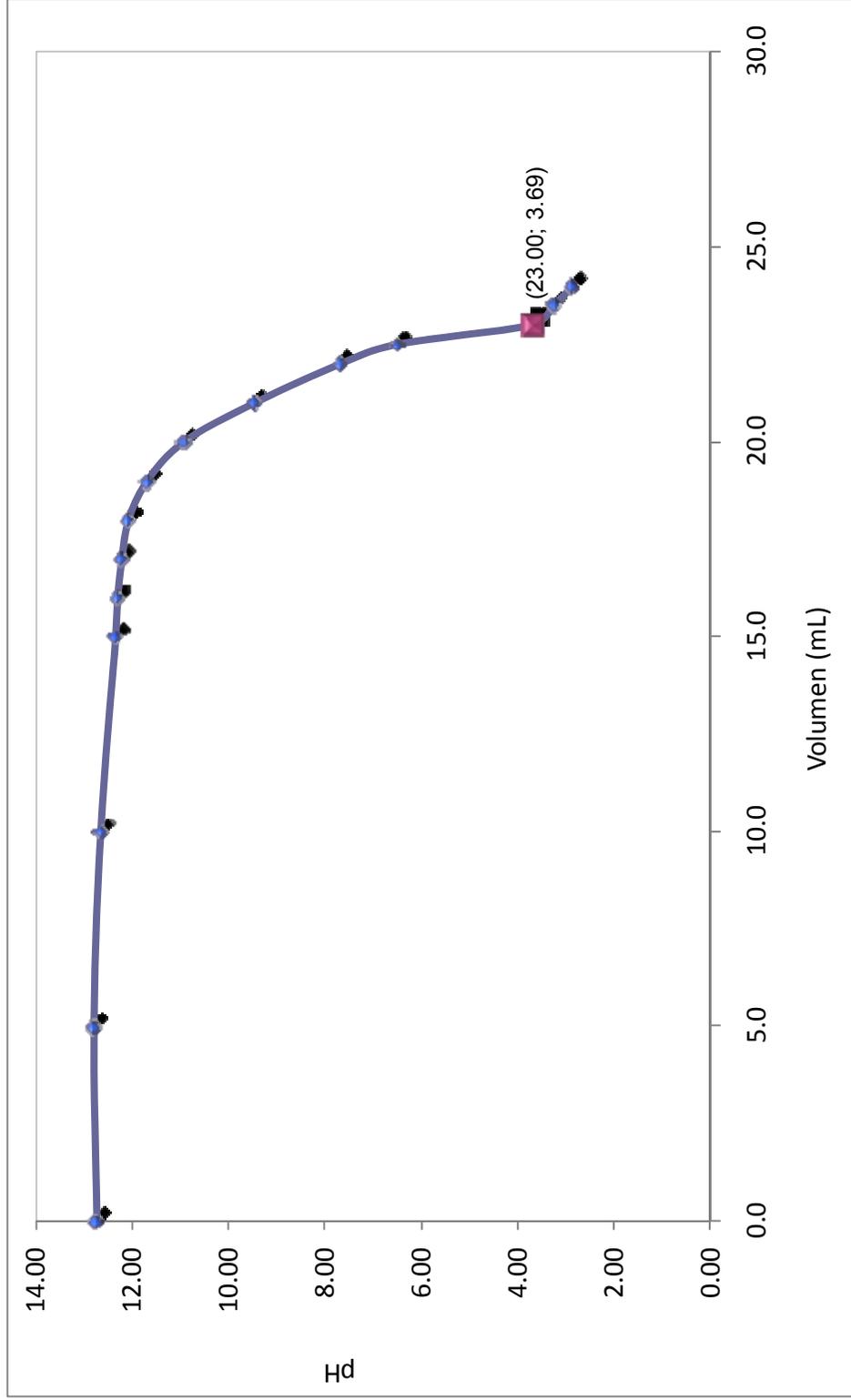
#### ❖ Determinación del Punto Final

En la titulación se observó un color verde al inicio de la titulación, el cual varía a medida que se le va adicionando valorante hasta llegar al punto final, donde se aprecia el viraje de color rosa (ver figura N°53 ), esto se dio a un volumen de 23.0 mL, a un pH promedio de 3.69, con los datos obtenidos se grafica la curva de titulación ácido - base, donde el eje horizontal representa el volumen de titulante y en el eje vertical representa el pH, aquí se observa un descenso brusco cerca del punto final y en esta región se produce el punto final mostrado en color morado en la figura N°24.

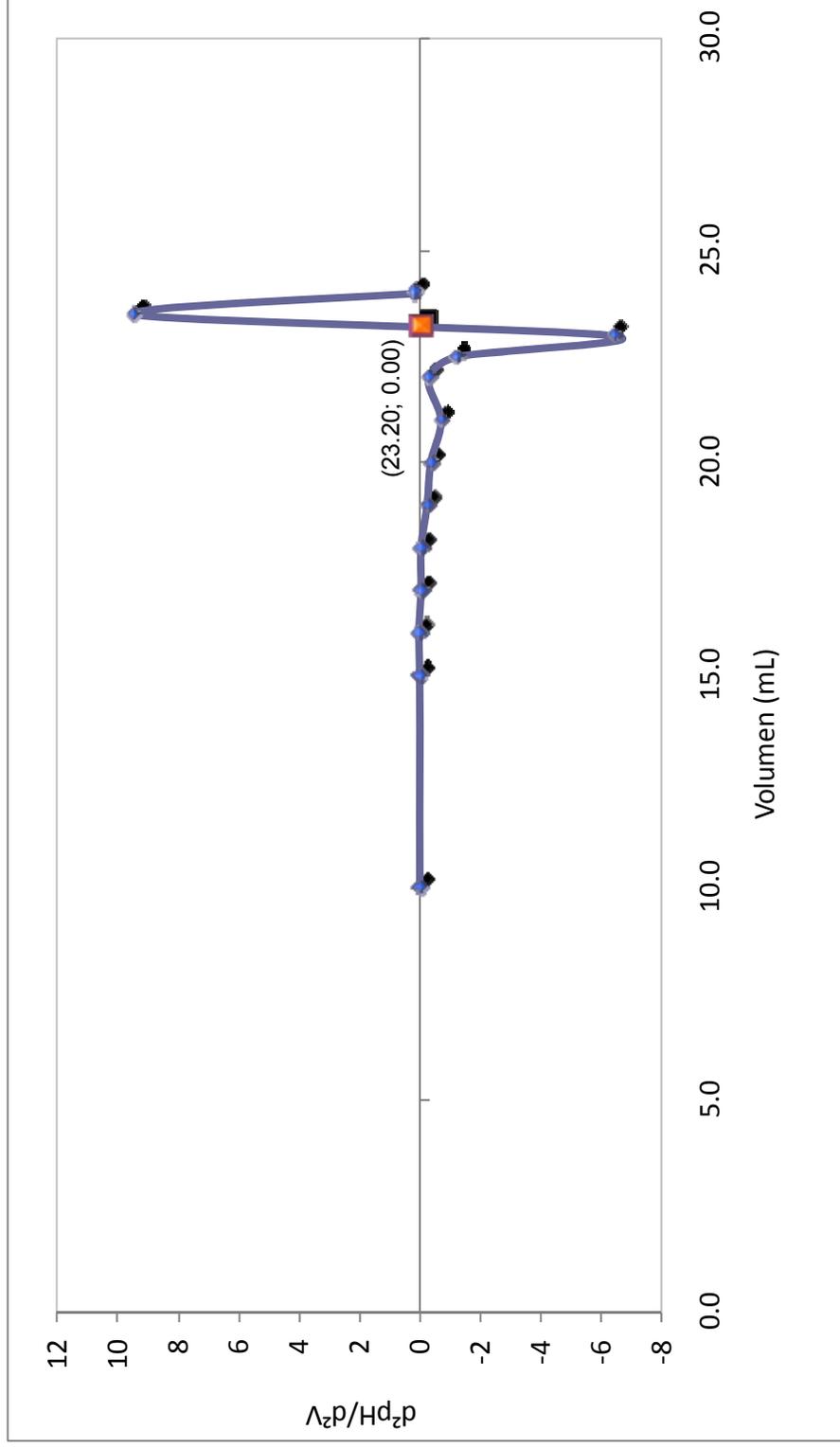
**Cuadro N°18:** Datos para elaborar la gráfica de la segunda derivada HCl 0.108N VS-NaOH 0.0996N VS) utilizando extracto etanólico de la *Vitis vinifera* (uva roja) como indicador.

Volumen (mL) de Valorante (HCl 0.108 N VS)	Lectura promedio de pH de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	dpH/dV	d <sup>2</sup> pH/d <sup>2</sup> V
0.0	12.720	-	-
5.0	12.780	0.012	-
10.0	12.640	-0.028	-0.008
15.0	12.330	-0.062	-0.007
16.0	12.290	-0.040	0.022
17.0	12.200	-0.090	-0.050
18.0	12.060	-0.140	-0.050
19.0	11.670	-0.390	-0.250
20.0	10.910	-0.760	-0.370
21.0	9.440	-1.470	-0.710
22.0	7.670	-1.770	-0.300
22.5	6.480	-2.380	-1.220
23.0	3.690	-5.580	-6.400
23.5	3.250	-0.880	9.400
24.0	2.850	-0.800	0.160

Con los resultados anteriores se grafica la curva de la segunda derivada, obteniéndose el punto de equivalencia, siendo este 23.2 mL, esto indica que las moléculas del analito han reaccionado químicamente, determinándose así la cercanía del punto final con el punto de equivalencia. El punto de equivalencia es mostrado en color anaranjado en la figura N°25.



**Figura N° 24:** Curva de titulación ácido fuerte (HCl 0.108N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Vitis vinífera*. El punto final de la titulación esta indicado en color morado (■).



**Figura N° 25:** Gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte (HCl 0.108N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Vitis vinifera*. El punto de equivalencia de la titulación esta indicado en color anaranjado (■).

**Cuadro N°19:** Valores de pH en la titulación ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de la *Vitis vinifera* (uva roja) para elaborar la curva de titulación ácido – base.

Volumen (mL) de Valorante ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ 0.110N VS)	Lectura de pH <sub>1</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>2</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>3</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Color Observado
0.0	12.41	12.43	12.42	Verde
5.0	12.41	12.43	12.42	Verde
10.0	12.33	12.35	12.34	verde
15.0	11.85	11.87	11.86	verde
20.0	8.57	8.59	8.58	Verde
21.0	7.13	7.15	7.14	Verde
21.5	5.32	5.34	5.33	Rosa
22.0	3.51	3.53	3.52	Rosa
22.5	3.05	3.07	3.06	Rosa
23.0	2.69	2.71	2.70	Rosa
23.5	2.54	2.56	2.55	Rosa
24.0	2.39	2.41	2.40	Rosa
25.0	2.13	2.15	2.14	Rosa

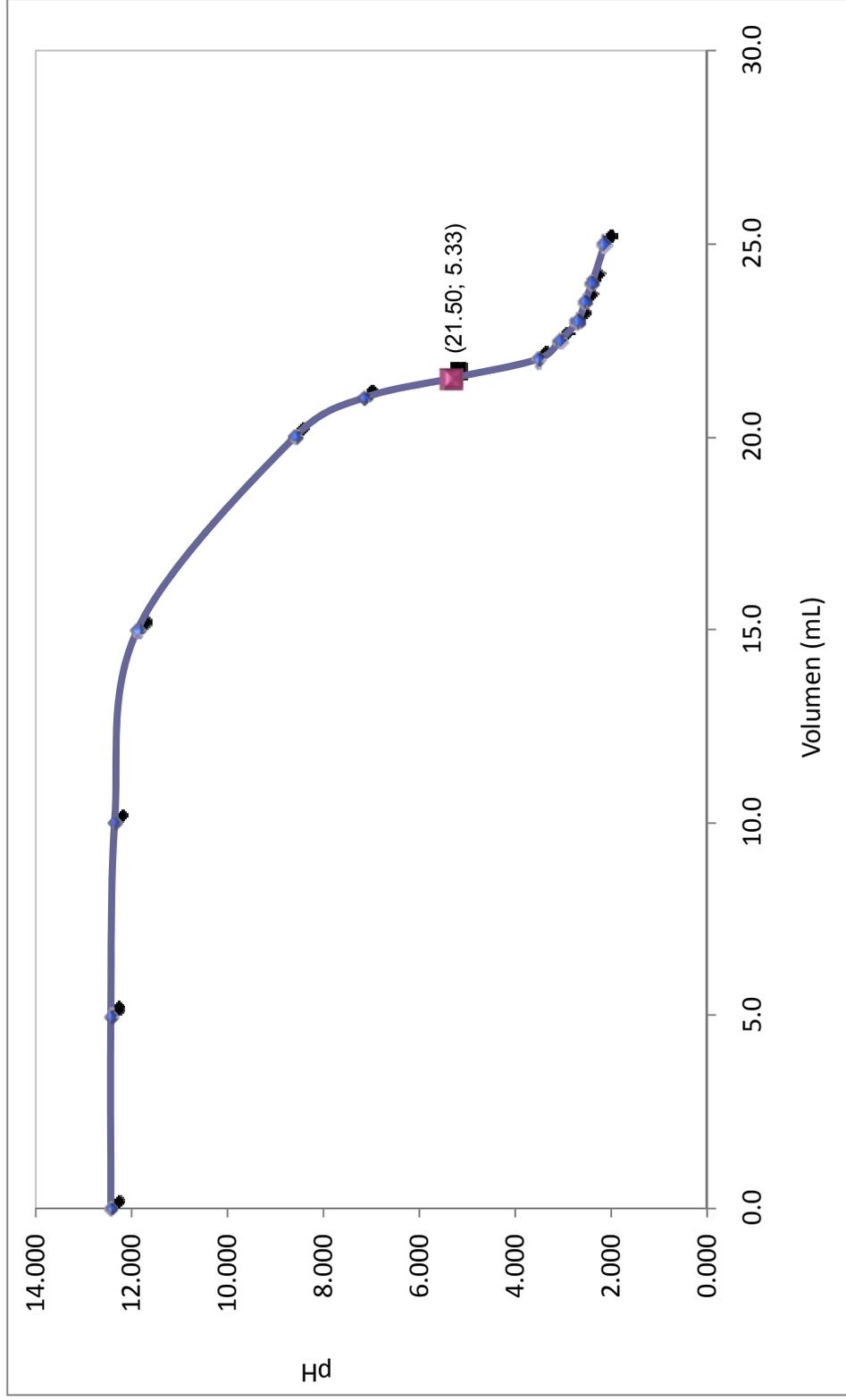
#### ❖ Determinación del Punto Final

En la titulación se observó un color verde al inicio de la titulación, el cual varía a medida que se le va adicionando valorante hasta llegar al punto final, donde se aprecia el viraje de color rosa (ver figura N°54), esto se dio a un volumen de 21.5 mL, a un pH promedio de 5.33, con los datos obtenidos se grafica la curva de titulación ácido - base, donde el eje horizontal representa el volumen de titulante y en el eje vertical representa el pH, aquí se observa un descenso brusco cerca del punto final y en esta región se produce el punto final mostrado en color morado en la figura N°26.

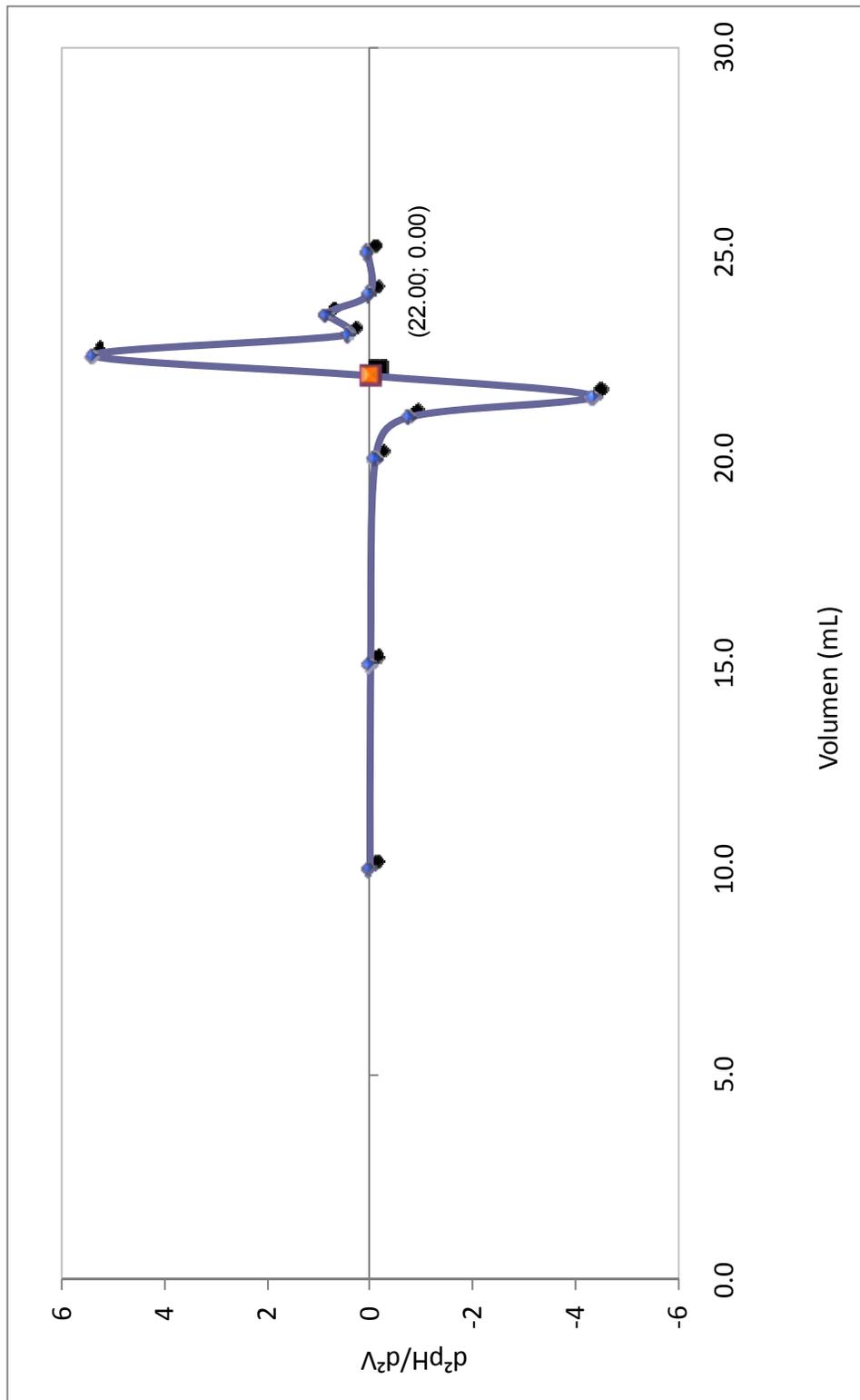
**Cuadro N° 20:** Datos para elaborar la gráfica de la segunda derivada de la titulación de ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando extracto etanólico de la *vitis vinifera* (uva roja) como indicador.

Volumen (mL) de Valorante ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ 0.110 N VS)	Lectura promedio de pH de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	dpH/dV	d <sup>2</sup> pH/d <sup>2</sup> V
0.0	12.420	-	-
5.0	12.420	0.000	-
10.0	12.340	-0.016	-0.003
15.0	11.860	-0.096	-0.016
20.0	8.580	-0.656	-0.112
21.0	7.140	-1.440	-0.784
21.5	5.330	-3.620	-4.360
22.0	3.520	-3.620	0.000
22.5	3.060	-0.920	5.400
23.0	2.700	-0.720	0.400
23.5	2.550	-0.300	0.840
24.0	2.400	-0.300	0.000
25.0	2.140	-0.260	0.040

Con los resultados anteriores se grafica la curva de la segunda derivada, obteniéndose el punto de equivalencia, siendo este 22.0 mL, esto indica que las moléculas del analito han reaccionado químicamente, determinándose así la cercanía del punto final con el punto de equivalencia. El punto de equivalencia es mostrado en color anaranjado en la figura N°27.



**Figura N° 26:** Curva de titulación ácido fuerte ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Vitis vinífera*. El punto de equivalencia de la titulación esta indicado en color morado (■).



**Figura N° 27:** Gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte ( $H_2SO_4$  0.110N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Vitis vinifera*. El punto de equivalencia de la titulación esta indicado en color anaranjado (■).

**Cuadro N° 21:** Valores de pH en la titulación ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de la *Vitis vinífera* (uva roja) para elaborar la curva de titulación ácido –base.

Volumen (mL) de Valorante ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ 0.1 N VS)	Lectura de pH <sub>1</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>2</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>3</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Color Observado
0.0	12.96	12.98	12.97	Verde
5.0	12.95	12.97	12.96	Verde
10.0	12.83	12.85	12.84	Verde
15.0	12.55	12.57	12.56	Verde
16.0	12.46	12.47	12.45	Verde
17.0	12.30	12.32	12.31	Verde
18.0	12.11	12.13	12.12	Verde
19.0	11.81	11.83	11.82	Verde
20.0	11.33	11.35	11.34	Verde
21.0	10.60	10.62	10.61	Verde
21.5	10.07	10.09	10.08	Verde
22.0	9.05	9.07	9.06	Verde
22.5	7.95	7.97	7.96	Rosa
22.6	7.89	7.91	7.90	Rosa
23.0	7.47	7.49	7.48	Rosa
23.5	6.92	6.94	6.93	Rosa
24.0	6.62	6.64	6.63	Rosa
24.5	6.39	6.41	6.40	Rosa
25.0	6.23	6.25	6.24	Rosa

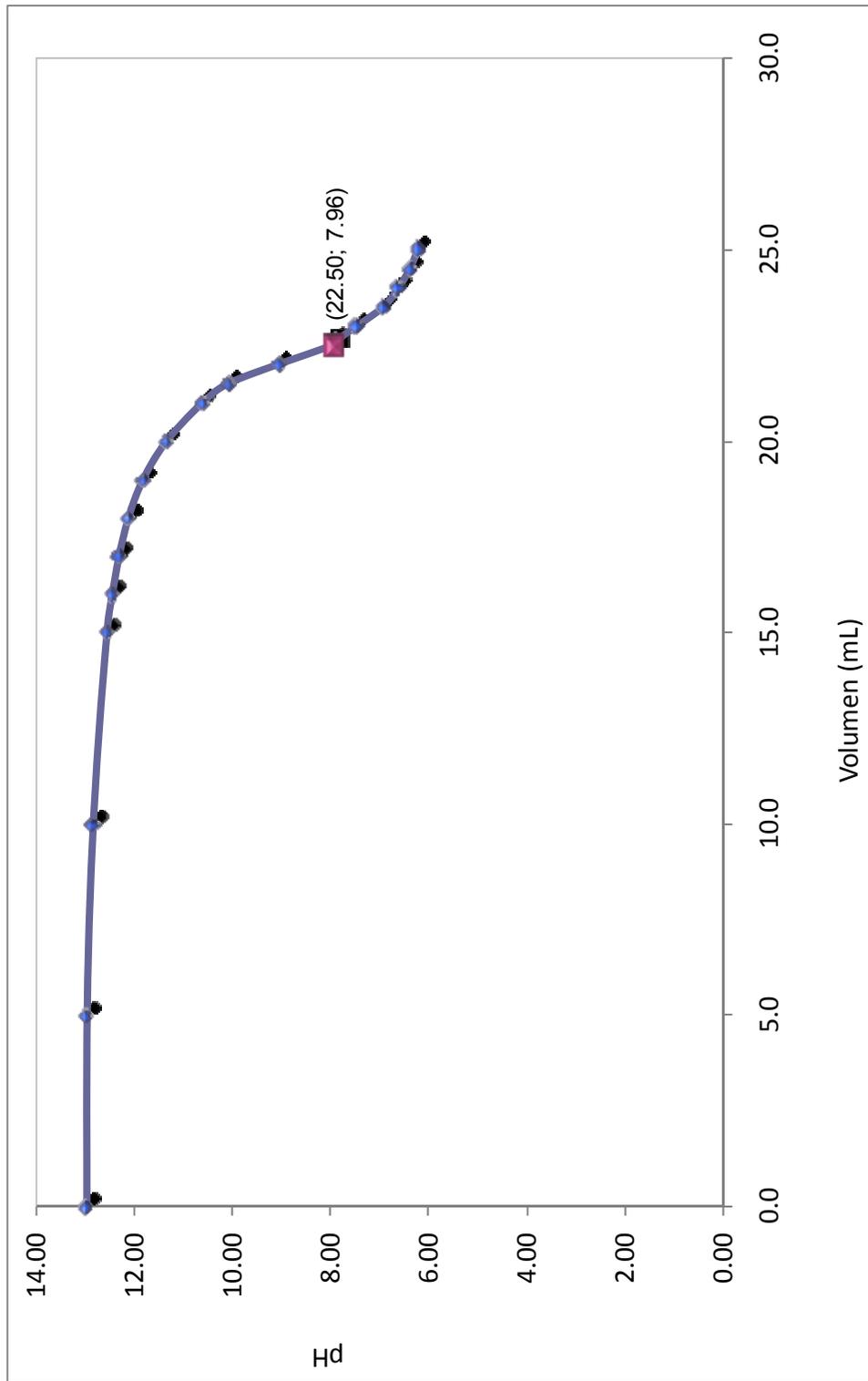
❖ Determinación del Punto Final.

En la titulación se observó un color verde, que varía hasta llegar al punto final, donde se aprecia el viraje de color rosa (ver figura N°55), esto se dio a un volumen de 21.5 mL, a un pH promedio de 5.33, con los datos obtenidos se grafica la curva de titulación ácido - base, aquí se observa un descenso brusco cerca del punto final y en esta región se produce el punto final mostrado en color morado en la figura N°28.

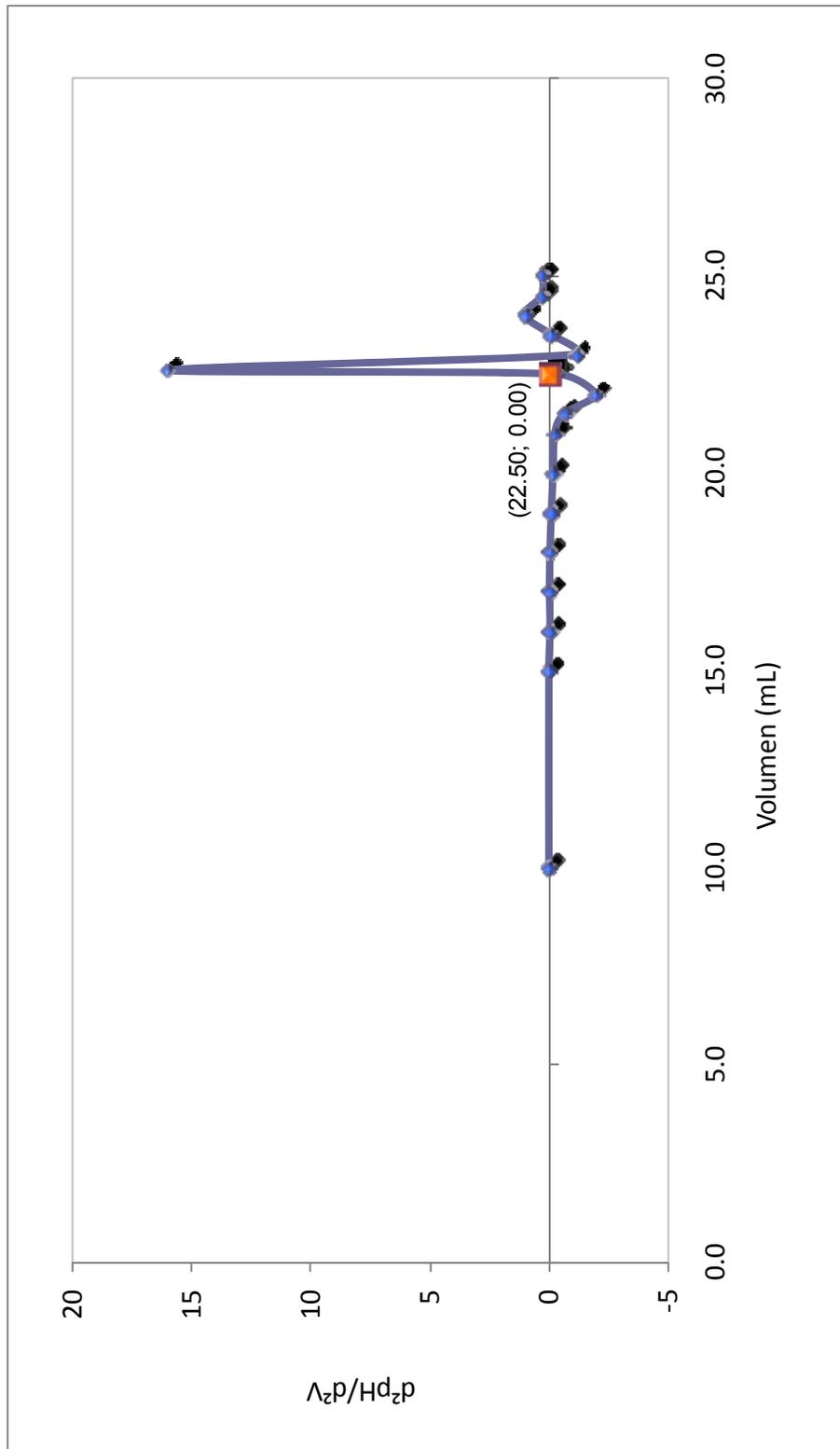
**Cuadro N°22:** Datos para elaborar la gráfica de la segunda derivada (CH<sub>3</sub>COOH 0.1N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador extracto etanólico *Vitis vinifera* (uva roja).

Volumen (mL) de Valorante (CH <sub>3</sub> COOH 0.1 N VS)	Lectura promedio de pH de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	dpH/dV	d <sup>2</sup> pH/d <sup>2</sup> V
0.0	12.970	-	-
5.0	12.960	-0.002	-
10.0	12.840	-0.024	-0.004
15.0	12.560	-0.056	-0.006
16.0	12.450	-0.110	-0.054
17.0	12.310	-0.140	-0.030
18.0	12.120	-0.190	-0.050
19.0	11.820	-0.300	-0.110
20.0	11.340	-0.480	-0.180
21.0	10.610	-0.730	-0.250
21.5	10.080	-1.060	-0.660
22.0	9.060	-2.040	-1.960
22.5	7.960	-2.200	-0.320
22.6	7.900	-0.600	16.000
23.0	7.480	-1.050	-1.125
23.5	6.930	-1.100	-0.100
24.0	6.630	-0.600	1.000
24.5	6.400	-0.460	0.280
25.0	6.240	-0.320	0.280

Con los resultados anteriores se grafica la curva de la segunda derivada, obteniéndose el punto de equivalencia, siendo este 22.5 mL, esto indica que las moléculas del analito han reaccionado químicamente, determinándose así la cercanía del punto final con el punto de equivalencia. El punto de equivalencia es mostrado en color anaranjado en la figura N°29.



**Figura N° 28:** Curva de titulación ácido débil ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS) – base fuerte ( $\text{NaOH}$  0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Vitis vinífera*. El punto de equivalencia de la titulación esta indicado en color morado (■).



**Figura N° 29:** Gráfica de la segunda derivada de ácido débil ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Vitis vinifera*. El punto de equivalencia de la titulación esta indicado en color anaranjado (■).

**Cuadro N° 23:** Valores de pH en la titulación (HCl 0.108N VS - NaOH 0.0996 N VS) utilizando el extracto etanólico de las cáscaras de la *Prunus doméstica* (ciruela negra) como indicador para elaborar la curva de titulación ácido - base.

Volumen (mL) de Valorante (HCl 0.108 N VS)	Lectura de pH <sub>1</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>2</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>3</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Color Observado
0.0	12.85	12.87	12.86	Verde
5.0	12.79	12.81	12.80	Verde
10.0	12.74	12.76	12.75	Verde
15.0	12.52	12.54	12.53	Verde
16.0	12.44	12.46	12.45	Verde
17.0	12.41	12.43	12.42	Verde
18.0	12.31	12.33	12.32	Verde
19.0	11.92	11.94	11.93	Verde
20.0	11.53	11.55	11.54	Verde
21.0	10.22	10.24	10.23	Verde
22.0	7.52	7.54	7.53	Verde
23.0	4.32	4.34	4.33	Rosa
23.5	3.53	3.55	3.54	Rosa
24.0	3.09	3.11	3.10	Rosa
25.0	2.60	2.62	2.61	Rosa

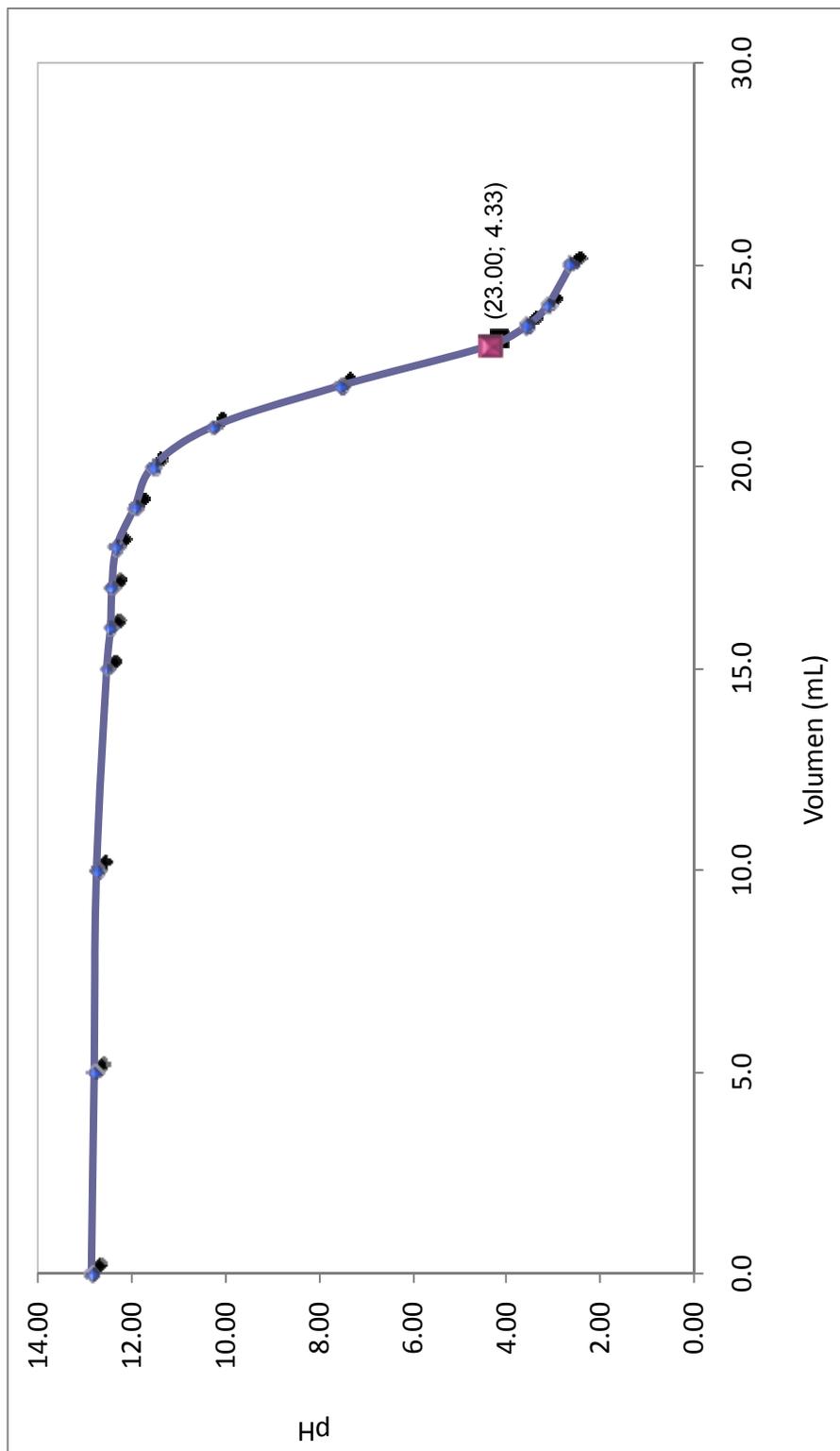
#### ❖ Determinación del Punto Final

En la titulación se observó un color verde, el cual varía hasta llegar al punto final, donde se aprecia el viraje de color rosa (ver figura N°56), esto se dio a un volumen de 23.0 mL, a un pH promedio de 4.33, con los datos obtenidos se grafica la curva de titulación ácido - base, aquí se observa un descenso brusco cerca del punto final y en esta región se produce el punto final mostrado en color morado en la figura N°30.

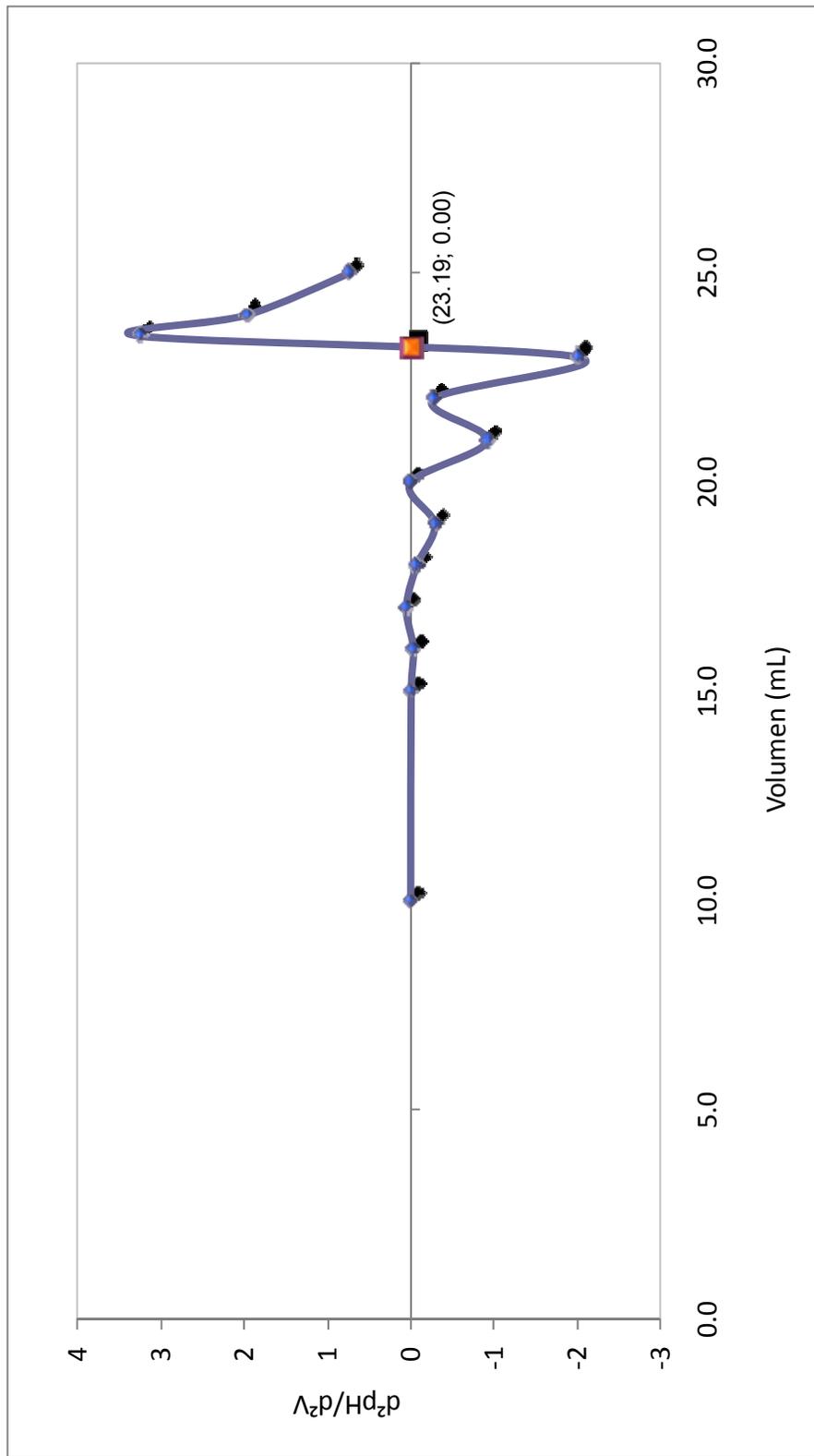
**Cuadro N° 24:** Datos para elaborar la gráfica de la segunda derivada (HCl 0.108 N VS) NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador extracto etanólico de *Prunus doméstica* (ciruela negra).

Volumen (mL) de Valorante (HCl 0.108 N VS)	Lectura promedio de pH de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	dpH/dV	d <sup>2</sup> pH/d <sup>2</sup> V
0.0	12.860	-	-
5.0	12.800	-0.012	-
10.0	12.750	-0.010	0.000
15.0	12.530	-0.044	-0.007
16.0	12.450	-0.080	-0.036
17.0	12.420	-0.030	0.050
18.0	12.320	-0.100	-0.070
19.0	11.930	-0.390	-0.290
20.0	11.540	-0.390	0.000
21.0	10.230	-1.310	-0.920
22.0	7.530	-1.198	-0.274
23.0	4.330	-3.200	-2.003
23.5	3.540	-1.580	3.240
24.0	3.100	-1.230	1.970
25.0	2.610	-0.490	0.740

Con los resultados anteriores se grafica la curva de la segunda derivada, obteniéndose el punto de equivalencia, siendo este 23.19 mL, esto indica que las moléculas del analito han reaccionado químicamente, determinándose así la cercanía del punto final con el punto de equivalencia. El punto de equivalencia es mostrado en color anaranjado en la figura N°31.



**Figura N° 30:** Curva de titulación ácido fuerte (HCl 0.108N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Prunus doméstica*. El punto final de la titulación esta indicado en color morado (■).



**Figura N° 31:** Gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte (HCl 0.108N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Prunus doméstica*. El punto de equivalencia de la titulación esta indicado en color anaranjado (■).

**Cuadro N°25:** Valores de pH en la titulación ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110 N VS - NaOH 0.0996 N VS) utilizando el extracto etanólico de las cáscaras de la *Prunus doméstica* (ciruela negra) como indicador para elaborar la curva de titulación ácido – base.

Volumen (mL) de Valorante ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ 0.110 N VS)	Lectura de $\text{pH}_1$ de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de $\text{pH}_2$ de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de $\text{pH}_3$ de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Color Observado
0.0	13.05	13.07	13.06	Verde
5.0	13.04	13.06	13.05	Verde
10.0	12.97	12.99	12.98	Verde
15.0	12.65	12.67	12.66	Verde
16.0	12.49	12.51	12.50	Verde
17.0	12.23	12.25	12.24	Verde
18.0	11.67	11.69	11.68	Verde
19.0	10.55	10.57	10.56	Verde
20.0	8.33	8.35	8.34	Verde
20.5	7.75	7.77	7.76	Verde
21.0	7.21	7.23	7.22	Verde
21.5	4.29	4.31	4.30	Rosa
22.0	3.66	3.68	3.67	Rosa
22.3	3.37	3.39	3.38	Rosa
22.4	3.26	3.28	3.27	Rosa
22.5	3.21	3.23	3.22	Rosa
23.0	2.87	2.89	2.88	Rosa
23.5	2.65	2.67	2.66	Rosa
24.0	2.50	2.52	2.51	Rosa
24.5	2.40	2.42	2.41	Rosa
25.0	2.29	2.31	2.30	Rosa

❖ Determinación punto final.

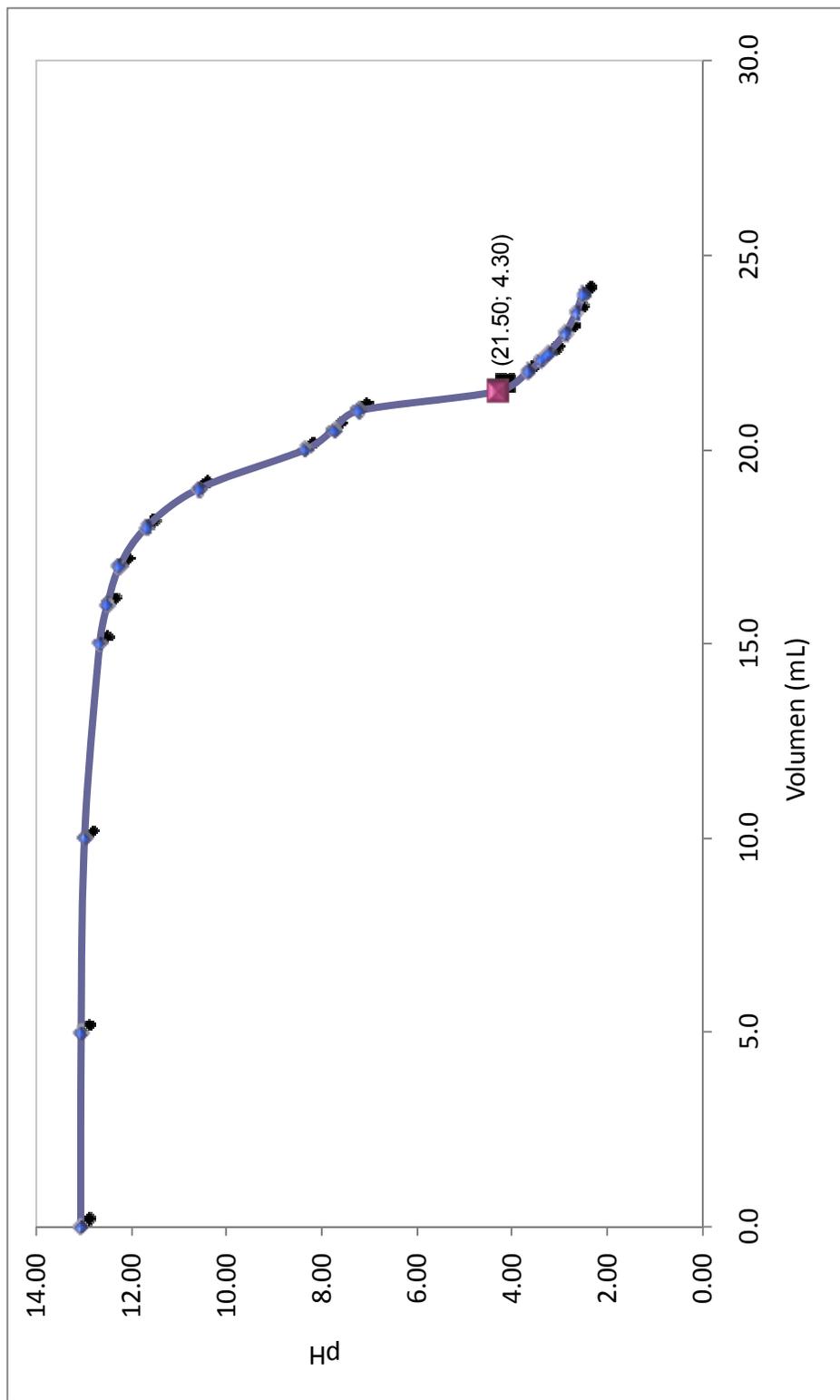
En la titulación se observó un color verde al inicio, el cual varía a medida que se le va adicionando valorante hasta llegar al punto final, donde se aprecia el viraje de rosa (ver figura N°57), esto se dio a un volumen de 21.5 mL, a un pH promedio de 4.30, con los datos obtenidos se grafica la curva de titulación ácido – base, aquí se observa un descenso brusco cerca del punto final y en esta

región se aprecia el punto final mostrado en color morado en la figura N° 32.

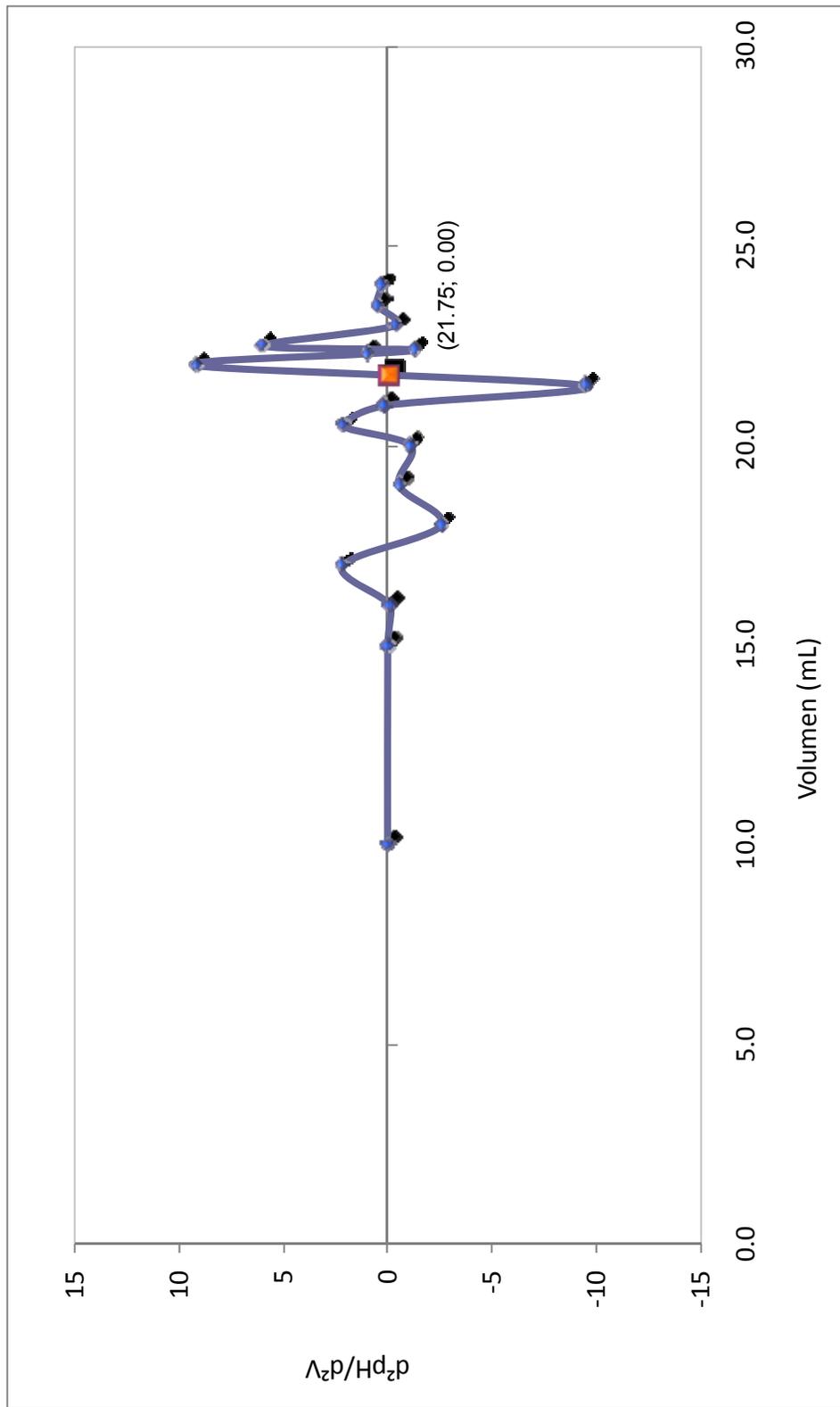
**Cuadro N°26:** Datos para obtener la gráfica de la segunda derivada ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador extracto etanólico *Prunus domestica* (ciruela negra).

Volumen (mL) de Valorante ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ 0.110 N VS)	Lectura promedio de pH de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	dpH/dV	d <sup>2</sup> pH/d <sup>2</sup> V
0.00	13.06	-	-
5.00	13.05	0.00	-
10.00	12.98	-0.01	0.00
15.00	12.66	-0.06	-0.01
16.00	12.50	-0.16	-0.10
17.00	12.24	2.00	2.16
18.00	11.68	-0.56	-2.56
19.00	10.56	-1.12	-0.56
20.00	8.34	-2.22	-1.10
20.50	7.76	-1.16	2.12
21.00	7.22	-1.08	0.16
21.50	4.30	-5.84	-9.52
22.00	3.67	-1.26	9.16
22.30	3.38	-0.97	0.98
22.40	3.27	-1.10	-1.33
22.50	3.22	-0.50	6.00
23.00	2.88	-0.68	-0.36
23.50	2.66	-0.44	0.48
24.00	2.51	-0.30	0.28
24.50	2.41	-0.20	0.20
25.00	2.30	-0.22	-0.04

Con los resultados anteriores se grafica la curva de la segunda derivada, obteniéndose el punto de equivalencia, siendo este 21.75 mL, esto indica que las moléculas del analito han reaccionado químicamente, determinándose así la cercanía del punto final con el punto de equivalencia. El punto de equivalencia es mostrado en color anaranjado en la figura N°33.



**Figura N° 32:** Curva de titulación ácido fuerte ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.110N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Fragaria vesca*. El punto de equivalencia de la titulación está indicado en color morado (■).



**Figura N° 33:** Gráfica de la segunda derivada de ácido fuerte ( $H_2SO_4$  0.110N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Prunus doméstica*. El punto de equivalencia de la titulación esta indicado en color anaranjado (■).

**Cuadro N° 27:** Valores de pH en la titulación ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS - NaOH 0.0996 N VS) utilizando el extracto etanólico de las cáscaras de la *Prunus doméstica* (ciruela negra) como indicador para elaborar la curva de titulación ácido – base.

Volumen (mL) de Valorante ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ 0.10 N VS)	Lectura de pH <sub>1</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>2</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Lectura de pH <sub>3</sub> de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	Color Observado
0.0	13.06	13.08	13.07	Café
5.0	13.04	13.06	13.05	Café
10.0	13.01	13.03	13.00	Café
15.0	12.74	12.76	12.75	Café
16.5	12,53	12,55	12,54	Café
17.0	12.44	12.46	12.45	Café
17.5	12.34	12.36	12.35	Café
18.0	12.21	12.23	12.22	Café
18.5	12.05	12.07	12.06	Café
19.0	11.86	11.88	11.87	Café
19.5	11.58	11.60	11.59	Café
20.0	11.29	11.31	11.30	Café
20.5	10.88	10.90	10.89	Café
21.0	10.40	10.42	10.41	Café
21.5	9.62	9.64	9.63	Café
22.0	8.32	8.34	8.33	Amarillo
22.5	7.46	7.48	7.47	Amarillo
23.1	6.95	6.97	6.96	Amarillo
23.5	6.70	6.72	6.71	Amarillo
24.0	6.51	6.50	6.49	Amarillo
24.5	6.28	6.30	6.29	Amarillo
25.0	6.14	6.16	6.15	Amarillo

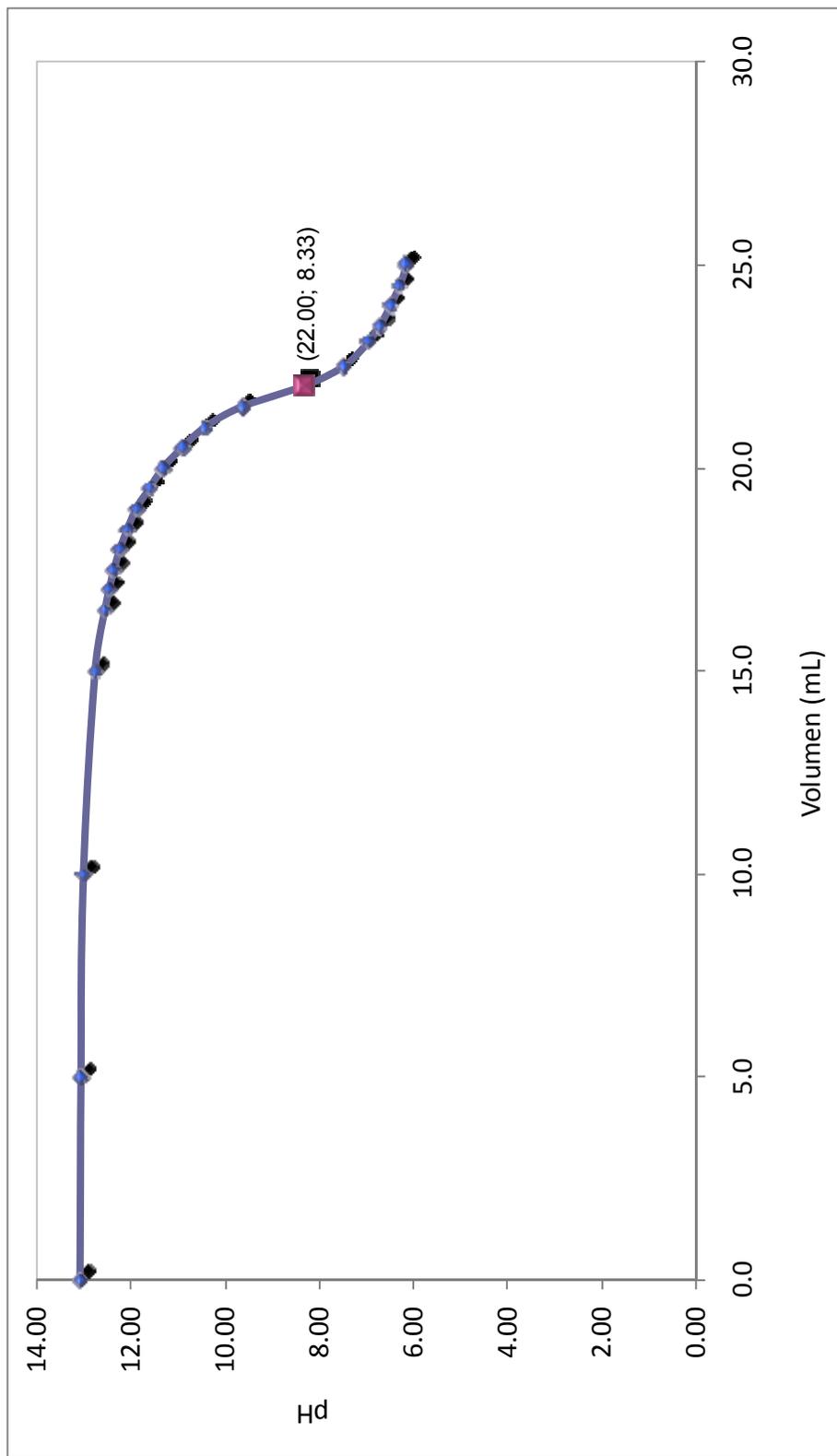
❖ Determinación del Punto Final

En la titulación se observó un color café al inicio de la titulación, que cambió a amarillo al llegar al punto final (ver figura N°58), esto se dio a un volumen de 22.0 mL, a un pH promedio de 8.33, luego se grafica la curva de titulación ácido - base, aquí se observa un descenso brusco cerca del punto final y en esta región se produce el punto final mostrado en color morado en la figura N°34.

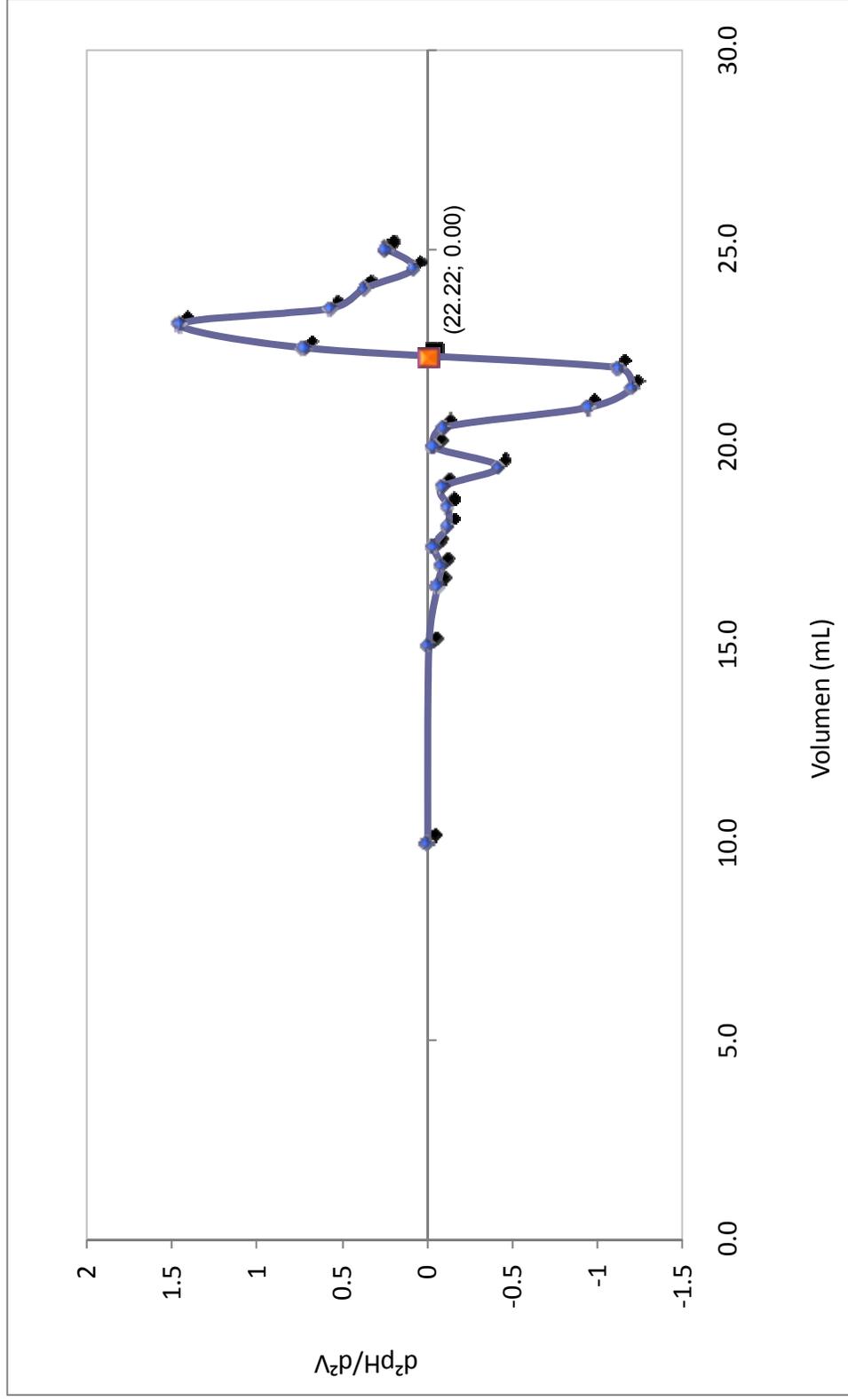
**Cuadro N° 28:** Datos para elaborar la gráfica de la segunda derivada (CH<sub>3</sub>COOH 0.1N VS - NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador extracto etanólico de *Prunus doméstica* (ciruela negra).

Volumen (mL) de Valorante (CH <sub>3</sub> COOH 0.1 N VS)	Lectura promedio de pH de soln. Valorada (NaOH 0.0996N VS)	dpH/dV	d <sup>2</sup> pH/d <sup>2</sup> V
0.0	13.070	-	-
5.0	13.050	-0.004	-
10.0	13.000	-0.010	-0.001
15.0	12.750	-0.050	-0.008
16.5	12.540	-0.140	-0.060
17.0	12.450	-0.180	-0.080
17.5	12.350	-0.200	-0.040
18.0	12.220	-0.260	-0.120
18.5	12.060	-0.320	-0.120
19.0	11.870	-0.350	-0.090
19.5	11.590	-0.560	-0.420
20.0	11.300	-0.580	-0.040
20.5	10.890	-0.487	-0.096
21.0	10.410	-0.960	-0.947
21.5	9.630	-1.560	-1.200
22.0	8.330	-2.080	-1.120
22.5	7.470	-1.720	0.720
23.1	6.960	-0.850	1.450
23.5	6.710	-0.625	0.562
24.0	6.490	-0.440	0.370
24.5	6.290	-0.400	0.080
25.0	6.150	-0.280	0.240

Se grafica la curva de la segunda derivada, obteniéndose el punto de equivalencia, siendo este 22.22 mL, determinándose así la cercanía del punto final con el punto de equivalencia. El punto de equivalencia es mostrado en color anaranjado en la figura N°35.



**Figura N° 34:** Curva de titulación ácido débil ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS) – base fuerte ( $\text{NaOH}$  0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Prunus doméstica*. El punto de equivalencia de la titulación esta indicado en color morado (■).



**Figura N° 35:** Gráfica de la segunda derivada de ácido débil ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N VS) – base fuerte (NaOH 0.0996N VS) utilizando como indicador el extracto etanólico de *Prunus domestica*. El punto de equivalencia de la titulación esta indicado en color anaranjado (■).

**- Cuantificación del porcentaje de principio activo de la materia prima ácido acetilsalicílico precompactada DC90 (Aspirina DC90).**

La aspirina contiene no menos del 90.0 % de  $C_9H_8O_4$  calculado con respecto a la sustancia seca. (Según Certificado de Proveedor, ver Anexo N° . 3)

**Cuadro N° 29:** Resultados de la cuantificación del Acido Acetilsalicílico (Aspirina) DC90 precompactado utilizando los indicadores propuestos. (Ver Anexo N° 2)

Cuantificación de Acido Acetilsalicílico (aspirina) DC 90 precompactado								
Val.	Indicador Fenoltaleína		Indicador <i>Fragaria vesca</i> (Fresa)		Indicador <i>Vitis vinifera</i> (Uva Roja)		Indicador <i>Prunus domestica</i> (Ciruela Negra)	
	Vol. Gastado de $H_2SO_4$ 0.5N VS	% de Acido Acetilsalicílico encontrado	Vol. Gastado de $H_2SO_4$ 0.5N VS	% de Acido Acetilsalicílico encontrado	Vol. Gastado de $H_2SO_4$ 0.5N VS	% de Acido Acetilsalicílico encontrado	Vol. Gastado de $H_2SO_4$ 0.5N VS	% de Acido Acetilsalicílico encontrado
I	7.7 mL	90.79%	11.7mL	77.99%	15.1mL	43.04%	11.0mL	55.13%
II	7.6 mL	91.46%	11.6mL	78.68%	15.2mL	42.37%	11.1mL	54.46%
III	7.7 mL	90.79%	11.6mL	78.68%	15.0mL	43.70%	11.0mL	55.13%
blanco	21.2 mL	---	23.3 mL	---	21.5 mL	---	21.5 mL	---
Peso real (seco)	750.1 mg		750.1 mg		750.0mg		750.0 mg	
Promedio en porcentaje	91.01%		78.33%		43.04%		54.80%	

Al inicio de la valoración utilizando fenolftaleína TS como indicador, se presenta un color rosado en medio básico y a medida que se adiciona el valorante se observa que se vuelve un rosado transparente hasta llegar a incoloro totalmente, que indicó que se había llegado al punto final. (Ver figura N°59)

El porcentaje de materia prima encontrado en la muestra previamente secada por 5 horas sobre sílica gel utilizando fenolftaleína TS como indicador es de 91.01% lo cual es conforme ya que cumple con la especificación según certificado de análisis: mayor o igual del 90.0 % calculado en su base seca.

Al inicio de la valoración utilizando como indicador el extracto etanólico de la ***Fragaria vesca*** (fresa) presenta un color rojo característico en medio básico, y a medida que se adiciona el valorante se observa que se vuelve color café claro hasta llegar al color amarillo, indicando que ha llegado al punto final. (Ver figura N°60).

El porcentaje de materia prima encontrado en la muestra previamente secada por 5 horas sobre sílice gel utilizando el extracto etanólico ***Fragaria vesca*** (fresa) como indicador es de 78.33 % lo cual es no conforme ya que no cumple con la especificación según certificado de análisis: mayor o igual del 90.0% calculado en su base seca por lo que este indicador natural no funciona para cuantificar esta materia prima.

Al inicio de la valoración utilizando como indicador el extracto etanólico de la ***Vitis vinífera*** (uva roja) presenta un color verde característico en medio

básico, y a medida que se adiciona el valorante se observa que se vuelve color café claro hasta llegar al color rosa, indicando que ha llegado al punto final. (Ver figura N°61).

El porcentaje de materia prima encontrado en la muestra previamente secada por 5 horas sobre sílica gel utilizando el extracto etanólico de la **Vitis vinífera** (uva roja) como indicador es de 43.04 % lo cual es no conforme ya que no cumple con la especificación según certificado de análisis: mayor o igual del 90.0% calculado en su base seca por lo que este indicador natural no funciona para cuantificar esta materia prima.

Al inicio de la valoración utilizando como indicador el extracto etanólico de la **prunus doméstica** (ciruela negra) presenta un color verde característico en medio básico, y a medida que se adiciona el valorante se observa que se vuelve color café claro hasta llegar al color rosa, indicando que ha llegado al punto final. (Ver figura N°62).

El porcentaje de materia prima encontrado en la muestra previamente secada por 5 horas sobre sílica gel utilizando el extracto etanolico de la **Prunus doméstica** (ciruela negra) como indicador es de 54.8 % lo cual es no conforme ya que no cumple con la especificación según certificado de análisis: mayor o igual del 90.0% calculado en su base seca por lo que este indicador natural no funciona para cuantificar esta materia prima.

**CAPITULO VI**  
**CONCLUSIONES**

## 6.0 CONCLUSIONES

1. Los extractos etanólicos del fruto de la *Fragaria vesca* (fresa) de las cáscaras de la *Vitis vinífera* (uva roja) y de la *Prunus doméstica* (ciruela negra) pueden emplearse para indicar la acidez y la alcalinidad de una sustancia empleando la escala de pH de 1 - 14.
2. En las valoraciones de ácido clorhídrico 0.108 N VS - hidróxido de sodio 0.0996N VS, el rango del indicador del extracto de la *Fragaria vesca* (fresa) es de 6.33 – 8.33; para la *Vitis vinífera* (uva roja) el rango es de 2.69 - 4.69 y para la *Prunus doméstica* (ciruela negra) el rango es de 3.33 - 5.33. Por lo tanto no pueden sustituir a la fenolftaleína TS cuyo rango es de 8.0 – 10.0.
3. En las valoraciones de ácido sulfúrico 0.110N VS - hidróxido de sodio 0.0996N VS, el rango del indicador del extracto de la *Fragaria vesca* (fresa) es de 5.33 – 7.33; para la *Vitis vinífera* (uva roja) el rango es de 3.30 – 5.30 y para la *Prunus doméstica* (ciruela negra) el rango es de 4.33 - 6.33. Por lo tanto no pueden sustituir a la fenolftaleína TS cuyo rango es de 8.0 – 10.0.
4. En las valoraciones de ácido acético 0.100N VS – hidróxido de sodio 0.0996N VS, el rango del indicador del extracto de la *Fragaria vesca* (fresa) es de 7.41– 9.41; para la *Vitis vinífera* (uva roja) el rango es de 6.96 – 8.96 y para la *Prunus doméstica* (ciruela negra) el rango es de

7.33 - 9.33. Por lo tanto no pueden sustituir a la fenolftaleína TS cuyo rango es de 8.0 – 10.0.

5. Los indicadores naturales no pueden ser utilizados para sustituir a la fenolftaleína en la Cuantificación del ácido acetilsalicílico DC90 precompactado (Aspirina DC90), porque el rango de viraje de ellos no es igual al de la fenolftaleína TS, por tanto los resultados obtenidos no son conformes.
6. Los extractos etanólicos obtenidos de los frutos de la *Fragaria vesca* (fresa), y de las cáscaras de la *Vitis vinífera* (uva roja) y de la *Prunus doméstica* (ciruela negra) no son estables después de 15 días ya que su color cambia y hay pequeñas partículas en suspensión.

**CAPITULO VII**  
**RECOMENDACIONES**

## 7.0 RECOMENDACIONES

1. Que en futuras investigaciones se determine la estabilidad física y microbiológica de los indicadores naturales para establecer las condiciones adecuadas para su conservación.
2. Que en futuras investigaciones se apliquen otros procesos para la obtención de los extractos de la *Fragaria vesca* (fresa), *Vitis vinífera* (uva rojo) y la *Prunus doméstica* (ciruela negra) para lograr un extracto de mejor calidad, donde presenten mayor estabilidad, lo cual garantizará resultados confiables en los análisis físicos químicos.
3. Que las autoridades de la Universidad de El Salvador (UES) gestionen la adquisición de un liofilizador para obtener estos indicadores naturales en polvo y realizarles ensayos de estabilidad para utilizarlos como alternativa en la facultad.
4. Que se investiguen las estructuras de los metabolitos causantes del color por espectrofotometría de RMN y masas.
5. Sugerir a los Docentes de Química General y Analítica utilizar los extractos etanólicos de la *Fragaria vesca* (fresa), *Vitis vinífera* (uva roja) y de la *Prunus doméstica* (ciruela negra) como alternativa de

indicadores ácido - base en las practicas de laboratorio, para que de esta manera se contribuya de una forma positiva al mejoramiento del medio ambiente

6. Elaborar papel indicador ácido - base con estos extractos como una alternativa al papel litmus.

## BIBLIOGRAFÍA

1. Burst..R, 2000. Fundamentos de Química. Segunda Edición. Prentice Hall. Capítulo 16, pág. 472-489.(mayo 2008)
2. Charles .W. 1991. Farmacognosia .Decima tercera edición. México .D.F México, Interamericana Mc. Graw Hill.pag .205-208,293-297.(mayo 2008)
3. Day. R. A. Jr. y Underwood. A.L. 2000. Química Analítica Cuantitativa. 5º Edición. México. Editorial Pearson. pág. 168- 173, 179 – 185. (mayo 2008)
4. Emershad. R .1989. American Journal of Botany (mayo 2008)
5. Escobar R. Asociación Jardín Botánico La Laguna, El Salvador. 2006. Boletín informativo semestral PANKIA. Nº 2. El Salvador. Pág. 1-5.(mayo 2008)
6. Gálvez N .S.A .2007.Determinación de taninos en vinos tintos de mayor consumo en El Salvador, procedentes de Chile y España. Trabajo de graduación para optar al grado de Licenciatura en Química y Farmacia Universidad Nacional de El Salvador. Pág. 31(junio 2008)
7. Germosen R. y otros 1996.Farmacopea vegetal caribeña República Dominicana, Ediciones Emile Desormeaux. pág. 38(mayo 2008)
8. Harris Daniels C, 2001, Análisis Químico Cuantitativo, 2º Edición. México. Editorial reverté .Pág. 239-240, y 244.(junio 2008)

9. Herrera Cornejo, J.R.2007.Propuesta de un indicador vegetal Ácido base a partir de las flores de **Tecoma Stans** (San Andrés) y **Jacaranda mimosifolia** (Jacaranda) .Trabajo de graduación para optar al grado de Licenciatura en Química y Farmacia .Universidad Nacional de El Salvador. Pág. 28 -30.(junio 2008)
- 10.Orellana Claros, MA.2006.Determinación de taninos en extracto alcohólico de hoja de **Fragaria vesca** (fresa), por espectrometría ultravioleta visible. Trabajo de graduación para optar al grado de Licenciatura en Química y Farmacia. Universidad Nacional de El Salvador. Pág. 22- 23(mayo 2008)
- 11.Skoog A. D. y otros. 2001. Química Analítica. 7º edición México. Mc. Graw Hill Pág. 278 – 279, 281.(mayo 2008)
- 12.Stevens, W.D y otros. 2001. Flora de Nicaragua .85º edición. Missouri, U.S.A(mayo 2008)
- 13.United Status Pharmacopeial Convention. Inc. 2007. USP 30. Thirty Revision. The National Formulary twenty two. Edition NF 22 USA Pág. 232, 886-887, 890,1164.(mayo 2008)
- 14.Wolf Sue .1986.American Journal of Botany.(mayo 2008)
- 15.<http://fichas.infojardin.com/hortalizas-verduras/fresa-fresas-freson-fresones-frutillas-fresales.htm> (Junio 2008)
- 16.<http://es.gardening.eu/plantas/Vergel/Fragaria-vesca/3383/>(mayo 2008)

17. [http://en.wikibooks.org/wiki/A\\_Wikimanager\\_of\\_Gardening/Fragaria\\_vesca](http://en.wikibooks.org/wiki/A_Wikimanager_of_Gardening/Fragaria_vesca)( mayo 2008)
18. <http://www.multinatural.com/Categorias/HCombinada.htm>(mayo 2008)
19. [http://es.wikipedia.org/wiki/Prunus\\_domestica](http://es.wikipedia.org/wiki/Prunus_domestica)( mayo 2008)
20. <http://articulos.infojardin.com/Frutales/fichas/ciruelos-cultivo-ciruelo.htm>(junio 2008)
21. [http:// es. Wikipedia.org/ vitis\\_ vinifera.htm](http://es.Wikipedia.org/vitis_vinifera.htm)(junio 2008)
22. [http://: indicadores acido base I.htm](http://indicadoresacido-base-I.htm) (mayo 2008)
23. [http://: indicadores acido base II.htm](http://indicadoresacido-base-II.htm)( mayo 2008)

## GLOSARIO

- Ácido:** Sustancia que libera iones ( $H^+$ ) cuando se disuelve en agua. <sup>(7)</sup>
- Analito:** Muestra que se analizará. <sup>(7)</sup>
- Base:** Sustancia que libera iones hidróxilo ( $OH^-$ ) cuando se disuelve en agua. <sup>(7)</sup>
- Constante de equilibrio:** Se define la constante de equilibrio  $K_{eq}$  como el producto de las concentraciones en el equilibrio de los productos elevadas a sus respectivos coeficientes estequiométricos, dividido por el producto de las concentraciones de los reactivos en el equilibrio elevadas a sus respectivos coeficientes estequiométricos, para cada temperatura. <sup>(11)</sup>
- Cualitativo:** Observaciones generales acerca de un sistema. El análisis químico de un material para determinar los componentes que contiene. <sup>(11)</sup>
- Cuantitativo:** Valores numéricos obtenidos a través de diversas mediciones de un sistema. El análisis químico de un material para determinar cuanto contiene de cada componente. <sup>(11)</sup>
- Curvas de valoración:** Una representación del pH frente a la cantidad de ácido o base añadidos. <sup>(10)</sup>
- Estandarización:** Es el proceso en el que la concentración de una disolución se determina exactamente al valorarla frente a una cantidad exactamente conocida de un patrón primario. <sup>(3)</sup>
- Extracción:** Método empleado en el laboratorio para separar una sustancia de una mezcla o disolución, mediante la utilización de un disolvente en el que la

sustancia que queremos separar es muy soluble, siendo el resto de los materiales de la mezcla o disolución insolubles en él. <sup>(3)</sup>

**-Hidrólisis:** Reacción de una sustancia con el agua, que por lo general cambia el pH de la disolución. <sup>(11)</sup>

**-Maceración:** consiste en dejar reposar las plantas en agua u otro solvente durante algunas horas. Sirve para extraer principios activos inestables frente al calor pero solubles en agua u otro solvente. <sup>(8)</sup>

**-Neutralización:** Reacción de un ácido con una base para formar una sal y agua. <sup>(8)</sup>

**-pK<sub>a</sub>:** Dado que el valor de la constante de acidez constituye una medida directa de la fuerza de un ácido, su pK<sub>a</sub> es entonces una medida inversa de dicha fuerza; cuanto mayor es la fuerza de un ácido menor es su pK<sub>a</sub>. Los ácidos fuertes, como el clorhídrico (HCl) o el sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), tienen pK<sub>a</sub> negativos y los débiles, como el acético (CH<sub>3</sub>COOH) o el carbónico (H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>), pK<sub>a</sub> positivos. <sup>(3)</sup>

**-pH:** el logaritmo negativo de la concentración de iones OH<sup>+</sup> en una solución.

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+]. \quad (3)$$

**-pOH:** logaritmo negativo de la concentración de iones H<sup>+</sup> en una solución

$$\text{pOH} = -\log [\text{OH}^+]. \quad (3)$$

**-Punto de equivalencia:** El punto en una valoración en el que se han añadido cantidades químicamente equivalentes de reactivos. <sup>(8)</sup>

**-Punto final:** El punto en el cual un indicador cambia de color y una valoración termina. <sup>(8)</sup>

**-Potenciometria:** Es una técnica electroanalítica con la que se puede determinar la concentración de una especie electroactiva en una disolución empleando un electrodo de referencia (un electrodo con un potencial constante con el tiempo y conocido) y un electrodo de trabajo (un electrodo sensible a la especie electroactiva). <sup>(8)</sup>

**-Termobatidora:** La termobatidora es el sistema físico cuyo objetivo es realizar el batido de la masa procedente de la molienda, para preparar la misma para la extracción posterior. <sup>(23)</sup>

**-Titulación:** Adición gradual de una disolución de concentración exactamente conocida a otra disolución de concentración desconocida hasta que se complete la reacción química entre ambas disoluciones. <sup>(22)</sup>

**-Valoración:** Es el proceso en el que una disolución de un reactante, el valorante, se añade cuidadosamente a una disolución de otro reactante, y se mide el volumen de valorante necesario para la reacción completa. <sup>(3)</sup>

**ANEXO N°.1**  
**FOTOGRAFÍAS**



Figura N° 36. Frutos seleccionados de la *Fragaria vesca* (fresa), *Vitis vinifera* (uva roja) y de la *Prunus doméstica* (ciruela negra).



Figura N° 37. Proceso de pesado de los frutos de *Fragaria vesca* (fresa).



Figura N° 38. Proceso de pesado de las cáscaras de la *Vitis vinífera* (uva roja).

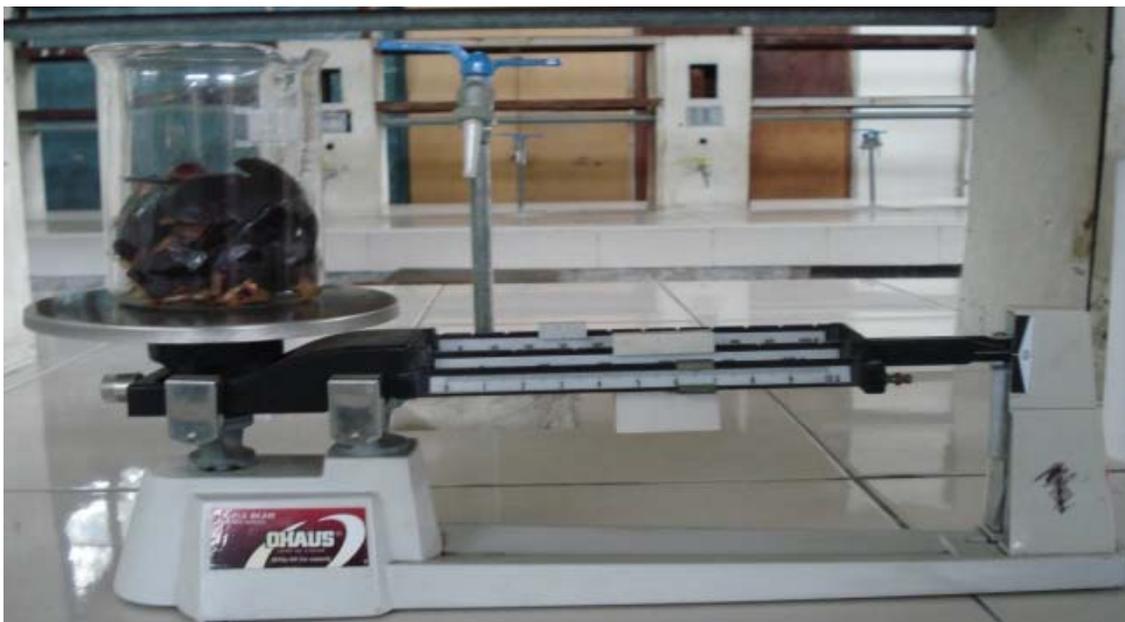


Figura N° 39. Proceso de pesado de las cáscaras de la *Prunus doméstica* (Ciruela negra).



Figura N°. 40 Extractos etanólico del fruto de:1) *Fragaria vesca* (fresa), y la cáscara de: 2) *Vitis vinífera* (uva roja) y de la cáscara 3) *Prunus doméstica* (ciruela negra).

1 2 3 4



Figura N°. 41 Resultados obtenidos del extracto etanólicos de la *Fragaria vesca* (fresa). 1. Ac. Acético 0.1 N VS, 2. Hidróxido de sodio 0.1N VS, 3. Ac. Sulfúrico 0.1N VS, 4. Ac. Clorhídrico 0.1 N VS)

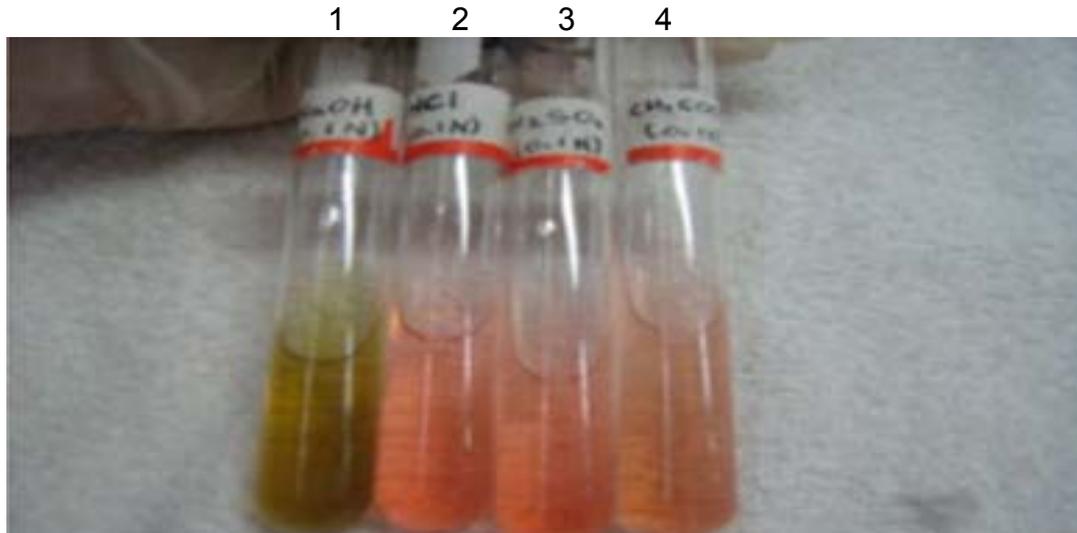


Figura N°. 42. Resultados obtenidos del extracto etanólico de la cáscara *Vitis Vinífera* (uva roja) 1. Hidróxido de sodio 0.1N VS, 2. Ac. Clorhídrico 0.1N VS 3. Ac. Sulfúrico 0.1N VS 4. Ac. Acético 0.1N VS.



Figura N°. 43. Resultados obtenidos del extracto etanólico de la cáscara de la *Prunus.doméstica* (ciruela negra). 1. Hidróxido de sodio 0.1 N VS, 2. Ac. Clorhídrico 0.1N VS 3. Ac. Sulfúrico 0.1N VS, 4. Ac. Acético 0.1N VS.

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15



Figura N°. 44 Escala de pH obtenida del fruto de la *Fragaria vesca* (fresa).

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15



Figura N°. 45. Escala de pH obtenida de la cáscara *Vitis Vinífera* (uva roja).

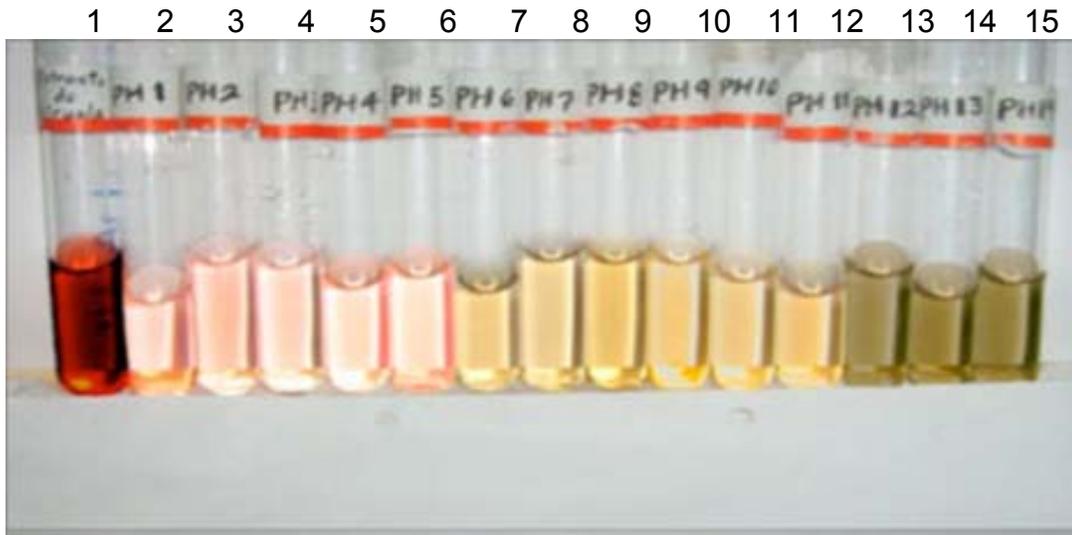


Figura N°. 46 Escala de pH obtenida de la cáscara de la *Prunus doméstica* (ciruela negra).



Figura N°. 47 **A:** Hidróxido de sodio 0.1N VS y fenolftaleína TS antes de la titulación con Ácido clorhídrico 0.1N VS.  
**B:** Coloración de punto final de A con Ácido clorhídrico 0.1N VS.

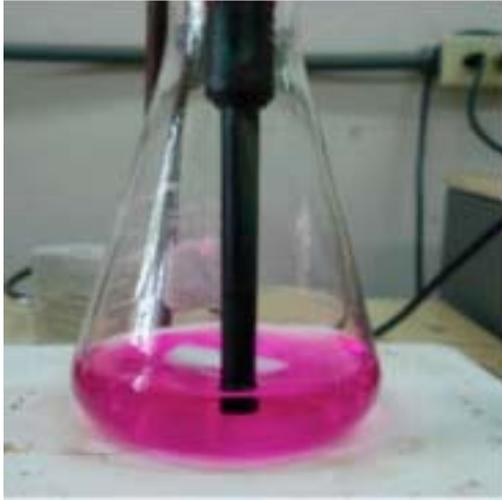


Figura N°. 48 **A:** Hidróxido de sodio 0.1N VS y fenolftaleína TS antes de la Titulación con ácido sulfúrico 0.1N VS  
**B:** Coloración de punto final de A con ácido sulfúrico 0.1N VS.

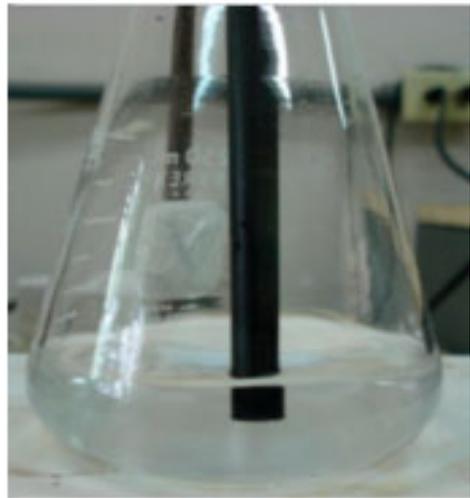
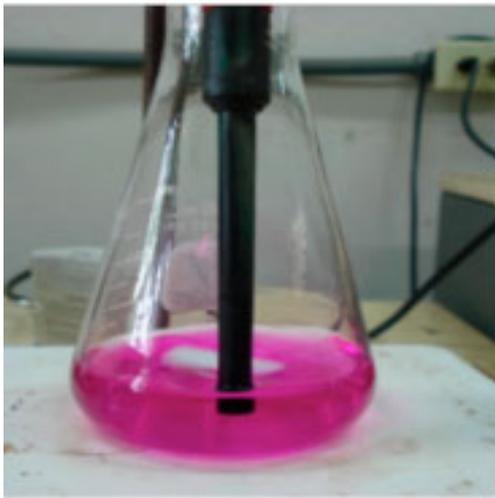


Figura N°. 49 **A:** Hidróxido de sodio 0.1N VS y fenolftaleína TS antes de la titulación con ácido acético 0.1N VS  
**B:** Coloración de punto final de A con ácido acético 0.1N VS.



Figura N°. 50 **A:** Hidróxido de Sodio 0.1N VS y extracto etanólico de *Fragaria vesca* (fresa) antes de la titulación con ácido Clorhídrico 0.1N VS  
**B:** Coloración de punto final de A con ácido clorhídrico 0.1N VS.

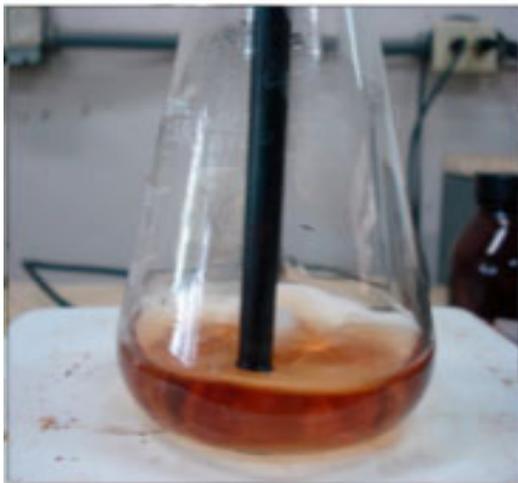


Figura N°. 51 **A:** Hidróxido de Sodio 0.1N VS y extracto etanólico de *Fragaria vesca* (fresa) antes de la titulación con ácido sulfúrico 0.1N VS.  
**B:** Coloración de punto final de A con ácido sulfúrico 0.1N VS.



Figura N° 52 **A:** Hidróxido de sodio 0.1N VS y extracto etanólico de *Fragaria vesca* (fresa) antes de la titulación con ácido acético 0.1N VS  
**B:** Coloración de punto final de A con ácido acético 0.1N VS

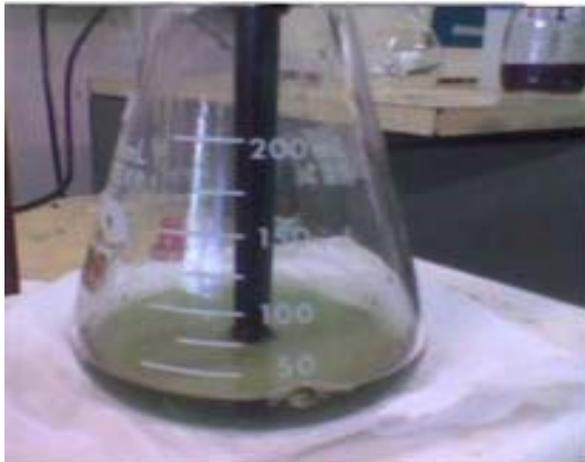


Figura N°.53 **A:** Hidróxido de sodio 0.1N VS y extracto etanólico de *Vitis vinífera* (uva roja) antes de la titulación con ácido clorhídrico 0.1N VS  
**B:** Coloración de punto final de A con ácido clorhídrico 0.1N VS.



Figura N<sup>o</sup>. 54. **A:** Hidróxido de sodio 0.1N VS y extracto etanólico de la cáscara de la *Vitis vinífera* (uva roja) antes de titulación con ácido sulfúrico 0.1N VS.  
**B:** punto final de A con ácido sulfúrico 0.1N VS



Figura N<sup>o</sup> 55. **A:** Hidróxido de sodio 0.1N VS y extracto etanólico de *Vitis vinífera* (uva roja) antes de la titulación ácido acético 0.1N VS.  
**B:** Coloración de punto final de A con ácido acético 0.1N VS

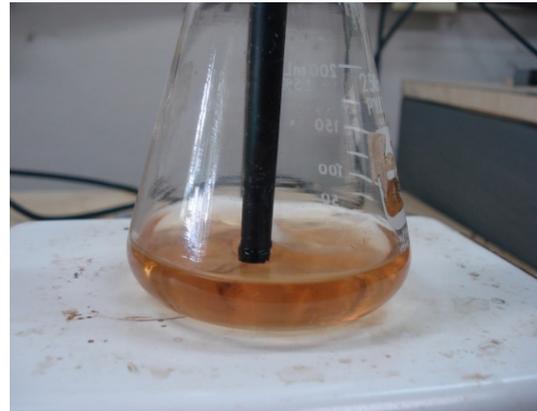


Figura N°. 56. **A:** Hidróxido de sodio 0.1N VS y Extracto etanólico de la cáscara de la *Prunus doméstica* (ciruela negra) antes de la titulación con ácido clorhídrico 0.1N VS  
**B:** Coloración de punto final de A con ácido clorhídrico 0.1N VS

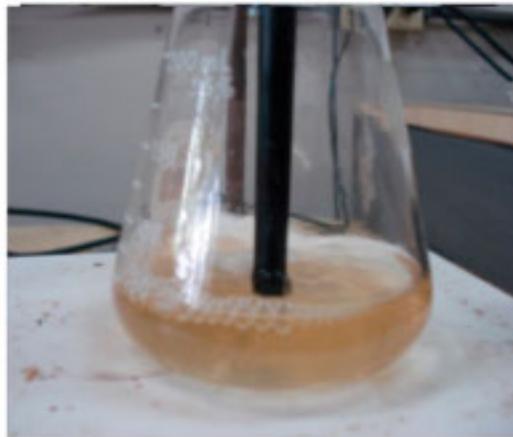


Figura N°. 57 **A:** Hidróxido de sodio 0.1N VS y extracto etanólico de la cáscara de *Prunus doméstica* (ciruela negra) antes de la titulación con ácido sulfúrico 0.1N VS.  
**B:** Coloración de punto final de A con ácido sulfúrico 0.1N VS.

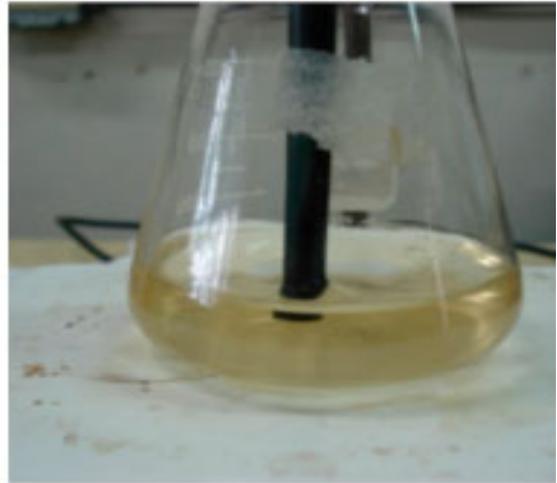
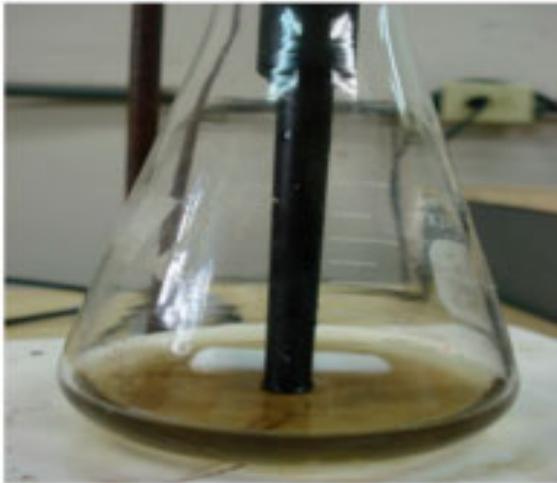


Figura N°. 58 **A:** Hidróxido de sodio 0.1N VS y extracto etanólico de la cáscara de la *Prunus doméstica* (ciruela negra) antes de la titulación.  
**B:** Coloración de punto final de A con ácido acético 0.1N VS



Figura N°.59 **A:** Aspirina con hidróxido de sodio 0.5N VS utilizando fenolftaleína TS antes de la titulación con ácido sulfúrico 0.5N VS  
**B:** Coloración de punto final de A con ácido sulfúrico 0.5N VS.



Figura N° 60 **A:** Aspirina con hidróxido de sodio 0.5N VS con *Fragaria vesca* (fresa) antes de la titulación con ácido sulfúrico 0.5N VS  
**B:** Coloración de punto final de A con ácido sulfúrico 0.5N VS

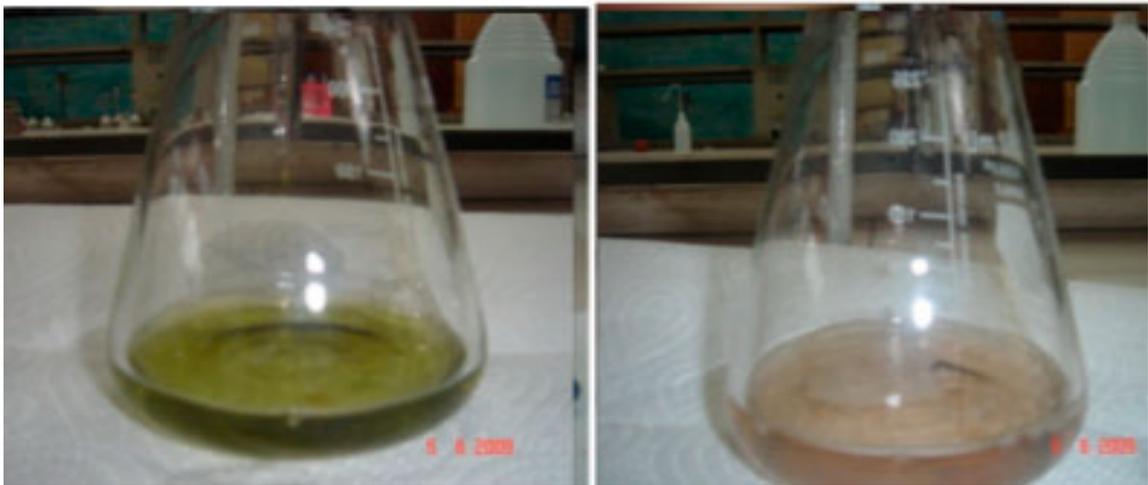


Figura N°.61 **A:** Aspirina con hidróxido de sodio 0.5N VS con *Vitis vinífera* (uva roja) antes de la titulación.  
**B:** Coloración del punto final de A con ácido sulfúrico 0.5N VS



Figura N°.62 **A:** Aspirina con hidróxido de sodio 0.5N VS con ***Prunus doméstica*** (ciruela negra) antes de la titulación con ácido sulfúrico 0.5N VS  
**B:** Coloración de punto final de A con ácido sulfúrico 0.5N VS.

**ANEXO N° 2:**

**CÁLCULOS DE LA CUANTIFICACIÓN DEL PORCENTAJE DE  
PRINCIPIO ACTIVO DE LA MATERIA PRIMA ÁCIDO  
ACETILSALICÍLICO PRECOMPACTADA DC90 (ASPIRINA DC90)**

- **Cálculos de la Cuantificación del porcentaje de principio activo de la materia prima ácido acetilsalicílico precompactada DC90 (Aspirina DC90) utilizando fenolftaleína TS, extracto etanólico de la *Fragaria vesca* (fresa), *Vitis vinífera* (uva roja), *Prunus doméstica* (ciruela negra) como indicadores.**

Nota: utilizar la metodología de análisis de la USP 30 y la declaración de potencia según certificado de Proveedor.

FÓRMULAS:  $V_{mx} = (B - V_g) \times F_c$

$$P_a = \left[ \frac{(V_{mx}) (45.04 \text{ mg})}{M_x} \right] (100\%)$$

Donde:

$V_{mx}$ : Volumen de  $H_2SO_4$  0.5 N VS  $\equiv$  NaOH 0.5 N VS consumido por la muestra en mL.

$F_c$ : Factor de corrección del  $H_2SO_4$  0.5 N VS

B: Blanco (en mL de  $H_2SO_4$  0.5 N VS)

$P_a$  = Porcentaje de Aspirina  $C_9H_8O_4$  en base seca.

$M_x$ : Peso real de la muestra previamente secada.

$V_g$  = Volumen gastado de  $H_2SO_4$  0.5 N VS.

**a) Utilizando fenolftaleína TS como indicador.**

Análisis 1:

$M_x$ : 0.7501g. de Aspirina DC 90 precompactada

B: 21.2mL de  $H_2SO_4$  0.5 N VS

Fc: 1.12 del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Vg= 7.7 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Cálculos:

$$V_{mx} = (21.2\text{mL} - 7.7\text{ mL}) (1.12)$$

$$V_{mx} = 15.12\text{ mL de NaOH } 0.5\text{N}$$

$$Pa = ((15.12 \times 45.04\text{ mg}) / 750.1\text{mg B.S}) (100\%)$$

$$Pa = 90.79\% \text{ de aspirina en base seca.}$$

Análisis 2:

Mx: 0.7501 g. de aspirina DC 90 precompactada

B: 21.2 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Fc: 1.12 del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Vg= 7.6 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Cálculos:

$$V_{mx} = (21.2\text{mL} - 7.6\text{ mL}) (1.12)$$

$$V_{mx} = 15.232\text{ mL de NaOH } 0.5\text{N}$$

$$Pa = ((15.232\text{ mL} \times 45.04\text{ mg}) / 750.1\text{mg B.S}) (100\%)$$

$$Pa = 91.46\% \text{ de aspirina en base seca.}$$

Análisis 3:

Mx: 0.7501g. de Aspirina DC 90 precompactada.

B: 21.2mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Fc: 1.12 del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Vg= 7.7 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Cálculos:

$$V_{mx} = (21.2\text{mL} - 7.7\text{ mL}) (1.12)$$

$$V_{mx} = 15.12\text{ mL de NaOH } 0.5\text{ N VS}$$

$$Pa = ((15.12\text{mL} \times 45.04\text{ mg}) / 750.1\text{mg B.S}) (100\%)$$

$$Pa = 90.79\% \text{ de aspirina en base seca}$$

Promedio del porcentaje real de materia prima ácido acetilsalicílico precompactada DC90 (Aspirina DC90) :  $(90.79\% + 91.46\% + 90.79\%) = 273.04\%$  /3=91.03% en base seca.

**b) Utilizando el extracto etanólico de la *fragaria vesca* (fresa) como indicador.**

Análisis 1:

Mx: 0.7501g. de Aspirina DC 90 Precompactada

B: 23.3mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Fc: 1.12 del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Vg= 11.7 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Cálculos:

$$V_{mx} = (23.3\text{mL} - 11.7\text{ mL}) (1.12)$$

$$V_{mx} = 12.99\text{ mL de NaOH } 0.5\text{ N VS}$$

$$Pa = ((12.99\text{mL} \times 45.04\text{ mg}) / 750.1\text{mg B.S}) (100\%)$$

$$Pa = 77.99\% \text{ de Aspirina en base seca.}$$

Análisis 2:

Mx: 0.7501g. de Aspirina DC 90 precompactada

B: 23.3mL. de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Fc: 1.12 del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Vg= 11.6 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Cálculos:

$$V_{mx} = (23.3\text{mL} - 11.6\text{ mL}) (1.12)$$

$$V_{mx} = 13.104\text{ mL de NaOH } 0.5\text{N VS}$$

$$Pa = ((13.104\text{mL} \times 45.04\text{ mg}) / 750.1\text{mg B.S}) (100\%)$$

$$Pa = 78.68\% \text{ de Aspirina en base seca.}$$

Análisis 3:

Mx: 0.7501g de Aspirina DC 90 Precompactada.

B: 23.3mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Fc: 1.12 del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Vg= 11.6 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Cálculos:

$$V_{mx} = (23.3\text{mL} - 11.6\text{ mL}) (1.12)$$

$$V_{mx} = 13.104\text{ mL de NaOH } 0.5\text{ N}$$

$$Pa = ((13.104\text{mL} \times 45.04\text{ mg})) / 750.1\text{mg B.S}) \times 100$$

$$Pa = 78.68\% \text{ de Aspirina en base seca .}$$

Promedio del porcentaje real de materia prima ácido acetilsalicílico precompactada DC90 (Aspirina DC90):  $(77.99\% + 78.68\% + 78.68\%) / 3 = 78.33\%$  en base seca.

c) Utilizando el extracto etanólico de la *Vitis vinifera* (uva roja) como indicador.

Análisis 1:

Mx: 0.7500 g de Aspirina DC 90 precompactada.

B: 21.5mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Fc: 1.12 del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Vg= 15.1 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Cálculos:

$$V_{mx} = (21.5\text{mL} - 15.1\text{ mL}) (1.12)$$

$$V_{mx} = 7.168\text{ mL de NaOH } 0.5\text{ N VS}$$

$$Pa = ((7.168\text{ mL} \times 45.04\text{ mg}) / 750.\text{mg B.S}) (100\%)$$

$$Pa = 43.04\% \text{ de aspirina en base seca.}$$

Análisis 2:

Mx: 0.750 g.de Aspirina DC 90 precompactada

B: 21.5 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Fc: 1.12 del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Vg= 15.2 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Cálculos:

$$V_{mx} = (21.5\text{mL} - 15.2\text{ mL}) (1.12)$$

$$V_{mx} = 7.056\text{mL de NaOH } 0.5\text{ N VS}$$

$$Pa = ((7.056\text{ mL} \times 45.04\text{ mg}) / 750.\text{mg B.S}) (100\%)$$

$$Pa = 42.37\% \text{ de Apirina en base seca.}$$

Análisis 3:

Mx: 0.750g. Aspirina DC 90 Precompactada.

B: 21.5mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Fc: 1.12 del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Vg= 15.0mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Cálculos:

$$V_{mx} = (21.5\text{mL} - 15.0\text{ mL}) (1.12)$$

$$V_{mx} = 7.28\text{ mL de NaOH } 0.5\text{ N VS}$$

$$Pa = ((7.28\text{mL} \times 45.04\text{ mg}) / 750.2\text{mg B.S}) (100\%)$$

$$Pa = 43.70\% \text{ de Aspirina en base seca.}$$

Porcentaje real de materia prima ácido acetilsalicílico precompactada DC90 (Aspirina DC90) :  $(43.04\% + 42.37\% + 43.70\%) / 3 = 43.04\%$  en base seca.

**d) Utilizando el extracto etanólico de *Prunus doméstica* (ciruela negra) como indicador.**

Análisis 1:

Mx: 0.750g. de aspirina DC 90 precompactada.

B: 21.5mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Fc: 1.12 del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Vg= 11.0 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Cálculos:

$$V_{mx} = (21.5 - 8.2 \text{ mL}) (1.12)$$

$$V_{mx} = 9.18 \text{ mL de NaOH } 0.5\text{N VS}$$

$$Pa = ((9.18 \text{ mL} \times 45.04 \text{ mg}) / 750.0 \text{ mg B.S}) (100\%)$$

$$Pa = 55.13 \% \text{ de Aspirina en base seca.}$$

Análisis 2:

Mx: 0.7500 g De Aspirina DC 90 precompactada.

B: 21.5 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Fc: 1.12 del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Vg= 11.1 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Cálculos:

$$V_{mx} = (21.5 - 11.1 \text{ mL}) (1.12)$$

$$V_{mx} = 9.068 \text{ mL de NaOH } 0.5\text{N VS}$$

$$Pa = ((9.068 \text{ mL} \times 45.04 \text{ mg}) / 750.0\text{mg B.S}) (100\%)$$

$$Pa = 54.46 \% \text{ de Aspirina en base seca .}$$

Análisis 3:

Mx: 0.7500 g. de Aspirina DC 90 Precompactada.

B: 21.5 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Fc: 1.12 del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Vg= 11.0 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N VS

Cálculos:

$$V_{mx} = (21.5 - 11.0 \text{ mL}) (1.12)$$

$V_{mx} = 9.18 \text{ mL de NaOH } 0.5 \text{ N VS}$

$Pa = ((9.18 \text{ mL} \times 45.04 \text{ mg}) / 750.0 \text{ mg B.S}) (100\%)$

$Pa = 55.13 \%$  de Aspirina en base seca.

Promedio del porcentaje real de materia prima ácido acetilsalicílico pre compactada DC90 (Aspirina DC90) :  $(55.13 \% + 54.46 \% + 55.13 \%) / 3 = 54.8\%$  en base seca.

**ANEXO N° 3**

**CERTIFICADO DE ANÁLISIS DE LA MATERIA PRIMA ÁCIDO  
ACETILSALICÍLICO PRECOMPACTADA DC90 (ASPIRINA DC90).**

# NINGBO PANGS CHEM INT'L CO. LTD

## CERTIFICATE OF ANALYSIS

Product name	Aspirin DC90	Specification	/
Specification	Q/1093JQC05-2004 USP30	Batch No.	0909001
Quantity	4000kg	Manufacturing Date	Sep. 01, 2009
Expiry Date	Aug.31, 2012	Certificate date	2009.09.01
Items	Specifications	Results	
Appearance	White granule or crystalline powder	White granule	
Identification	1. A Violet-red color is produced 2. Crystalline precipitate gas is formed	Positive reaction Positive reaction	
Residue on ignition	$\leq 0.15\%$	0.07%	
Salicylic acid	$\leq 0.20\%$	$< 0.20\%$	
Particle size	Retained on 14 mesh	0.0%	
	14-65 mesh $> 70\%$	72.3%	
	65-80 mesh $> 20\%$	21.8%	
Heavy Metals	$\leq 0.001\%$	$< 0.001\%$	
Assay	$\geq 90.0\%$	90.4%	
Conclusion	The product conforms with the requirement of USP30.		

**ANEXO N°. 4:**

**CÁLCULOS DE PREPARACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN DE LAS  
SOLUCIONES.**

**-Fenolftaleína TS.**<sup>(11)</sup>

Disolver 1.0 g de fenolftaleína en 100 mL de etanol.

**- Hidróxido de sodio 0.1 N VS** <sup>(11)</sup>

Disolver 4.0 g de Hidróxido de sodio en 800 mL de agua libre de dióxido de carbono utilizando un beaker de 1000 mL, enfriar la solución a temperatura ambiente, transferirla a un matraz volumétrico con capacidad de 1.0 L, lavar el beaker, transferir los lavados al matraz y llevar a volumen con el mismo solvente.

**- Cálculo de preparación**

PM = 40 g/mol

40 g Hidróxido de Sodio ----- 1 N ----- 1000 mL

4.0 g Hidróxido de Sodio ----- 0.1 N ----- 1000 mL

**- Estandarización** <sup>(11)</sup>:

Llenar una bureta de 25.0 mL con hidróxido de sodio

Pesar 0.7000 g de biftalato de potasio y transferirlo a un erlenmeyer de capacidad de 125 mL previamente secado a 120°C por 2 horas y disolver con 50.0 mL de agua libre de dióxido de carbono, adicionar 2 gotas de fenolftaleína TS y agitar.

Titular la solución con hidróxido de sodio hasta el primer color rosa permanente, luego anotar el volumen gastado.

Realizar este procedimiento por triplicado

Calcular la normalidad del hidróxido de sodio por medio de la siguiente fórmula:

$N = \text{Peso del estándar primario(g)} / 0.20423 \text{ g/meq (Vol. NaOH 0.1N gastado)}$

### **Cálculos de estandarización:**

#### **-Valoración 1**

Peso del estándar primario (Biftalato de Potasio): 0.7500 g

Volumen gastado de NaOH 0.1N: 36.8 mL

$N = \text{Peso del estándar primario} / [(0.20423 \text{ g/meq})(\text{Vol. NaOH 0.1N gastado})]$

$N = (0.7500 \text{ g} / [(0.20423 \text{ g/meq})(36.8 \text{ mL})])$

$N = 0.09979 \text{ N}$

#### **-Valoración 2**

Peso del estándar primario (Biftalato de Potasio): 0.7502 g

Volumen gastado de NaOH 0.1N: 37.0 mL

$N = \text{Peso del estándar primario} / [(0.20423 \text{ g/meq})(\text{Vol. NaOH 0.1N gastado})]$

$N = (0.7502 \text{ g} / 0.20423 \text{ g/meq})(37.0 \text{ mL})$

$N = 0.09927 \text{ N}$

#### **-Valoración 3**

Peso del estándar primario (Biftalato de Potasio): 0.7500 g

Volumen gastado de NaOH 0.1N: 36.8 mL

$N = \text{Peso del estándar primario} / [(0.20423 \text{ g/meq})(\text{Vol. NaOH 0.1N gastado})]$

$N = (0.7500 \text{ g} / [(0.20423 \text{ g/meq})(36.8 \text{ mL})])$

$N = 0.09979 \text{ N}$

$N \text{ real NaOH 0.1N VS} = (0.09979\text{N} + 0.09927\text{N} + 0.09979\text{N})/3$

$N \text{ real NaOH 0.1N VS} = 0.09961\text{N}$

$$\text{Factor de Corrección (Fc)} = \frac{\text{Normalidad Real}}{\text{Normalidad Teórica}}$$

$$\text{Factor de Corrección (Fc)} = \frac{0.09961 \text{ N}}{0.1 \text{ N}}$$

$$\text{Factor de Corrección (Fc)} = 0.9961 \text{ N}$$

**- Hidróxido de sodio 0.5 N VS <sup>(11)</sup>**

Disolver 10.0 g de hidróxido de sodio en 400 mL de agua libre de dióxido de carbono utilizando un beaker de 0.5 L, enfriar la solución a temperatura ambiente, transferirla a un matraz volumétrico con capacidad de 0.5 L, lavar el beaker, transferir los lavados al matraz y llevar a volumen con el mismo solvente.

**-Cálculo de preparación**

$$\text{PM} = 40 \text{ g/mol}$$

$$20.0 \text{ g Hidróxido de sodio} \text{ ----- } 1 \text{ N} \text{ ----- } 500.0 \text{ mL}$$

$$10.0 \text{ g Hidróxido de sodio} \text{ ----- } 0.5 \text{ N} \text{ ----- } 500.0 \text{ mL}$$

**- Estandarización <sup>(11)</sup>:**

Llenar una bureta de 25.0 mL con hidróxido de sodio

Pesar 0.7000 g de biftalato de potasio y transferirlo a un erlenmeyer de capacidad de 125 mL previamente secado a 120°C por 2 horas y disolver con 50.0 mL de agua libre de dióxido de carbono, adicionar 2 gotas de fenolftaleína TS y agitar.

Titular la solución con hidróxido de sodio hasta el primer color rosa permanente, luego anotar el volumen gastado.

Realizar este procedimiento por triplicado

Calcular la normalidad del hidróxido de sodio por medio de la siguiente fórmula:

$$N = \text{Peso del estándar primario} / 0.20423 \text{ g/meq (Vol. NaOH 0.5 N gastado)}$$

### **Cálculos de estandarización:**

#### **.Valoración 1**

Peso del estándar primario (Biftalato de potasio): 0.7500 g

Volumen gastado NaOH 0.5N: 7.3 mL

$$N = \text{Peso del estándar primario} / [(0.20423 \text{ g/meq}) (\text{Vol. NaOH 0.5N gastado})]$$

$$N = (0.7500 \text{ g}) / (0.20423 \text{ g/meq}) (7.3 \text{ mL de NaOH 0.5 N})$$

$$N = 0.5030N$$

#### **.Valoración 2**

Peso del estándar primario (Biftalato de Potasio): 0.750g

Volumen gastado de NaOH 0.5 N: 7.3mL

$$N = \text{Peso del estándar primario} / [(0.20423 \text{ g/meq}) (\text{Vol. NaOH 0.5N gastado})]$$

$$N = (0.7502 \text{ g}) / (0.20423 \text{ g/meq}) (7.3\text{mL})$$

$$N = 0.5030 N$$

### Valoración 3

Peso del estándar primario (Biftalato de Potasio): 0.7500 g

Volumen gastado de NaOH 0.5 N: 7.3 mL

$$N = \text{Peso del estándar primario} / ([0.20423 \text{ g/meq}] (\text{Vol. NaOH } 0.5\text{N gastado}))$$

$$N = 0.7500 \text{ g} / (0.20423 \text{ g/meq} \times 7.3 \text{ mL})$$

$$N = 0.5030 \text{ N}$$

$$N \text{ real NaOH } 0.5\text{N} = 0.5030 \text{ N}$$

$$\text{Factor de Corrección (Fc)} = \frac{\text{normalidad Real}}{\text{normalidad Teórica}}$$

$$\text{Factor de Corrección (Fc)} = \frac{0.5039\text{N}}{0.5\text{N}}$$

$$\text{Factor de Corrección (Fc)} = 1.01 \text{ N}$$

### - Ácido clorhídrico 0.1N VS <sup>(3)</sup>:

Medir con pipeta Morh 8,3 mL de ácido clorhídrico al 37% y adicionarlo lentamente y por las paredes a un matraz volumétrico con capacidad de 1,0L que contenga 0.6 L de agua, dejar enfriar a temperatura ambiente, diluir con agua hasta la marca y mezclar bien.

### Cálculo de preparación <sup>(3)</sup>

$$\text{PM Ácido Clorhídrico} = 36.46 \text{ g/mol}$$

$$\rho = 1.19 \text{ g/mL}$$

Pureza: 37%

36.46 g Ácido Clorhídrico ----- 1 N ----- 1000 mL

3.646 g Ácido Clorhídrico ----- 0.1 N ----- 1000 mL

37 g Ácido clorhídrico ----- 100 g de solución concentrada

3.646 g Ácido clorhídrico ----- x

x = 9.854 g Ácido clorhídrico

$\rho = m/V$        $V = m/\rho$

Donde:  $\rho$  = densidad

m = masa

V = volumen

$V = 9.854 \text{ g Ácido clorhídrico} / 1.19 \text{ g/mL}$

$V = 8.280 \text{ mL}$

$V = 8.3 \text{ mL de Ácido clorhídrico concentrado para } 1000 \text{ mL de solución } 0.1\text{N.}$

- **Estandarización** <sup>(3)</sup>:

Llenar una bureta de 25.0 mL con el hidróxido de sodio 0.1 N anteriormente preparado y estandarizado.

Transferir con una pipeta volumétrica de 25.0 mL de ácido clorhídrico 0.1 N VS a un erlenmeyer de 125 mL, adicionar 2 gotas de fenolftaleína TS y agitar.

Titular con hidróxido de sodio hasta el primer color rosa permanente, luego anotar el volumen gastado.

Realizar este procedimiento para cada una de las 3 muestras.

Calcular la normalidad del ácido clorhídrico por medio de la siguiente fórmula:

$$V_1 C_1 = V_2 C_2$$

Donde:

$V_1$  = Volumen de ácido clorhídrico 0.1 N VS

$C_1$  = Concentración de ácido clorhídrico 0.1N VS

$V_2$  = Volumen de hidróxido de sodio 0.1N VS

$C_2$  = Concentración de hidróxido de sodio 0.1N VS

**Cálculos de la estandarización:**

$V_{mx}$  = 25.0mL de ácido clorhídrico 0.1N VS.

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

**-Valoración N°. 1:**

V gastado de NaOH 0.1 N VS = 27.2mL

$$C_{HCl} 0.1 N VS V_{HCl} 0.1 N VS = (C_{NaOH} 0.1 N VS) (V_{NaOH} 0.1 N VS)$$

$$(C_{HCl} 0.1N VS) (25.0 \text{ mL}) = (0.09961N) (27.2 \text{ mL})$$

$$C_{HCl} 0.1 N VS = 0.108 N$$

**-Valoración N°. 2:**

V gastado de NaOH 0.1N VS = 27.2mL

$$(C_{HCl} 0.1 N VS) (V_{HCl} 0.1N VS) = (C_{NaOH} 0.1N VS) (V_{NaOH} 0.1N VS)$$

$$(C_{HCl} 0.1 N VS) (25.0 \text{ mL}) = (0.09961N) (27.20 \text{ mL})$$

$$C_{HCl} 0.1 N VS = 0.108 N$$

**-Valoración N°. 3:**

V gastado de NaOH 0.1 N VS = 27.2mL

$(C_{\text{HCl}} 0.1 \text{ N VS}) (V_{\text{HCl}} 0.1 \text{ N VS}) = C_{\text{NaOH}} 0.1 \text{ N VS}) (V_{\text{NaOH}} 0.1 \text{ N VS})$

$(C_{\text{HCl}} 0.1 \text{ N VS}) (25.0 \text{ mL}) = (0.09961\text{N}) (27.2 \text{ mL})$

$(C_{\text{HCl}} 0.1 \text{ N VS}) = 0.108 \text{ N}$

$N_{\text{Real}} = (0.108 + 0.108 + 0.108) \text{ N}/3 = 0.108\text{N}$

Factor de Corrección (Fc) =  $\frac{0.108 \text{ N}}{0.100\text{N}}$

Factor de Corrección (Fc) = 1.08

**- Ácido sulfúrico 0.1N VS <sub>(3):</sub>**

Medir con pipeta Morh 1.50 mL de ácido sulfúrico y adicionarlo lentamente y por las paredes a un matraz volumétrico con capacidad de 500 mL que contenga 300 mL de agua, dejar enfriar a temperatura ambiente, diluir con agua hasta la marca y mezclar bien.

**Cálculo de preparación <sub>(3):</sub>**

3 mL ácido sulfúrico ----- 0.1N -----1000.0 mL

1.5 mL ácido sulfúrico ----- 0.1N ---- 500 .0 mL

- **Estandarización** 3):

Llenar una bureta de 25.0 mL con hidróxido de sodio 0.1N VS anteriormente preparado y estandarizado.

Transferir con una pipeta volumétrica de 25.0mL de ácido sulfúrico 0.1 N VS a un erlenmeyer de 125 mL, adicionar 2 gotas de fenolftaleína TS y agitar. Titular con hidróxido de sodio 0.1N VS hasta el primer color rosa permanente luego anotar el volumen gastado.

Realizar este procedimiento para cada una de las 3 muestras.

Calcular la normalidad del ácido sulfúrico por medio de la siguiente fórmula:

$$V_1 C_1 = V_2 C_2$$

Donde:

$V_1$  = Volumen de ácido sulfúrico

$C_1$  = Concentración de ácido sulfúrico

$V_2$  = Volumen hidróxido de sodio

$C_2$  = Concentración hidróxido de sodio.

**Cálculos de la estandarización:**

$V_{ms} = 25.0\text{mL}$  de ácido sulfúrico.

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

**-Valoración N°. 1:**

V gastado de NaOH 0.0996 N VS = 27.8.mL

$(C \text{ Ácido sulfúrico } 0.1 \text{ N VS}) (V \text{ Ácido sulfúrico } 0.1\text{N VS}) = (C \text{ NaOH } 0.0996\text{N VS}) (V \text{ NaOH } 0.0996 \text{ N VS})$

$$(C \text{ Ácido sulfúrico } 0.1 \text{ N VS}) (25.0 \text{ mL}) = (0.09961\text{N}) (27.8 \text{ mL})$$

$$C \text{ Ácido sulfúrico } 0.1 \text{ N VS} = 0.110 \text{ N}$$

**-Valoración N°. 2:**

$$V \text{ gastado de NaOH } 0.1 \text{ N VS} = 27.9\text{mL}$$

$$C \text{ Ácido sulfúrico } 0.1 \text{ N VS } V \text{ Ácido sulfúrico} = (C \text{ Hidróxido de sodio } 0.09961\text{N VS}) (V \text{ NaOH } 0.0996 \text{ N VS})$$

$$C \text{ Ácido sulfúrico } (25.0 \text{ mL}) = (0.09961\text{N}) (27.9 \text{ mL})$$

$$C \text{ Ácido sulfúrico} = 0.111 \text{ N}$$

**-Valoración N°. 3:**

$$V \text{ gastado de Ácido sulfúrico } 0.1\text{N VS} = 27.8 \text{ mL}$$

$$(C \text{ Ácido sulfúrico } 0.1 \text{ N VS})(V \text{ Ácido sulfúrico } 0.1\text{N VS}) = (C \text{ NaOH } 0.09961\text{N})(V \text{ NaOH } 0.09961\text{N} )$$

$$(C \text{ Ácido sulfúrico } 0.1\text{N VS}) (25.0 \text{ mL}) = (0.09961\text{N}) (27.8 \text{ mL})$$

$$C \text{ Ácido sulfúrico} = 0.110 \text{ N}$$

$$N_{\text{Real}} = (0.110 + 0.111 + 0.110) \text{ N} / 3 = 0.110 \text{ N}$$

$$\text{Factor de Corrección (Fc)} = \frac{0.110 \text{ N}}{0.100 \text{ N}}$$

$$\text{Factor de Corrección (Fc)} = 1.100$$

- **Ácido sulfúrico 0.5N VS**<sub>(3)</sub>:

Medir con pipeta Morh 7.5 mL de ácido sulfúrico y adicionarlo lentamente y por las paredes a un matraz volumétrico con capacidad de 500.0 mL que contenga 400 mL de agua, dejar enfriar a temperatura ambiente, diluir con agua hasta la marca y mezclar bien.

**Cálculo de preparación**<sub>(3)</sub>:

7.5 mL ácido sulfúrico --- 0.1N ----- 500.0 mL

7.5mL ácido sulfúrico ----- 0.5N ---- 500 .0 mL

- **Estandarización**<sub>(3)</sub>:

Llenar una bureta de 25.0 mL con hidróxido de sodio 0.5N VS anteriormente preparado y estandarizado.

Transferir con una pipeta volumétrica de 25.0mL de ácido sulfúrico 0.5 N VS a un erlenmeyer de 125 mL, adicionar 2 gotas de fenolftaleína TS y agitar. Titular con hidróxido de sodio 0.5 N VS hasta el primer color rosa permanente luego anotar el volumen gastado.

Realizar este procedimiento para cada una de las 3 muestras.

Calcular la normalidad del ácido sulfúrico por medio de la siguiente fórmula:

$$V_1 C_1 = V_2 C_2$$

Donde:

V<sub>1</sub>= Volumen de ácido sulfúrico

C<sub>1</sub>= Concentración de ácido sulfúrico

V<sub>2</sub>= Volumen de hidróxido de sodio.

$C_2$  = Concentración de hidróxido de sodio.

**Cálculos de estandarización:**

$$V_{mx} = 25.0\text{mL}$$

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

**-Valoración N°. 1:**

V gastado de NaOH 0.5N VS = 25.0mL

$$(C \text{ Ácido sulfúrico } 0.5 \text{ N VS})(V \text{ Ácido sulfúrico } 0.5 \text{ N VS}) = (C \text{ NaOH } 0.5\text{N VS}) (V \text{ NaOH } 0.5\text{N VS})$$

$$(C \text{ Ácido sulfúrico } 0.5 \text{ N VS})(25.0 \text{ mL}) = (0.5\text{N})(25.0 \text{ mL})$$

$$C \text{ Ácido sulfúrico } 0.5 \text{ N VS} = 0.50 \text{ N}$$

**-Valoración N°. 2:**

V gastado de NaOH 0.5N VS = 25.0mL

$$(C \text{ Ácido sulfúrico } 0.5 \text{ N VS})(V \text{ Ácido sulfúrico } 0.5 \text{ N VS}) = (C \text{ NaOH } 0.5\text{N VS}) (V \text{ NaOH } 0.5\text{N VS})$$

$$(C \text{ Ácido sulfúrico } 0.5 \text{ N VS})(25.0 \text{ mL}) = (0.5\text{N})(25.0 \text{ mL})$$

$$C \text{ Ácido sulfúrico } 0.5 \text{ N VS} = 0.50 \text{ N}$$

**-Valoración N°. 3:**

V gastado de NaOH 0.5N VS = 25.0mL

$$(C \text{ Ácido sulfúrico } 0.5 \text{ N VS})(V \text{ Ácido sulfúrico } 0.5 \text{ N VS}) = (C \text{ NaOH } 0.5\text{N VS}) (V \text{ NaOH } 0.5\text{N VS})$$

$$(C \text{ \u00c1cido sulf\u00fabrico } 0.5 \text{ N VS})(25.0 \text{ mL}) = (0.5\text{N}) (25.0 \text{ mL})$$

$$C \text{ \u00c1cido sulf\u00fabrico } 0.5 \text{ N VS} = 0.50 \text{ N}$$

$$N_{\text{Real}} = (0.5 + 0.5 + 0.5) \text{ N} / 3 = 0.5 \text{ N}$$

$$\text{Factor de Correcci\u00f3n (Fc)} = \frac{0.5\text{N}}{0.5 \text{ N}}$$

$$\text{Factor de Correcci\u00f3n (Fc)} = 1.0$$

- **\u00c1cido \u00e1c\u00e9tico 0.1N VS** <sub>(11)</sub>:

Medir con pipeta Mor 5.7 mL de \u00e1cido ac\u00e9tico glacial y adicionarlo a un matraz volum\u00e9trico con capacidad de 1000.0 mL que contenga 600 mL de agua, dejar enfriar a temperatura ambiente, diluir con agua hasta la marca y mezclar bien.

- **Estandarizaci\u00f3n** <sub>(11)</sub>:

Llenar una bureta de 25.0 mL con el hidr\u00f3xido de sodio 0.1N anteriormente preparado y estandarizado.

Transferir con una pipeta volum\u00e9trica de 25.0 mL de \u00e1cido ac\u00e9tico glacial 0.1 N a un erlenmeyer de 125.0 mL, adicionar 2 gotas de fenolftale\u00edna TS y agitar.

Titular con hidr\u00f3xido de sodio 0.1N VS hasta el primer color rosa permanente luego Anotar el volumen gastado.

Realizar este procedimiento para cada una de las 3 muestras.

Calcular la normalidad del \u00e1cido ac\u00e9tico glacial por medio de la siguiente f\u00f3rmula:

$$V_1 C_1 = V_2 C_2$$

Donde:

$V_1$  = Volumen de ácido acético glacial 0.1N VS

$C_1$  = Concentración de ácido acético glacial 0.1N VS

$V_2$  = Volumen de hidróxido de sodio 0.09961N VS

$C_2$  = Concentración de hidróxido de sodio 0.09961N VS

**Cálculos de estandarización :**

$V_{mx}$  = 25.0mL de ácido acético glacial 0.1N VS

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

**-Valoración N°. 1:**

V gastado de NaOH 0.09961 N VS = 25.1 mL

$$(C \text{ Ácido acético } 0.1 \text{ N VS}) (V \text{ Ácido Acético } 0.1 \text{ N VS}) = (C \text{ NaOH } 0.09961 \text{ N VS}) (V \text{ NaOH } 0.09961 \text{ N VS})$$

$$C \text{ Ácido Acético } 0.1 \text{ N VS } (25.0 \text{ mL}) = (0.09961 \text{ N}) (25.1 \text{ mL})$$

$$C \text{ Ácido Acético } 0.1 \text{ N VS} = 0.100 \text{ N}$$

**-Valoración N°. 2:**

V gastado de NaOH 0.09961 N VS = 25.1 mL

$$(C \text{ Ácido acético } 0.1 \text{ N VS}) (V \text{ Ácido Acético } 0.1 \text{ N VS}) = (C \text{ NaOH } 0.09961 \text{ N VS}) (V \text{ NaOH } 0.09961 \text{ N VS})$$

$$(C \text{ Ácido acético } 0.1 \text{ N VS}) (25.0 \text{ mL}) = (0.09961 \text{ N}) (25.1 \text{ mL})$$

$$C \text{ Ácido acético } 0.1 \text{ N VS} = 0.100 \text{ N}$$

**-Valoración N°. 3:**

V gastado de NaOH 0.09961 N VS = 25.1 mL

(C Ácido acético 0.1 N VS ) (V Ácido Acético 0.1 N VS) = (C NaOH 0.09961 N VS ) (V NaOH 0.09961 N VS )

(C Ácido acético 0.1 N VS ) (25.0 mL) = (0.09961N) (25.1 mL)

C Ácido acético 0.1 N VS = 0.100 N

$N_{\text{Real}} = (0.100 + 0.100 + 0.100) N/3 = 0.100 N$

Factor de Corrección (Fc) =  $\frac{0.100 N}{0.100 N}$

Factor de Corrección (Fc) = 1.0

**ANEXO Nº 5**

**PREPARACIÓN DE SOLUCIONES BUFFER SEGÚN USP 30.**

**Sensibilidad**—Dejar caer una tira de 10 mm a 12 mm en un vaso de precipitados que contenga 100 mL de ácido 0,0005 *N* y revolver continuamente: el color del papel cambia dentro de los 45 segundos. El ácido 0,0005 *N* se prepara diluyendo 1 mL de ácido clorhídrico 0,1 *N* a 200 mL con agua purificada recién hervida y enfriada.

**Papel de Tornasol Rojo**—Por lo general, de un tamaño de aproximadamente 6 mm x 50 mm. El papel de tornasol rojo cumple con los requisitos de las pruebas para Fosfatos, Residuo de incineración y Ácidos de colofonia en Papel de Tornasol Azul.

**Sensibilidad**—Dejar caer una tira de 10 mm a 12 mm en un vaso de precipitados que contenga 100 mL de hidróxido de sodio 0,0005 *N* y revolver continuamente: el color del papel cambia dentro de los 30 segundos. El hidróxido de sodio 0,0005 *N* se prepara diluyendo 1 mL de hidróxido de sodio 0,1 *N* a 200 mL con agua purificada recién hervida y enfriada.

**Papel de Yodato-Almidón**—Usar una mezcla de volúmenes iguales de almidón SR y solución de yodato de potasio (1 en 20).

**Papel de Yoduro-Almidón**—Usar una solución de 500 mg de yoduro de potasio en 100 mL de almidón SR recién preparado.

## Soluciones

### SOLUCIONES AMORTIGUADORAS

Para llevar a cabo con éxito muchas de las pruebas y valoraciones farmacopéicas se requiere el ajuste del pH a un valor específico o su mantenimiento mediante el agregado de soluciones amortiguadoras. También se necesitan soluciones amortiguadoras estándar como soluciones de referencia para las mediciones de pH. En algunos casos y por practicidad, la preparación de estas soluciones se describe en los apartados donde se especifica su uso, por ejemplo, se describen cinco soluciones amortiguadoras de fosfato distintas en *Antibióticos—Valoraciones Microbiológicas* (81), y en las monografías individuales se describen soluciones amortiguadoras misceláneas para un fin particular.

Se dice que una solución está amortiguada si resiste los cambios en la actividad de un ión al agregarle sustancias que se espera que afecten actividad de ese ión. Los amortiguadores son sustancias o combinaciones de sustancias que otorgan esta resistencia a una solución. Las soluciones amortiguadas son sistemas en los que los iones están en equilibrio con sustancias capaces de capturarlos o liberarlos.

La capacidad amortiguadora se refiere a la cantidad de material que podría agregarse a una solución sin provocar un cambio significativo en la actividad iónica. La capacidad amortiguadora se define como la razón entre la cantidad de ácido o de base agregada (medida en equivalentes-gramo por litro) y el cambio de pH producido (medido en unidades de pH). La capacidad de una solución amortiguada se adapta a las condiciones de uso, normalmente mediante el ajuste de las concentraciones de las sustancias amortiguadoras.

Los amortiguadores se utilizan para establecer y mantener la actividad de un ión dentro de límites estrechos. Los sistemas amortiguadores más comunes se utilizan (a) para establecer la actividad del ión hidrógeno durante la calibración de medidores de pH, (b) en la preparación de formas farmacéuticas de isotonicidad aproximada, (c) en procedimientos analíticos y (d) para mantener la estabilidad de distintas formas farmacéuticas. Las soluciones amortiguadoras que se utilizan en sistemas fisiológicos se eligen cuidadosamente para que no interfieran con la actividad farmacológica del medicamento o la función normal del organismo. Es fundamental que las soluciones amortiguadoras que se utilizan en el análisis químico sean compatibles con las sustancias a determinar y con los reactivos utilizados.

**Soluciones Amortiguadoras Estándar**—En el comercio se encuentran disponibles soluciones estandarizadas de pH definido, ya preparadas a partir de los reactivos adecuados. También pueden obtenerse comercialmente soluciones amortiguadoras, tabletas amortiguadoras y sólidos amortiguadores en forma preenvasada.

Dichas preparaciones están disponibles para toda la gama de trabajos de análisis farmacéutico, pero no se recomienda su uso en la calibración de medidores de pH (ver *pH* (791)).

Los reactivos necesarios se describen en la sección *Reactivos*. Secar previamente los reactivos cristalinos, excepto en el caso del ácido bórico, a una temperatura de 110° a 120° durante 1 hora.

**NOTA**—Cuando en las determinaciones de pH se especifique el uso de agua para la disolución o dilución de sustancias de prueba, usar agua exenta de dióxido de carbono.

Almacenar las soluciones preparadas en envases impermeables, químicamente resistentes, como por ejemplo frascos de vidrio Tipo I. Usar las soluciones dentro de los 3 meses de preparadas.

Las *Soluciones Amortiguadoras Estándar* para distintos intervalos entre pH 1,2 y 10,0 pueden prepararse mediante combinaciones adecuadas de las soluciones descritas en esta sección, en las proporciones que se indican en la tabla adjunta. Los volúmenes que se indican en la tabla son para 200 mL de solución amortiguadora, excepto los volúmenes que se indican para la *Solución Amortiguadora de Acetato* que se utilizan para preparar 1000 mL de solución amortiguadora.

1. **Ácido Clorhídrico, 0,2 M, e Hidróxido de Sodio, 0,2 M**—Preparar y normalizar según se indica en *Soluciones Volumétricas*.
2. **Bifalato de Potasio, 0,2 M**—Disolver 40,85 g de bifalato de potasio [KHC<sub>2</sub>H<sub>3</sub>(COO)<sub>2</sub>] en agua y diluir con agua hasta 1000 mL.
3. **Fosfato de Potasio, Monobásico, 0,2 M**—Disolver 27,22 g de fosfato monobásico de potasio [KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>] en agua y diluir con agua hasta 1000 mL.
4. **Ácido Bórico y Cloruro de Potasio, 0,2 M**—Disolver 12,37 g de ácido bórico (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) y 14,91 g de cloruro de potasio (KCl) en agua y diluir con agua hasta 1000 mL.
5. **Cloruro de Potasio, 0,2 M**—Disolver 14,91 g de cloruro de potasio (KCl) en agua y diluir con agua hasta 1000 mL.
6. **Ácido Acético, 2 N**—Preparar y normalizar según se indica en *Soluciones Volumétricas*.

### Composición de Soluciones Amortiguadoras Estándar

#### Solución Amortiguadora de Ácido Clorhídrico

Colocar 50 mL de la solución de cloruro de potasio en un matraz volumétrico de 200 mL, agregar el volumen especificado de la solución de ácido clorhídrico, después agregar agua a volumen.

pH	1,2	1,3	1,4	1,5	1,6	1,7	1,8	1,9	2,0	2,1	2,2
HCl 0,2 M, mL.	85,0	67,2	53,2	41,4	32,4	26,0	20,4	16,2	13,0	10,2	7,8

*Solución Amortiguadora Ácida de Ftalato*

Colocar 50 mL de la solución de biftalato de potasio en un matraz volumétrico de 200 mL, agregar el volumen especificado de la solución de ácido clorhídrico, después agregar agua a volumen.

pH	2,2	2,4	2,6	2,8	3,0	3,2	3,4	3,6	3,8	4,0
HCl 0,2 M, mL	49,5	42,2	35,4	28,9	22,3	15,7	10,4	6,3	2,9	0,1

*Solución Amortiguadora Neutralizada de Ftalato*

Colocar 50 mL de la solución de biftalato de potasio en un matraz volumétrico de 200 mL, agregar el volumen especificado de la solución de hidróxido de sodio, después agregar agua a volumen.

pH	4,2	4,4	4,6	4,8	5,0	5,2	5,4	5,6	5,8
NaOH 0,2 M, mL	3,0	6,6	11,1	16,5	22,6	28,8	34,1	38,8	42,3

*Solución Amortiguadora de Fosfato*

Colocar 50 mL de la solución de fosfato monobásico de potasio en un matraz volumétrico de 200 mL, agregar el volumen especificado de la solución de hidróxido de sodio, después agregar agua a volumen.

pH	5,8	6,0	6,2	6,4	6,6	6,8	7,0	7,2	7,4	7,6	7,8	8,0
NaOH 0,2 M, mL	3,6	5,6	8,1	11,6	16,4	22,4	29,1	34,7	39,1	42,4	44,5	46,1

*Solución Amortiguadora Alcalina de Borato*

Colocar 50 mL de la solución de ácido bórico en un matraz volumétrico de 200 mL, agregar el volumen especificado de la solución de hidróxido de sodio, después añadir agua a volumen.

pH	8,0	8,2	8,4	8,6	8,8	9,0	9,2	9,4	9,6	9,8	10,0
NaOH 0,2 M, mL	3,9	6,0	8,6	11,8	15,8	20,8	26,4	32,1	36,9	40,6	43,7

*Solución Amortiguadora de Acetato*

Colocar la cantidad especificada de acetato de sodio  $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  en un matraz volumétrico de 1000 mL, agregar el volumen especificado de la solución de ácido acético, después agregar agua a volumen e inocular.

pH	4,1	4,3	4,5	4,7	4,9	5,1	5,2	5,3	5,4	5,5
pH (medido)	4,10	4,29	4,51	4,70	4,90	5,11	5,18	5,30	5,40	5,48
$\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , g	1,5	1,99	2,99	3,59	4,34	5,08	5,23	5,61	5,76	5,98
2 N $\text{CH}_3\text{COOH}$ , mL	19,5	17,7	14,0	11,8	9,1	6,3	5,8	4,4	3,8	3,0

**SOLUCIONES COLORIMÉTRICAS (SC)**

(Para la Preparación de Líquidos de Comparación, ver *Color y Acromatismo* (631).)

Estas soluciones se utilizan en la preparación de los estándares colorimétricos para ciertos fármacos y para las pruebas de carbonización con ácido sulfúrico que se especifican en varias monografías. Almacenar las soluciones en recipientes impermeables y resistentes adecuados.

La comparación de colores según se indica en las Pruebas farmacopeicas se realiza preferentemente en tubos pareados para comparación de color o en un colorímetro adecuado en condiciones que aseguren que la solución colorimétrica de referencia y la solución de la muestra en análisis son tratadas de la misma forma en todos los aspectos. La comparación de los colores se realiza de forma óptima en capas de igual profundidad, observados transversalmente contra un fondo blanco (ver también *Comparación Visual en Espectrofotometría y Dispersión de Luz* (851)). Es especialmente importante que las soluciones se comparen a la misma temperatura, preferentemente a 25°.

**Cloruro Cobaltoso SC**—Disolver aproximadamente 65 g de cloruro cobaltoso ( $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) en una cantidad suficiente de una mezcla de 25 mL de ácido clorhídrico y 975 mL de agua para obtener 1000 mL. Pipetear 5 mL de esta solución y transferir a un matraz de yodo de 250 mL, agregar 5 mL de peróxido de hidrógeno SR y 15 mL de solución de hidróxido de sodio (1 en 5), calentar a ebullición durante 10 minutos, enfriar y agregar 2 g de yoduro de potasio y 20 mL de ácido sulfúrico diluido (1 en 4). Una vez disuelto el precipitado, valorar el yodo liberado con tiosulfato de sodio 0,1 N SV, agregando 3 mL de almidón SR como indicador. Realizar una determinación con un blanco con las mismas cantidades de los mismos reactivos y hacer las correcciones necesarias. Cada mL de tiosulfato de sodio 0,1 N equivale a 23,79 mg de  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .

Ajustar el volumen final de la solución agregando una cantidad suficiente de la mezcla de ácido clorhídrico y agua de manera que cada mL contenga 59,5 mg de  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .

**Cloruro Férrico SC**—Disolver aproximadamente 55 g de cloruro férrico ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) en una cantidad suficiente de una mezcla de 25 mL de ácido clorhídrico y 975 mL de agua para obtener 1000 mL. Pipetear 10 mL de esta solución y transferir a un matraz de yodo de 250 mL, agregar 15 mL de agua, 3 g de yoduro de potasio y 5 mL de ácido clorhídrico y dejar la mezcla en reposo durante 15 minutos. Diluir con 100 mL de agua y valorar el yodo liberado con tiosulfato de sodio 0,1 N SV, agregando 3 mL de almidón SR como indicador. Realizar una determinación con un blanco con las mismas cantidades de los mismos reactivos y hacer las correcciones necesarias. Cada mL de tiosulfato de sodio 0,1 N equivale a 27,03 mg de  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Ajustar el volumen final de la solución agregando una cantidad suficiente de la mezcla de ácido clorhídrico y agua de manera que cada mL contenga 45,0 mg de  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .

**Sulfato Cúprico SC**—Disolver aproximadamente 65 g de sulfato cúprico ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) en una cantidad suficiente de una mezcla de 25 mL de ácido clorhídrico y 975 mL de agua para obtener 1000 mL. Pipetear 10 mL de esta solución y transferir a un matraz de yodo de 250 mL, agregar 40 mL de agua, 4 mL de ácido acético, 3 g de yoduro de potasio y 5 mL de ácido clorhídrico y valorar el yodo liberado con tiosulfato de sodio 0,1 N SV, agregando 3 mL de almidón SR como indicador. Realizar una determinación con un blanco con las mismas cantidades de los mismos reactivos y hacer las correcciones necesarias. Cada mL de tiosulfato de sodio 0,1 N equivale a 24,97 mg de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ . Ajustar el volumen final de la solución agregando una cantidad suficiente de la mezcla de ácido clorhídrico y agua de manera que cada mL contenga 62,4 mg de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .

**ANEXO Nº 6**

**MONOGRAFIA DE LA MATERIA PRIMA ACIDO ACETIL SALICÍLICO.**

Hierro (241): 0,001%.

Metales pesados, Método II (231): 0,001%.

Pureza cromatográfica—

**Adsorbente:** una capa de mezcla de gel de sílice para cromatografía de 0,25 mm de espesor.

**Solución de aptitud del sistema—**Disolver en 2 mL de amoníaco SR, 10 mg de ER Ácido Aspártico USP y 10 mg de ácido glutámico, ambos pesados con exactitud, diluir con agua hasta 25,0 mL y mezclar.

**Solución de prueba—**Transferir 0,1 g de Ácido Aspártico a un matraz volumétrico de 10 mL, disolver en 2 mL de solución de amoníaco al 17% (preparada diluyendo hidróxido de amonio, 6 en 10), diluir a volumen con agua y mezclar.

**Solución estándar—**Transferir 5 mg de ER Ácido Aspártico USP a un matraz volumétrico de 100 mL, disolver en 2 mL de solución de amoníaco al 17% (preparada diluyendo hidróxido de amonio, 6 en 10), diluir a volumen con agua y mezclar.

**Volumen de aplicación:** 5 µL.

**Fase móvil:** una mezcla de alcohol butílico, ácido acético glacial y agua (6:2:2).

**Reactivo para rociado—**Disolver 0,2 g de ninhidrina en 100 mL de una mezcla de alcohol butílico y ácido acético 2N (95:5).

**Procedimiento—**Proceder según se indica en *Cromatografía en Capa Delgada en Cromatografía* (621), excepto que se debe secar la placa a 80° durante 30 minutos, rociar con **Reactivo para rociado**, y calentar a 80° durante 30 minutos. Examinar la placa bajo luz blanca. El cromatograma obtenido de la **Solución de aptitud del sistema** muestra dos manchas claramente separadas, y ninguna mancha secundaria en el cromatograma de la **Solución de prueba** es mayor o más intensa que la mancha principal en el cromatograma de la **Solución estándar**; no se encuentra más de 0,5% de ninguna impureza individual y la suma de todas las impurezas no es más de 2,0%.

**Impurezas orgánicas volátiles, Método IV (467):** cumple con los requisitos.

**Solución estándar—**Preparar una solución en agua exenta de sustancias orgánicas que contenga, en cada mL, 2,4 µg de cloruro de metileno, 1,5 µg de 1,4-dioxano, 0,32 µg de tricloroetileno y 0,24 µg de cloroformo. Preparar a diario.

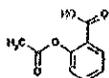
**Solución de prueba—**Disolver una porción del material, pesada con exactitud, en agua exenta de sustancias orgánicas, con la ayuda de un baño de agua aproximadamente a 45°, si fuera necesario, para obtener una solución final con una concentración conocida de aproximadamente 4 mg por mL.

(Oficial hasta el 1° de julio de 2007)

**Valoración—**Transferir aproximadamente 0,1 g de Ácido Aspártico, pesados con exactitud, a un matraz de 125 mL y disolver en 50 mL de agua libre de dióxido de carbono, calentando levemente, si fuera necesario. Enfriar, agregar 0,1 mL de azul de bromotimol SR y valorar con hidróxido de sodio 0,1N SV hasta que el color cambie de amarillo a azul. Realizar una determinación con un blanco y hacer las correcciones necesarias (ver *Valoraciones Volumétricas Residuales en Volumetría* (541)). Cada mL de hidróxido de sodio 0,1N equivale a 13,31 mg de C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>NO<sub>4</sub>.

## Aspirina

DCI: (Ácido Acetil Salicílico)



C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>O<sub>4</sub>, 180,16

Benzoic acid, 2-(acetyloxy)-

Acetato de ácido salicílico [50-78-2].

» La Aspirina contiene no menos de 99,5 por ciento y no más de 100,5 por ciento de C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>O<sub>4</sub>, calculado con respecto a la sustancia seca.

**Envasado y almacenamiento—**Conservar en envases impermeables.

**Estándares de referencia USP (11)—**ER Aspirina USP.

**Identificación—**

A: Calentarla con agua durante varios minutos, enfriar y agregar 1 ó 2 gotas de cloruro férrico SR: se produce un color rojo-violáceo.

B: **Absorción en el Infrarrojo** (197K).

**Pérdida por secado (731)—**Secar sobre gel de sílice durante 5 horas: no pierde más de 0,5% de su peso.

**Sustancias fácilmente carbonizables (271)—**Disolver 500 mg en 5 mL de ácido sulfúrico SR: la solución no tiene un color más intenso que el **Líquido de Comparación Q**.

**Residuo de Incineración (281):** no más de 0,05%.

**Sustancias insolubles en carbonato de sodio SR—**Una solución tibia de 500 mg en 10 mL de carbonato de sodio SR es transparente.

**Cloruros (221)—**Calentar a ebullición 1,5 g con 75 mL de agua durante 5 minutos, enfriar, agregar suficiente agua para restaurar el volumen original y filtrar. Una porción de 25 mL del filtrado no muestra más cloruro que el correspondiente a 0,10 mL de ácido clorhídrico 0,020N (0,014%).

**Sulfatos—**Disolver 6,0 g en 37 mL de acetona y agregar 3 mL de agua. Valorar potenciométricamente con perclorato de plomo 0,02M, preparado disolviendo 9,20 g de perclorato de plomo en agua para proporcionar 1000 mL de solución, utilizando un medidor de pH capaz de una reproducibilidad mínima de ±0,1 mV (ver *pH* (791)) equipado con un sistema de electrodos compuesto por un electrodo específico para plomo y un electrodo de referencia de plata-cloruro de plata de cámara de vidrio que contenga una solución 1 en 44 de perclorato de tetraetilamonio en ácido acético glacial (ver *Volumetría* (541)); no se consume más de 1,25 mL de perclorato de plomo 0,02M (0,04%). [NOTA—Después de su utilización, lavar con agua el electrodo específico para plomo, vaciar el electrodo de referencia, lavar con un chorro de agua, enjuagar con metanol y dejar secar.]

**Metales pesados—**Disolver 2 g en 25 mL de acetona y agregar 1 mL de agua. Agregar 1,2 mL de tioacetamida-glicerina básica SR y 2 mL de **Solución Amortiguadora de Acetato de pH 3,5** (ver *Metales pesados* (231)) y dejar reposar durante 5 minutos: cualquier color que se produzca no es más oscuro que el de un control preparado con 25 mL de acetona y 2 mL de **Solución de Plomo Estándar** (ver *Metales pesados* (231)), tratado de la misma manera. El límite es de 10 µg por g.

**Fonte de ácido salicílico libre—**Disolver 2,5 g en suficiente alcohol para obtener 25,0 mL. Agregar 48 mL de agua y 1 mL de solución de sulfato férrico amónico diluido recién preparado (preparar agregando 1 mL de ácido clorhídrico 1N a 2 mL de sulfato férrico amónico SR y diluir con agua hasta 100 mL) a cada uno de un par tubos idénticos para comparación de color. Por medio de una pipeta, transferir a un tubo 1 mL de una solución estándar de ácido salicílico en agua, con 0,10 mg de ácido salicílico por mL. Pipetear 1 mL de la solución 1 en 10 de Aspirina y transferirlo al segundo tubo. Mezclar los contenidos de cada tubo; después de 30 segundos, el color del segundo tubo no es más intenso que el del tubo que contiene el ácido salicílico (0,1%).

**Impurezas orgánicas volátiles, Método IV (467):** cumple con los requisitos.

(Oficial hasta el 1° de julio de 2007)

**Valoración—**Colocar aproximadamente 1,5 g de Aspirina, pesados con exactitud, en un matraz, agregar 50,0 mL de hidróxido de sodio 0,5N SV y calentar la mezcla a ebullición moderada durante 10 minutos. Agregar fenolftaleína SR y valorar el exceso de hidróxido de sodio con ácido sulfúrico 0,5N SV. Realizar una determinación con un blanco (ver *Valoraciones Volumétricas Residuales en Volumetría* (541)). Cada mL de hidróxido de sodio 0,5N es equivalente a 45,04 mg de C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>O<sub>4</sub>.

**ANEXO N° 7**

**LISTADO DE REACTIVOS, MATERIA PRIMA, MATERIALES Y  
EQUIPO**

## **LISTADO DE REACTIVOS, MATERIA PRIMA, MATERIALES Y EQUIPOS**

### **Reactivos:**

- Ácido acético 0.1N VS
- Ácido bórico 0.2M
- Ácido clorhídrico 0.2M
- Ácido clorhídrico 0.1N VS
- Agua destilada
- Ácido sulfúrico 0.1N VS
- Ácido sulfúrico 0.5N VS.
- Biftalato de potasio
- Cloruro de potasio 0.2M VS
- Etanol al 90°
- Fosfato monobásico de potasio 0.2M .
- Hidróxido de sodio 0.1N VS
- Hidróxido de sodio 0.2M .
- Hipoclorito de sodio al 10%.
- Solución de fenolftaleína TS.

### **Materia prima**

- Ácido acetil salicílico DC90 precompactado.

**Materiales:**

- Balones volumétricos de 25.0mL
- Balones volumétricos de 250.0 mL
- Balones volumétricos de 250.0 mL
- Balones volumétricos de 500.0mL
- Bureta con capacidad de 50.0mL
- Beaker de 30 mL
- Pipeta volumétrica de 25.0mL
- Beaker de 150 mL
- Beaker de 400 mL
- Crisol de porcelana
- Erlenmeyer de 125 mL
- Pinza para bureta
- Pizeta
- Soporte metálico
- Mascarilla
- Papel toalla
- Guantes de latex

**Equipo:**

- Agitador magnético
- Balanza analítica
- Balanza semianalítica
- Balanza granataria
- Estufa
- Hot place
- pHmetro