

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA



Universidad de El Salvador

Hacia la libertad por la cultura

PROPUESTA DE UN INDICADOR VEGETAL ÁCIDO-BASE A PARTIR DE LAS FLORES DE: ***Tecoma stans*** (San Andrés) y ***Jacaranda mimosifolia*** (Jacaranda).

TRABAJO DE GRADUACIÓN PRESENTADO POR:

JACQUELINE ROXANA HERRERA CORNEJO

OSCAR ALBERTO LÓPEZ MARAVILLA

16 DE FEBRERO
DE 1841

HACIA LA
LIBERTAD

POR LA
CULTURA

PARA OPTAR AL GRADO DE:

LICENCIATURA EN QUÍMICA Y FARMACIA

DICIEMBRE DE 2007

SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMÉRICA.



©2004, DERECHOS RESERVADOS

Prohibida la reproducción total o parcial de este documento,
sin la autorización escrita de la Universidad de El Salvador

<http://virtual.ues.edu.sv/>

SISTEMA BIBLIOTECARIO, UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

Rector

MSc. Rufino Antonio Quezada Sánchez

Secretario General

Lic. Douglas Vladimir Alfaro Chávez

FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA

Decano

Lic. Salvador Castillo Arévalo

Secretaria

Licda. Morena Lizette Martínez de Díaz

COMITÉ DE TRABAJO DE GRADUACIÓN

Coordinadora General

Licda. María Concepción Odette Rauda Acevedo

Asesora de Área de Control de Calidad de Productos Farmacéuticos, Cosméticos y Veterinarios

Licda. Zenia Ivonne Arévalo de Márquez

Asesora de Área de Gestión Ambiental: Toxicología y Química Legal

Licda. María Luisa Ortiz de López

Docentes Directores

Lic. Arturo Alfonso García Mazzini

Lic. Guillermo Antonio Castillo Ruíz

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar le damos las gracias a Dios Todopoderoso y a la Virgen María por haber culminado con éxito nuestra carrera profesional.

A nuestros padres, hermanos, familiares y amigos por brindarnos su apoyo incondicional a lo largo de nuestra carrera académica.

A nuestros docentes directores Lic. Arturo Alfonso García Mazzini y Lic. Guillermo Antonio Castillo Ruíz, por habernos asesorado aportando sus conocimientos durante nuestro trabajo de graduación.

A la coordinadora general de trabajos de graduación Licda. María Concepción Odette Rauda Acevedo y a los jurados Licda. Zenia Ivonne Arévalo de Márquez y Licda. María Luisa Ortiz de López, por haber realizado las observaciones necesarias, y así presentar un excelente trabajo de graduación.

Finalmente agradecemos el apoyo de todo el personal de la Facultad de Química y Farmacia que se vieron involucrados en nuestro proyecto.

MUCHAS GRACIAS...

Con mucho cariño: Jacqueline Herrera

Oscar López

DEDICATORIA

Se lo dedico en primer lugar a Diosito y a la Virgen María por iluminarme y bendecirme siempre, por darme la oportunidad de culminar con éxito mi carrera universitaria.

A mis padres Juan Francisco Herrera y María Teresa de Herrera por su amor, comprensión, sus consejos, porque siempre han estado conmigo apoyándome en todas mis decisiones, por sus oraciones para que todo me saliera muy bien.

A mi hermanito Iván Francisco Herrera Cornejo porque siempre me ha ayudado, me cuida y me quiere mucho, brindándome su apoyo y comprensión.

A mi novio Raúl Ernesto Ayala por su amor, su paciencia, por acompañarme y estar a mi lado ayudándome.

A mis abuelitos y a todas aquellas personas que me apoyaron y creyeron en mí, que me dieron su amistad sincera y de los cuales he aprendido mucho.

A mi compañero de tesis y amigo Oscarito por su paciencia y tenacidad en la realización de nuestro trabajo de graduación.

A todos ellos les dedico este triunfo.

Jacqueline

DEDICATORIA

A Dios todo poderoso por darme sabiduría, paciencia y llenarme de bendiciones, ya que gracias a su voluntad me ha permitido culminar con éxito una de muchas metas propuestas en mi vida.

A mis padres Oscar López Flores y Concepción Maravilla de López, por haberme dado la vida y por todo el apoyo, amor, confianza y educación que me han brindado siempre, además por sus consejos y fomentar en mi el deseo de superación.

A mis hermanos Henry Alexander y Edwin Antonio por quererme y apoyarme cada vez que lo he necesitado.

A mis abuelos por aconsejarme y por tenerme siempre en sus oraciones.

A mi novia Lucia Lara Gómez por todo su amor, comprensión y por estar conmigo en todo momento.

A mi compañera de tesis Jacqueline por brindarme su amistad incondicional y por depositar su confianza en mí para realizar este trabajo de graduación, y a todas las personas y amistades que me dieron su apoyo, cariño y que creyeron en mí.

A TODOS ELLOS MUCHAS GRACIAS

Oscar

ÍNDICE

	Pág.
Resumen	
Capítulo I	
1.0 Introducción	xviii
Capítulo II	
2.0 Objetivos	20
2.1 Objetivo General	20
2.2 Objetivos Específicos	20
Capítulo III	
3.0 Marco Teórico	22
3.1 Jacaranda. Generalidades	22
3.1.1 Propiedades Medicinales de Jacaranda	25
3.2 San Andrés. Generalidades	26
3.2.1 Propiedades Medicinales de San Andrés	27
3.3 Teorías de Ácidos y Bases	28
3.3.1 Teoría de Svante August Arrhenius	28
3.3.2 Teoría de Bronsted-Lowry	30
3.3.3 Teoría de Gilbert Newton Lewis	31
3.4 pH	32
3.4.1 Medida del pH	33
3.5 Titulaciones volumétricas	33

3.6 Indicadores Químicos Ácido-Base	34
3.6.1 Indicadores Químicos Ácido-Base Naturales	36
3.7 Colorantes de las Flores	36
3.7.1 Las Flores como Indicadores Químicos	37
Capítulo IV	
4.0 Diseño Metodológico	40
4.1 Tipo de Estudio	40
4.2 Investigación Bibliográfica	40
4.3 Investigación de Campo	40
4.4 Universo	41
4.5 Muestreo	41
4.6 Tamaño de la Muestra	41
4.7 Parte Experimental	41
4.7.1 Proceso de Extracción del Colorante	43
4.7.2 Pruebas Preliminares	43
4.7.3 Determinación de una Escala de pH	44
4.7.4 Titulación Ácido-Base	45
Capítulo V	
5.0 Resultados y Discusión de Resultados	48
Capítulo VI	
6.0 Conclusiones	65

Capítulo VII

7.0 Recomendaciones

68

Bibliografía

Glosario

Anexos

ÍNDICE DE ANEXOS

Anexo N°

1. Cristalería, materiales, equipos y reactivos.
2. Preparación de reactivos.
3. Estandarización de reactivos.
4. Cálculos para preparación de reactivos.
5. Cálculos para la obtención del punto de equivalencia graficando la primera y segunda derivada a partir de los datos obtenidos en la titulación ácido fuerte-base fuerte del extracto etanólico de ***Jacaranda mimosifolia*** (Jacaranda).
6. Cálculos para la obtención del punto de equivalencia graficando la primera y segunda derivada a partir de los datos obtenidos en la titulación ácido débil-base fuerte del extracto etanólico de ***Jacaranda mimosifolia*** (Jacaranda).
7. Árboles y flores de ***Jacaranda mimosifolia*** (Jacaranda) y ***Tecoma stans*** (San Andrés) en el lugar de su recolección.
8. Pruebas preliminares en medio ácido y básico.
9. Escala de pH.
10. Titulaciones ácido-base.
11. Especificaciones del equipo utilizado.

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro N°

1. Coloración de los extractos obtenidos en el proceso de extracción.
2. Pruebas preliminares de los extractos en medio ácido y básico.
3. Escala de pH obtenida de ***Tecoma stans*** (San Andrés) y ***Jacaranda mimosifolia*** (Jacaranda).
4. Resultado de pH y su coloración en la valoración Ácido fuerte-Base fuerte con extracto de ***Jacaranda mimosifolia*** (Jacaranda).
5. Datos para obtener la gráfica de titulación Ácido Fuerte (Ácido Clorhídrico 0.1 N)-Base Fuerte (Hidróxido de Sodio 0.1 N).
6. Resultado de pH y su coloración en la valoración Ácido débil- Base fuerte con extracto de ***Jacaranda mimosifolia*** (Jacaranda).
7. Datos para obtener la gráfica de Titulación Ácido Débil (Ácido Acético 0.1 N)-Base Fuerte (Hidróxido de Sodio 0.1 N).
8. Estabilidad física.
9. Preparación de reactivos.

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura N°

1. Árboles de *Jacaranda mimosifolia* (Jacaranda).
2. Flores de *Jacaranda mimosifolia* (jacaranda).
3. Árbol de *Tecoma stans* (San Andrés).
4. Flores de *Tecoma stans* (San Andrés).
5. Esquema del método de extracción.
6. Gráfica de la curva de titulación ácido fuerte-base fuerte.
7. Gráfico de titulación ácido fuerte-base fuerte $\Delta\text{pH} / \Delta\text{V}$ vrs Volumen de Hidróxido de Sodio 0.1N.
8. Gráfico de titulación ácido fuerte-base fuerte $\Delta^2\text{pH} / \Delta^2\text{V}$ vrs Volumen de Hidróxido de Sodio 0.1N.
9. Gráfica de la curva de titulación ácido débil-base fuerte.
10. Gráfico de titulación ácido débil-base fuerte $\Delta\text{pH} / \Delta\text{V}$ vrs Volumen de Hidróxido de Sodio 0.1N.
11. Gráfico de titulación ácido débil-base fuerte $\Delta^2\text{pH} / \Delta^2\text{V}$ vrs Volumen de Hidróxido de Sodio 0.1N.
12. Árbol de Jacaranda en el lugar de recolección.
13. Racimo de flores de Jacaranda cortadas en la recolección.
14. Árbol de San Andrés en el lugar de recolección.
15. Flor de San Andrés en la recolección.

16. Prueba preliminar con Ácido Clorhídrico 0.1N antes de agregar extracto de Jacaranda **(A)** y después de agregar extracto alcohólico de Jacaranda **(B)**.
17. Prueba preliminar con Hidróxido de Potasio 0.1N antes de agregar extracto de Jacaranda **(A)** y después de agregar extracto de Jacaranda **(B)**.
18. Prueba preliminar con Ácido Acético 0.1N antes de agregar extracto de Jacaranda **(A)** y después de agregar extracto de Jacaranda **(B)**.
19. Prueba preliminar con Ácido Clorhídrico 0.1N antes de agregar extracto de San Andrés **(A)** y después de agregar extracto de Jacaranda **(B)**.
20. Prueba preliminar con Hidróxido de Potasio 0.1N antes de agregar extracto de San Andrés **(A)** y después de agregar extracto de Jacaranda **(B)**.
21. Prueba preliminar con Ácido Acético 0.1N antes de agregar extracto de San Andrés **(A)** y después de agregar extracto de Jacaranda **(B)**.
22. Escala de pH (1 a 6) obtenida con el extracto de Jacaranda.
23. Escala de pH (7 a 13) obtenida con extracto de Jacaranda.
24. Escala de pH (1 a 8) obtenida con el extracto de San Andrés.
25. Escala de pH (9 a 12) obtenida con el extracto de San Andrés.
26. Titulación ácido fuerte-base fuerte con indicador de Jacaranda antes del punto final de la valoración **(A)** y después del punto final **(B)**.
27. Titulación ácido débil-base fuerte con indicador de Jacaranda antes del punto final de la valoración **(A)** y después del punto final **(B)**.

RESUMEN

El presente trabajo tiene por objeto obtener un indicador vegetal ácido-base a partir de las flores de *Tecoma stans* (San Andrés) y *Jacaranda mimosifolia* (Jacaranda), las cuales poseen pigmentos llamados antocianinas.

Estas sustancias pueden modificar su estructura, presentando diversas coloraciones según el pH de la solución en la que se encuentren, debido a esta propiedad pueden ser utilizados como indicadores ácido-base.

Para la realización de este trabajo de investigación se procedió de la siguiente manera: Primero se recolectaron las flores de las especies en estudio, escogiendo las más frescas y que presentaron coloración uniforme. Se sometieron al proceso de extracción del colorante por medio del método de maceración utilizando como solvente etanol levemente acidificado.

Luego se realizaron las pruebas preliminares a los extractos obtenidos, en medio ácido y básico, en las cuales se observó el cambio en la coloración del extracto en dichos medios. También se determinó que no se puede realizar una escala de pH con los extractos obtenidos, ya que no presentaron cambio en su coloración frente a las diferentes soluciones buffer. Finalmente se utilizó el extracto de Jacaranda como indicador ácido-base en las titulaciones: ácido fuerte-base fuerte (ácido clorhídrico 0.1 N-hidróxido de sodio 0.1 N) y ácido débil-base fuerte (ácido acético 0.1 N-hidróxido de sodio 0.1 N) para observar el punto final y luego determinar gráficamente el punto de equivalencia de las valoraciones.

Después de haber desarrollado la metodología del presente trabajo de investigación y obtener resultados favorables únicamente con el extracto etanólico levemente acidificado de las flores de ***Jacaranda mimosifolia*** (Jacaranda), se concluye que dicho extracto puede ser utilizado como indicador vegetal ácido-base, por lo tanto se recomienda su uso para realizar análisis que involucren titulaciones ácido fuerte-base fuerte y ácido débil-base fuerte.

CAPITULO I
INTRODUCCIÓN

INTRODUCCIÓN

Algunos científicos se han encargado de realizar diferentes estudios químicos con extractos de las diferentes partes de las plantas que cambian de color en presencia de soluciones acuosas a diferentes concentraciones de H^+ , estos cambios se observan debido a que las plantas poseen sustancias con propiedades colorimétricas muy bien definidas, que son capaces de provocar cambios de coloración en sustancias ácidas y básicas, por lo que son llamados indicadores naturales.

Estas propiedades son una alternativa potencial para poder obtener indicadores en el país, por lo que la investigación estuvo orientada al aprovechamiento de la riqueza natural con la obtención de indicadores ácido-base a partir de las flores de *Tecoma stans* (San Andrés) y *Jacaranda mimosifolia* (Jacaranda).

La investigación se llevó a cabo por medio de la extracción del colorante que poseen las flores de las plantas antes mencionadas y se realizaron las pruebas preliminares al extracto etanólico con ácido fuerte, ácido débil, base fuerte y las pruebas pertinentes en rangos de pH de 1 hasta 13, luego se procedió a realizar la titulación volumétrica ácido fuerte-base fuerte y ácido débil-base fuerte, posteriormente se graficó una curva de titulación. Estas pruebas se hicieron en los laboratorios de la Facultad de Química y Farmacia en los meses comprendidos de julio a septiembre del presente año.

CAPITULO II

OBJETIVOS

2.0 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GENERAL:

Proponer un indicador vegetal ácido-base a partir de las flores de *Tecoma stans* (San Andrés) y *Jacaranda mimosifolia* (Jacaranda).

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

2.2.1 Realizar la extracción del colorante por el método de maceración utilizando como solvente alcohol etílico acidificado.

2.2.2 Obtener un indicador en solución y comprobar el cambio de color en rangos de pH desde 1 hasta 13.

2.2.3 Aplicar el indicador en titulaciones ácido-base con soluciones acuosas: Ácido fuerte-Base fuerte y Ácido débil-Base fuerte.

2.2.4 Elaborar curvas potenciométricas de las valoraciones ácido-base en los rangos de pH seleccionados.

CAPITULO III
MARCO TEÓRICO

3.0 MARCO TEÓRICO

3.1 JACARANDA. GENERALIDADES ⁽¹²⁾



Figura N° 1. Árboles de Jacaranda



Figura N° 2. Flores de Jacaranda

Nombre científico o latino: Jacaranda mimosifolia D.

Nombre común o vulgar: Jacarandá, Palisandro, Tarco.

Sinónimo: Jacaranda ovalifolia.

Familia: Bignoniáceas.

Origen: Brasil, Paraguay y norte de Argentina.

Etimología: El nombre del género deriva de la denominación original que se le daba a esta planta en Brasil.

Descripción.

Tamaño: Medio. De 6 a 10 m de altura y de 4 a 6 m de diámetro de copa. Puede sobrepasar los 25 m.

Hojas: Perennes de color verde grisáceo, parecidas a las de un helecho, opuestas, bipinnadas, de 15 a 30cm. de largo, con 16 o más pares de divisiones que portan cada una de 12 a 24 pares de folíolos oblongos, de un centímetro de largo.

Flores: Color azul o lila, de 5 cm de largo, en racimos al extremo de las ramas hasta de 25 cm de largo. Cubren todo el árbol. La floración se produce de mayo a junio, antes que la foliación, y a veces tiene una segunda floración, más escasa, hacia septiembre u octubre. Tiene una floración espectacular.

Frutos: Fruto leñoso, dehiscente, plano, en forma de castañuela, con gran cantidad de semillas pequeñas; cápsula de 6 cm; oblonga y orbicular pardo oscuro. Permanecen todo el año.

Raíces: De desarrollo oblicuo, iguales y fasciculadas; no invasoras, por lo que con escasez de agua el árbol se ve muy afectado.

Usos: Su madera aromática se utiliza en ebanistería y carpintería, es muy apreciada por sus tonos crema y rosados, empleándose para la fabricación de muebles, para decoración interior de coches y para realizar laminados.

También por su aspecto las jacarandas son interesantes en jardinería, para decorar, por la belleza de sus flores, en parques y jardines urbanos donde la contaminación es menor. Puede ser utilizado en calles y avenidas de bajo tránsito vehicular, pero en estas condiciones su tamaño se ve limitado. Especie utilizada como árbol de alineación, de forma aislada o formando grupos.

Muy adecuado como árbol de calles y parques, plantado en combinación con la flor de azahar y con Tipuana, su efecto contrastante de floración violeta es magnífico. La caída de flores y semillas produce efecto alfombra.

Hábitat y comportamiento

Bosques caducifolios tropicales; especie de América del Sur con una amplia área de dispersión.

La Jacaranda vive mejor en la cercanía de la costa, es necesario que su ubicación no supere unos pocos centenares de metros sobre el nivel del mar. La Jacaranda florece abundantemente en exposición soleada.

Clima: Muy sensible a temperaturas bajas. Los ejemplares jóvenes mueren a temperaturas menores de 0° C. Resiste una sequedad débil. Prefiere pleno sol pero se adapta a semisombra. Se desrama con vientos y tormentas de mediana intensidad.

Suelo: Húmedo, la sequía limita su crecimiento, su pH óptimo es neutro (de 6,0 a 7,5) tolerando alcalinidad de 8,5. Crece bien en suelos de textura arenosarcillosos que mantengan la humedad, pero en general se adapta a cualquier condición de suelo. Es resistente a la caliza, pero no tolera la salinidad en el suelo, y necesita escaso mantenimiento.

Resistencia ambiental: Resiste bien la contaminación urbana, pero no la industrial. En lugares muy contaminados el follaje se desgrena, pasando a un proceso de decrepitud. Tolerancia el desrame y tiene un buen comportamiento ante la poda. Requiere podas de limpieza y ortopédicas. Árbol no demasiado exigente y de crecimiento relativamente rápido.

Enfermedades y plagas: En ocasiones es atacado por hongos como ***Capnodium citri*** (fumagina) y ***Xanthomonas glandis***; también por pulgones. Aunque es bastante resistente a enfermedades por hongos e insectos.

3.1.1 PROPIEDADES MEDICINALES ⁽¹³⁾

La Jacaranda es un bello árbol que solían utilizar los aborígenes para desbloquear el plexo solar. Es muy efectivo en el tratamiento de hinchazones de pies y manos. También es útil para combatir las alergias de primavera, por su condición de purificador de la sangre. Del mismo modo, alivia las migrañas laterales y canaliza la sexualidad a través del amor.

3.2 SAN ANDRÉS. GENERALIDADES ⁽¹⁴⁾



Figura N° 3. Árbol de San Andrés



Figura N° 4. Flores de San Andrés

Familia: Bignoniáceas.

Sinónimos: *Bignonia stans* L.

Nombre común: San Andrés, Roble amarillo, Saúco amarillo, tronadora.

Lugar de Origen: Nativo desde Arizona y Texas, a través de las Antillas y América Central, hasta el norte de Argentina.

Etimología: Tecoma, abreviación de su nombre vernáculo ***tecomaxochitl stans***, del latín = erecto, probablemente por sus inflorescencias.

Descripción.

Arbusto o arbolito de hasta 4-5 m de altura, con la corteza rugosa y las ramillas redondeadas, lepidotas. Hojas pinnadas, con 3-9 folíolos lanceolados, de 4-10 x 1-4 cm, aserrados, agudos o acuminados, con la base cuneada, ligeramente peciolados; son de textura membranácea, algo pubérulos (con pelitos cortos, finos y escasos), especialmente en los nervios. Inflorescencias en racimos

terminales o subterminales de numerosas flores de color amarillo, aunque sólo unas pocas abren al mismo tiempo. Cáliz 5 –dentado; corola tubular-acampanada, amarilla, de 3,5-7 cm de longitud; estambres inclusos. Fruto en cápsula linear de 7-21 cm de largo. Semillas haladas.

Cultivo y usos: Se multiplica por semillas fácilmente. Arbolito de fácil cultivo que requiere climas suaves y exposición soleada, floreciendo abundantemente. En jardinería se suele ver más como arbusto que como arbolito. La madera de esta planta tiene algunas aplicaciones locales. ⁽¹⁴⁾

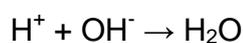
3.2.1 PROPIEDADES MEDICINALES ⁽¹⁵⁾

La tronadora o saúco amarillo se usa ante todo para tratar diabetes y padecimientos digestivos, epiteliales, respiratorios y ginecológicos. Las hojas, tallos y ramas son las partes más empleadas, aunque también la corteza, las flores y la raíz. El tratamiento para dichos casos consiste en cocer las hojas solas o mezcladas con otras plantas para tomarse varias veces al día. Muestra una gran versatilidad de aplicaciones, pues se le usa, entre otras, para tratar la disentería, la anorexia y los problemas hepáticos, y también se recomienda como diurético, vermífugo y analgésico. ⁽¹⁵⁾

3.3 TEORÍAS DE ÁCIDOS Y BASES

3.3.1 TEORÍA DE ÁCIDOS Y BASES DE SVANTE AUGUST ARRHENIUS ⁽⁴⁾

Svante August Arrhenius (1859-1927) fue un químico suizo que mientras todavía era un estudiante, investigó las propiedades conductoras de las disoluciones electrolíticas (que conducen carga). En su tesis doctoral formuló la teoría de la disociación electrolítica. Él definió los ácidos como “sustancias químicas que contenían hidrógeno, y que disueltas en agua producían una concentración de iones hidrógeno o protones, mayor que la existente en el agua pura”. Del mismo modo, Arrhenius definió una base como “una sustancia que disuelta en agua producía un exceso de iones hidroxilo, OH⁻”. La reacción de neutralización sería:



La teoría de Arrhenius ha sido objeto de críticas. La primera es que el concepto de ácidos se limita a especies químicas que contienen hidrógeno y el de base a las especies que contienen iones hidroxilo. La segunda crítica es que la teoría sólo se refiere a disoluciones acuosas, cuando en realidad se conocen muchas reacciones ácido-base que tienen lugar en ausencia de agua.

En los tiempos de Arrhenius se reconocía a los ácidos en forma general como sustancias que, en solución acuosa:

- Tienen sabor agrio si se diluyen lo suficiente para poder probarse.
- Hacen que el papel tornasol cambie de azul a rojo.
- Reaccionan con los metales activos como el magnesio, zinc y hierro produciendo hidrógeno gaseoso, $H_2(g)$.
- Reaccionan con las bases (contienen iones hidroxilo, OH^-) formando agua y compuestos llamados sales. La sal que se forma está compuesta por el ión metálico de la base y el ión no metálico del ácido. Casi todas las sales son sólidos cristalinos de alto punto de fusión y de ebullición.

La reacción de un ácido con una base se llama neutralización. Si se mezclan las cantidades correctas de ácidos y bases, se pierden sus propiedades originales. El producto de reacción tiene un sabor que no es agrio ni amargo, sino salado. Se produce una sal y agua cuando un ácido neutraliza una base.

Arrhenius propuso que las propiedades características de los ácidos son en realidad propiedades del ión hidrógeno, H^+ , y que los ácidos son compuestos que liberan iones hidrógeno en las soluciones acuosas.

Arrhenius y otros científicos reconocían en términos generales que las bases (también llamadas álcalis) son sustancias que, en solución acuosa:

- Tienen sabor amargo.
- Se sienten resbalosas o jabonosas al tacto.
- Hacen que el papel tornasol cambie de rojo a azul.
- Reaccionan con los ácidos formando agua y sales.

Arrhenius explicó que estas propiedades de las bases (álcalis) eran en realidad propiedades del ión hidroxilo, OH^- . Propuso que las bases son compuestos que liberan iones hidroxilo en solución acuosa. Las definiciones de Arrhenius son útiles en la actualidad, siempre y cuando se trate de soluciones acuosas.

Ácidos y bases de Arrhenius:

- Los ácidos liberan iones hidrógeno en agua.
- Las bases liberan iones hidróxido en agua.

3.3.2 TEORÍA DE ÁCIDOS Y BASES DE BRONSTED - LOWRY

En 1923, los químicos, Bronsted y Lowry propusieron de forma independiente una teoría del comportamiento ácido-base, particularmente útil en la química analítica. ⁽¹⁰⁾

Las definiciones de Bronsted - Lowry son: ⁽⁴⁾

- Un ácido de Bronsted - Lowry es un donador de protones, pues dona un ión hidrógeno, H^+ .
- Una base Bronsted - Lowry es un receptor de protones, pues acepta un ión hidrógeno, H^+ .

3.3.3 TEORÍA DE ÁCIDOS Y BASES DE GILBERT NEWTON LEWIS ⁽⁴⁾

Gilbert Newton Lewis (1875- 1946) fue un químico estadounidense que inventó la teoría del enlace covalente.

En el año de 1923, Lewis propuso el concepto más general de ácidos y bases y también introdujo el uso de las fórmulas del electrón - punto. De hecho, el empleo de pares electrónicos en la escritura de fórmulas químicas es también la base del modelo ácido - base de Lewis. Según Lewis, las definiciones para ácidos y bases son:

- Un ácido de Lewis es una sustancia capaz de aceptar (y compartir) un par electrónico.
- Una base de Lewis es una sustancia capaz de donar (y compartir) un par electrónico.

Todas las sustancias químicas que son ácidos según las teorías de Arrhenius y de Bronsted-Lowry también lo son de acuerdo con la teoría de Lewis. Todas las sustancias que son bases según las teorías de Arrhenius y de Bronsted - Lowry lo son también de acuerdo con la teoría de Lewis. Según esta teoría, un ión hidrógeno, H^+ , no deja de ser un ácido, y un ión hidróxido, OH^- , es todavía una base, pero las definiciones de Lewis expanden el modelo ácido - base más allá de los modelos de Bronsted-Lowry y Arrhenius.

3.4 pH ⁽¹⁷⁾

El concepto de pH (Potencial de Hidrógeno) fue definido por primera vez en el año de 1909, por el bioquímico danés Soren Poer Lauritz Sorensen (1868-1939).

La escala de pH fue ideada para expresar en forma adecuada diferentes concentraciones del ión hidrógeno, H^+ , en varias soluciones sin necesidad de utilizar números en forma exponencial, debido a que con frecuencia son números muy pequeños y por lo tanto es difícil trabajar con ellos, fue así entonces que se decidió trabajar con números enteros positivos.

El pH de una disolución se define como el logaritmo negativo de la concentración del ión hidrógeno expresado en (mol/litro), la escala de pH se define por la ecuación:

$$pH = - \log [H^+]$$

El logaritmo negativo proporciona un número positivo para el pH, además el término $[H^+]$ corresponde a la parte numérica de la expresión para la concentración del ión hidrógeno. Debido a que el pH solo es una manera de expresar la concentración del ión hidrógeno, las disoluciones ácidas y básicas (25°C), pueden identificarse por sus valores de pH como sigue:

- Disoluciones ácidas: $[H^+] > 1,0 \times 10^{-7}M$, $pH < 7.00$
- Disoluciones básicas: $[H^+] < 1,0 \times 10^{-7}M$, $pH > 7.00$
- Disoluciones neutras: $[H^+] = 1,0 \times 10^{-7}M$, $pH = 7.00$

3.4.1 MEDIDA DEL pH ⁽¹⁸⁾

El valor del pH se puede medir de forma precisa mediante un pHmetro, un instrumento que mide la diferencia de potencial entre dos electrodos: un electrodo de referencia (generalmente de plata/cloruro de plata) y un electrodo de vidrio que es sensible al ión hidrógeno.

También se puede medir de forma aproximada el pH de una disolución empleando indicadores, ácidos o bases débiles que presentan diferente color según el pH. Generalmente se emplea papel indicador, que se trata de papel impregnado de una mezcla de indicadores. ⁽¹⁸⁾

3.5 TITULACIONES VOLUMÉTRICAS ⁽⁶⁾

Una titulación o valoración es un procedimiento analítico, en el cual se mide cuantitativamente la capacidad de una determinada sustancia de combinarse con un reactivo. Normalmente, este procedimiento se lleva a cabo mediante la adición controlada del reactivo de concentración conocida a la solución problema, hasta que por algún medio se juzga que la reacción es completa. Al reactivo de concentración conocida usado en la titulación, se le conoce como solución patrón.

El objetivo final de cualquier valoración es la adición del reactivo patrón en una cantidad tal que sea químicamente equivalente a la sustancia problema con la

cual reacciona es decir, añadir un número de equivalentes de reactivo patrón igual al número de equivalentes de la sustancia problema.

Esta situación se alcanza en lo que se conoce como el punto de equivalencia. El punto de equivalencia en una titulación es un concepto teórico, en la práctica sólo puede ser estimado mediante la observación de algún cambio físico que esté asociado a él. El punto en el cual este cambio es observado se conoce como punto final.

La sustancia que hace observable este cambio físico se conoce como indicador y en su escogencia se mantiene el criterio tal que la diferencia entre el punto final y el punto de equivalencia sea mínima, a esta diferencia se le conoce como error de titulación.

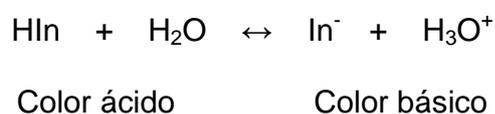
Existe una amplia variedad de sustancias cuyo color en la solución depende del pH del medio. Estos compuestos se llaman indicadores ácido-base y son empleados para determinar o señalar el punto final en la titulación ácido-base. Los indicadores ácido-base son generalmente compuestos orgánicos de naturaleza compleja que en agua u otro solvente se comportan como ácidos o bases débiles.

3.6 INDICADORES QUÍMICOS ÁCIDO-BASE

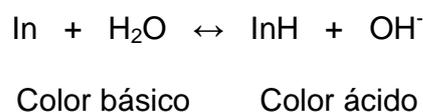
Un indicador químico es un ácido o base orgánicos débiles cuya forma disociada tiene diferente color que la forma sin disociar, ello es debido a que

están formados por sistemas resonantes aromáticos, que pueden modificar la distribución de carga según la forma que adopten. Esta alteración por el desplazamiento hacia una forma más o menos disociada, hace que la absorción energética del sistema se modifique y con ello el color. (5)

El equilibrio que describe el comportamiento de un indicador de tipo ácido HIn, es: (10)



El equilibrio que describe el comportamiento de un indicador de tipo básico In⁻, es:



Se puede afirmar que el indicador promedio HIn exhibe su color ácido puro cuando: (10)

$$[\text{HIn}] / [\text{In}^-] \geq 10 / 1$$

y su color básico cuando:

$$[\text{HIn}] / [\text{In}^-] \leq 1 / 10$$

En la utilización de indicadores ácido-base se deben tomar en cuenta diversas condiciones: (7)

- El indicador utilizado debe tener un intervalo de viraje que coincida o comprenda el pH del punto estequiométrico de la valoración.
- Deben utilizarse pequeñas cantidades de indicador en la solución a valorar.
- El primer cambio de color detectable del indicador debe ser tomado como punto final.

3.6.1 INDICADORES QUÍMICOS ÁCIDO-BASE NATURALES. ⁽¹⁶⁾

Se deben fundamentalmente a la proporción que contengan de los 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. La proporción en que se encuentre la mezcla de pigmentos hace que las flores tengan distintos colores y que se puedan modificar según el pH del medio.

3.7 COLORANTES DE LAS FLORES ⁽¹⁶⁾

Los colores de las flores se deben a diversos colorantes o pigmentos naturales. Algunos de ellos, como las antocianinas, son indicadores ácido-base ya que presentan distinto color en medio ácido y en medio alcalino. Estos colorantes se pueden extraer de los pétalos fácilmente con alcohol.

En los vegetales un importante grupo de colorantes es el que forma las antocianinas, cuyos matices van del rosa pálido hasta el púrpura brillante.

Dichos colorantes antocianínicos, de tonos encendidos, se encuentran disueltos en la savia celular y requieren de una gran intensidad luminosa y muchos azúcares para formarse, por lo que son mucho más notables después de días más soleados y noches más heladas.

En general, los pigmentos blancos y amarillos corresponden a las flores más sencillas y los rojos, púrpuras y azules corresponden a las flores más evolucionadas.

3.7.1 LAS FLORES COMO INDICADORES QUÍMICOS. ⁽¹⁶⁾

Se puede contemplar que una sustancia es un ácido o una base mediante la observación, ya que es posible detectar las propiedades que caracterizan a cada tipo de sustancia.

Se puede definir un ácido como aquella sustancia que cuando está disuelta en agua: es ácida al gusto, vira el papel tornasol a rojo y reacciona con ciertos metales, como el cinc, liberando gas hidrógeno.

Por su parte, una solución alcalina, o de carácter básico: es amarga al gusto, vira el papel tornasol a azul y se siente untuosa o resbaladiza al tacto.

La forma más sencilla y segura de determinar si una sustancia es un ácido o una base consiste en disolver en agua esa sustancia y luego, poner la solución en contacto con papel tornasol. Éste es un indicador ácido-base que proviene

de una mezcla de compuestos extraídos de ciertas plantas que se encuentran principalmente en Holanda. En esta mezcla de compuestos hay un colorante que se denomina eritrolitmina, que se torna rojo frente a los ácidos y azul frente a las bases (medio alcalino).

Los indicadores ácido-base, tales como la eritrolitmina, son sustancias que modifican su estructura química en presencia de ácidos y bases. Este cambio de estructura produce un cambio en el color de la sustancia.

Las flores, como muchos productos naturales, contienen sustancias que los vuelven indicadores ácido-base.

CAPITULO IV
DISEÑO METODOLÓGICO

4.0 DISEÑO METODOLÓGICO

4.1 TIPO DE ESTUDIO

El estudio realizado fue:

Retrospectivo: porque se tomaron como base las investigaciones hechas con anterioridad.

Prospectivo: porque en la investigación se registró la información según fueron ocurriendo los hechos.

Experimental: ya que se realizaron las extracciones y las pruebas de laboratorio pertinentes haciendo uso de los diferentes equipos, instrumentos y cristalería.

4.2 INVESTIGACIÓN BIBLIOGRÁFICA

Se realizó visitando las siguientes bibliotecas:

- Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador (UES).
- Facultad de Química y Farmacia de la Universidad Salvadoreña Alberto Masferrer (USAM).
- Facultad de Ciencias Agronómicas de la Universidad de El Salvador (UES).
- Información de Internet.

4.3 INVESTIGACIÓN DE CAMPO

Se realizó la identificación de las especies ***Tecoma stans*** (San Andrés) y ***Jacaranda mimosifolia*** (Jacaranda) de la flora salvadoreña, que se localizan en el campus universitario de la Universidad de El Salvador.

4.4 UNIVERSO

Plantas de la Familia Bignoniáceas.

4.5 MUESTREO

Se tomaron las flores de *Tecoma stans* (San Andrés) y *Jacaranda mimosifolia* (Jacaranda), las cuales fueron recolectadas entre las siete y nueve horas de la mañana del día 26 de marzo del presente año, ya que es en este periodo de tiempo cuando las flores se encuentran frescas. Primero se procedió a su recolección, escogiendo las flores que se encontraban en buen estado y con color uniforme, se colocaron en bolsas plásticas debidamente identificadas. Posteriormente se realizó la limpieza de estas, lavándolas con agua destilada, para eliminar cualquier impureza presente. (Ver Anexo N° 7)

4.6 TAMAÑO DE LA MUESTRA

Se utilizaron de 300 a 400 gramos de flores de *Tecoma stans* (San Andrés) y *Jacaranda mimosifolia* (Jacaranda).

4.7 PARTE EXPERIMENTAL

Se presenta un estudio ordenado y lógico (Ver Figura N° 5), en el cual se describen cada una de las pruebas realizadas, así como el procedimiento general a seguir. En algunas pruebas se utilizaron: Ácido Clorhídrico 0.1 N ($F_c=0.911$), Ácido Acético 0.1 N ($F_c=1.007$) e Hidróxido de Sodio 0.1 N

($F_c=0.991$), los que para efecto de normalizar criterios se presenta la normalidad teórica en cada una de las pruebas requeridas (Ver cálculos de la normalidad real en Anexo N° 3)

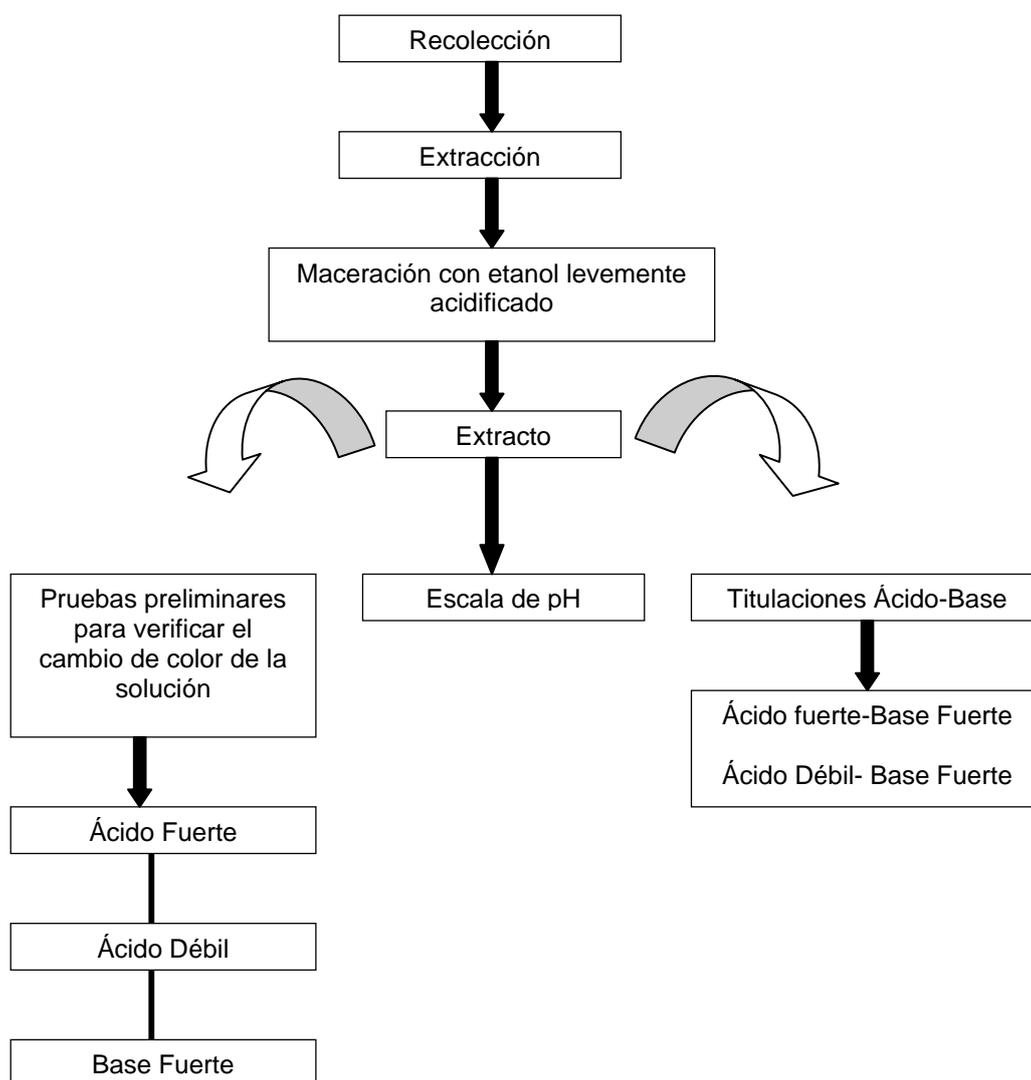


Figura N° 5. Esquema del método de extracción.

4.7.1 PROCESO DE EXTRACCIÓN DEL COLORANTE

Se tomaron las muestras de las flores en estudio y utilizando el método de extracción por maceración para obtener la mayor cantidad de colorante posible de las flores, usando como solvente un litro de etanol levemente acidificado y dejando macerar por un período de siete días en frascos de vidrio color ámbar, luego del tiempo de maceración se midió la cantidad de colorante obtenido.

Procedimiento general:

1. Pesar de 300 a 400 gramos de flores de las especies en estudio, en balanza semianalítica.
2. Colocar la muestra en frascos de vidrio color ámbar y adicionar como solvente un litro de etanol levemente acidificado
3. Dejar macerar por un período de 7 días a temperatura ambiente para extraer la mayor cantidad de colorante posible de las flores.
4. Pasado este tiempo filtrar sobre papel Watman N° 3 y recibir el filtrado en un beaker de 1000.0 mL (volumen obtenido: 950 mL de extracto).

4.7.2 PRUEBAS PRELIMINARES

A los extractos obtenidos se les realizaron pruebas preliminares con ácido fuerte (Ácido Clorhídrico 0.1N), ácido débil (Ácido Acético 0.1N) y base fuerte (Hidróxido de Sodio 0.1N); para evidenciar si ocurre cambio de color en los extractos, en medio ácido y en medio básico.

Procedimiento general:

1. Tomar 10.0 mL de cada uno de los extractos y concentrar hasta un volumen de 5.0 mL.
2. Colocar en beaker de 30 mL, por separado, 10.0 mL de Ácido Clorhídrico (HCl) 0.1 N, 10.0 mL de Ácido Acético (CH_3COOH) 0.1 N y 10.0 mL de Hidróxido de Sodio (NaOH) 0.1 N.
3. Añadir a cada beaker 1.0 mL de cada uno de los extractos concentrados.
4. Verificar el cambio de color de la solución.

4.7.3 DETERMINACIÓN DE UNA ESCALA DE pH

Se preparó una serie de soluciones reguladoras y se formó una escala, utilizando un pHmetro digital previamente calibrado con soluciones buffer de pH 4, 7 y 10 para su verificación y determinar si existe cambio de color a los diferentes valores de pH.

Procedimiento general:

1. Preparar las soluciones buffer a diferentes pH de 1 a 13.
2. Transferir 10.0 mL de cada solución buffer, con pipeta volumétrica de 10.0 mL, a un set de trece beakers de 30 mL, rotulados de 1 a 13.
3. Agregar 5.0 mL de extracto etanólico de cada una de las especies a cada uno de los beakers que contienen las soluciones buffers.
4. Agitar y dejar reposar por 20 segundos.
5. Verificar el viraje de color frente a diferentes valores de pH.

4.7.4 TITULACIÓN ÁCIDO-BASE

Se realizó una titulación ácido fuerte-base fuerte y una titulación ácido débil-base fuerte, agregando como indicador cada uno de los extractos obtenidos, para determinar visualmente y potenciométricamente en que momento de la valoración se da el punto final, el cual se determinó con el cambio de color del indicador.

a) Ácido Fuerte (Ácido Clorhídrico 0.1 N) vrs Base Fuerte (Hidróxido de Sodio 0.1 N)

Procedimiento general:

1. Llenar la bureta de 50.0 mL con Hidróxido de Sodio 0.1 N.
2. Transferir 25.0 mL de Ácido Clorhídrico 0.1 N por medio de una pipeta volumétrica de 25.0 mL a un beaker de 400 mL.
3. Introducir el electrodo de vidrio calomel.
4. Adicionar 1.0 mL de cada uno de los extractos etanólicos y agitar utilizando un agitador magnético.
5. Tomar lectura del pH inicial.
6. Titular en volúmenes fraccionados de 5.0 mL hasta 20.0 mL, luego con volúmenes de 1.0 mL hasta completar un volumen de 28.0 mL.
7. Observar el viraje de color y valor específico de pH en cada adición de titulante.

b) Ácido Débil (Ácido Acético 0.1 N) vrs Base Fuerte (Hidróxido de sodio 0.1N)

Procedimiento general:

1. Llenar la bureta de 50.0 mL con Hidróxido de Sodio 0.1 N.
2. Transferir 25.0 mL de Ácido Acético 0.1 N por medio de una pipeta volumétrica de 25.0 mL a un beaker de 400 mL.
3. Introducir el electrodo de vidrio calomel.
4. Adicionar 1.0 mL de cada uno de los extractos etanólicos y agitar utilizando un agitador magnético.
5. Tomar lectura del pH inicial.
6. Titular en volúmenes fraccionados de 5.0 mL hasta volúmenes de 25.0 mL, luego seguir titulando con volúmenes de 0.2 mL hasta completar un volumen de 30.0 mL.
7. Observar el viraje de color y valor específico de pH en cada adición de titulante.

CAPITULO V
RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

5.0 RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

5.1 EXTRACCIÓN DEL COLORANTE.

Para realizar la extracción del colorante de las flores de Jacaranda y San Andrés se utilizó el método de extracción por maceración, seleccionando como solvente etanol 96% levemente acidificado, dando como resultado dos extractos diferentes cuyas coloraciones se presentan en el siguiente cuadro:

Cuadro N° 1. Coloración de los extractos obtenidos en el proceso de extracción.

EXTRACTO	COLOR
JACARANDA	CAFÉ
SAN ANDRES	AMARILLO

Los extractos obtenidos tienen diferentes coloraciones debido a la presencia de pigmentos que son los responsables de la coloración de las flores de las plantas y poseen un color diferente de acuerdo al medio en el que se encuentren, estos pigmentos son conocidos como antocianinas.

Además en el momento de la filtración se pudo notar que las flores de las dos especies en estudio presentaron una decoloración completa por lo que se asegura que la mayor cantidad de colorante fue extraído.

5.2 PRUEBAS PRELIMINARES.

Se realizaron con el objetivo de comprobar que existe un cambio físico en los extractos obtenidos de las flores de Jacaranda y San Andrés, este cambio esta representado por la variación en la coloración de los extractos cuando están frente a un medio ácido y un medio básico, los resultados se presentan en el siguiente cuadro:

Cuadro Nº 2. Pruebas preliminares de los extractos en medio ácido y básico.

EXTRACTO	COLOR INICIAL	ÁCIDO FUERTE (HCl 0.1 N)	BASE FUERTE (NaOH 0.1 N)	ÁCIDO DÉBIL (CH ₃ COOH 0.1 N)
JACARANDA	CAFÉ	ROSA TENUE	VERDE	NARANJA TENUE
SAN ANDRES	AMARILLO	AMARILLO	AMARILLO	AMARILLO

Al agregar el extracto al ácido y la base, el cambio físico fue notable en el extracto de Jacaranda, ya que existió un cambio en su coloración, no así en el extracto de San Andrés, el cual no presentó cambio en su coloración, puesto que mantuvo el mismo color del extracto obtenido.

(Ver Anexo Nº 8)

5.3 ESCALA DE pH

Se elaboró con el fin de poder determinar el cambio de color de los extractos obtenidos a partir de las flores de las especies en estudio frente a una serie de soluciones buffer las cuales presentan diferentes pH de 1 a 13. Los resultados se describen en el siguiente cuadro:

Cuadro N° 3. Escala de pH obtenida de *Tecoma stans* (San Andrés) y *Jacaranda mimosifolia* (Jacaranda).

pH DE BUFFER	COLOR DE BUFFER	EXTRACTO DE JACARANDA	EXTRACTO DE SAN ANDRÉS
1	TRANSPARENTE	AMARILLO TENUE	AMARILLO TENUE
2	TRANSPARENTE	AMARILLO TENUE	AMARILLO TENUE
3	TRANSPARENTE	AMARILLO TENUE	AMARILLO TENUE
4	TRANSPARENTE	AMARILLO TENUE	AMARILLO TENUE
5	TRANSPARENTE	AMARILLO TENUE	AMARILLO TENUE
6	TRANSPARENTE	AMARILLO TENUE	AMARILLO TENUE
7	TRANSPARENTE	AMARILLO TENUE	AMARILLO TENUE
8	TRANSPARENTE	AMARILLO TENUE	AMARILLO TENUE
9	TRANSPARENTE	AMARILLO TENUE	AMARILLO TENUE
10	TRANSPARENTE	AMARILLO TENUE	AMARILLO TENUE
11	TRANSPARENTE	AMARILLO TENUE	AMARILLO TENUE
12	TRANSPARENTE	AMARILLO TENUE	AMARILLO TENUE
13	TRANSPARENTE	AMARILLO TENUE	AMARILLO TENUE

Los extractos no presentan ningún cambio de color en los diferentes valores de pH, siempre se mantuvo la misma coloración a partir del buffer con pH 1, por lo que no pueden ser utilizados para formar la escala de pH (Ver Anexo N° 9)

5.4 TITULACIONES VOLUMÉTRICAS

La titulación volumétrica se realizó utilizando el extracto de las especies en estudio como indicador para poder determinar el punto final de la valoración y de esta forma poder comprobar si los extractos etanólicos obtenidos pueden ser usados como indicadores ácido-base en las titulaciones volumétricas.

Los resultados se proporcionan a continuación en el siguiente cuadro:

Cuadro Nº 4. Resultado de pH y su variación de color en la valoración Ácido fuerte-Base fuerte con Extracto de *Jacaranda mimosifolia* (Jacaranda).

VOLUMEN (mL) GASTADO DE NaOH 0.1N	pH	COLOR
0.0	1.99	ROSADO TENUE
5.0	2.16	ROSADO TENUE
10.0	2.28	ROSADO TENUE
15.0	2.47	ROSADO TENUE
20.0	2.96	ROSADO TENUE
20.5	3.07	ROSADO TENUE
21.0	3.21	ROSADO TENUE
22.0	4.00	ROSADO TENUE
23.0	5.50	AMARILLO TENUE
23.2	6.12	AMARILLO TENUE
23.4	7.00	AMARILLO OSCURO
23.6	7.10	AMARILLO OSCURO

Cuadro Nº 4. Continuación.

23.8	7.55	AMARILLO OSCURO
25.0	8.15	AMARILLO OSCURO
30.0	8.90	AMARILLO OSCURO
35.0	9.20	AMARILLO OSCURO

DETERMINACION DEL PUNTO FINAL

El punto final fue percibido visualmente en el preciso momento del cambio de color del indicador de Jacaranda el cual se dio a un volumen de 23.4 mL y un pH de 7.0, el viraje de color fue de rosa tenue hacia amarillo oscuro (Ver Anexo Nº 10). Luego se procedió a construir la curva de titulación utilizando los valores de pH obtenidos y el volumen de base añadida, que se presenta a continuación.

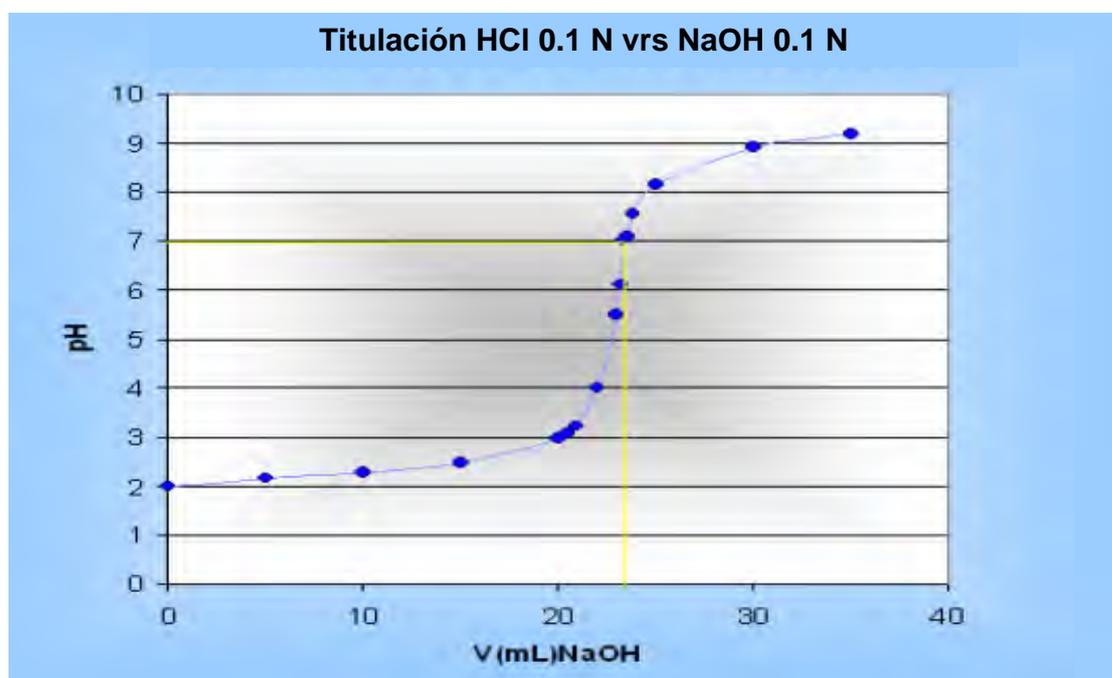


Figura Nº 6. Gráfica de la curva de titulación ácido fuerte-base fuerte.

El gráfico anterior representa el volumen del titulante en el eje horizontal y el pH en el eje vertical, en el cual se puede verificar el volumen al cual se obtiene el punto final.

Si se va añadiendo poco a poco la base al ácido el pH de la solución se incrementa con cada adición, la curva de titulación representa la variación del pH de la solución en función del volumen de base agregado, se verifica una subida brusca cerca del punto de equivalencia y en la región de esta subida se produce el punto final que se reconoce con el cambio de color del indicador.

En la región que se encuentra por debajo del punto de equivalencia se puede determinar directamente el pH por medio de la concentración de iones hidrógeno y por encima de este punto se puede obtener la concentración de iones hidroxilo, por lo tanto podemos determinar el pOH de la solución.

Por medio de la curva de titulación se puede determinar el punto de equivalencia, sin embargo a través del cálculo de una serie de datos se puede graficar la primera derivada del cambio de pH con respecto al volumen de base añadida ($\Delta\text{pH} / \Delta V$) y también la segunda derivada del cambio de pH con respecto al volumen de base añadida ($\Delta^2\text{pH} / \Delta^2V$) vrs Volumen de NaOH gastado lo cual nos ayuda a obtener una mayor exactitud en la determinación del punto de equivalencia de la valoración.

A continuación se presentan los valores obtenidos para graficar $\Delta\text{pH} / \Delta V$ y también $\Delta^2\text{pH} / \Delta^2V$ vrs Volumen de NaOH gastado en el siguiente cuadro.

Cuadro Nº 5. Datos para obtener la gráfica de titulación Ácido Fuerte (HCl 0.1 N)-Base Fuerte (NaOH 0.1 N).

Volumen(mL) de NaOH 0.1 N	pH	ΔV	ΔpH	$\Delta pH/\Delta V$	$\Delta^2 pH/\Delta^2 V$
0.0	1.99	0.0	---	---	---
5.0	2.16	5.0	0.17	0.03	---
10.0	2.28	5.0	0.12	0.04	-0.01
15.0	2.47	5.0	0.19	0.38	-0.34
20.0	2.96	5.0	0.49	0.09	0.29
20.5	3.07	0.5	0.11	0.22	-0.13
21.0	3.21	0.5	0.14	0.28	-0.06
22.0	4.00	1.0	0.79	0.79	-0.51
23.0	5.50	1.0	1.50	0.50	0.29
23.2	6.12	0.2	0.62	0.42	0.08
23.4	7.00	0.2	0.42	0.22	0.20
23.6	7.10	0.2	0.56	2.80	-2.58
23.8	7.55	0.2	0.45	2.25	0.55
25.0	8.15	1.2	0.60	0.50	1.75
27.0	8.90	2.0	0.80	0.40	0.10
30.0	9.20	3.0	0.30	0.10	0.30

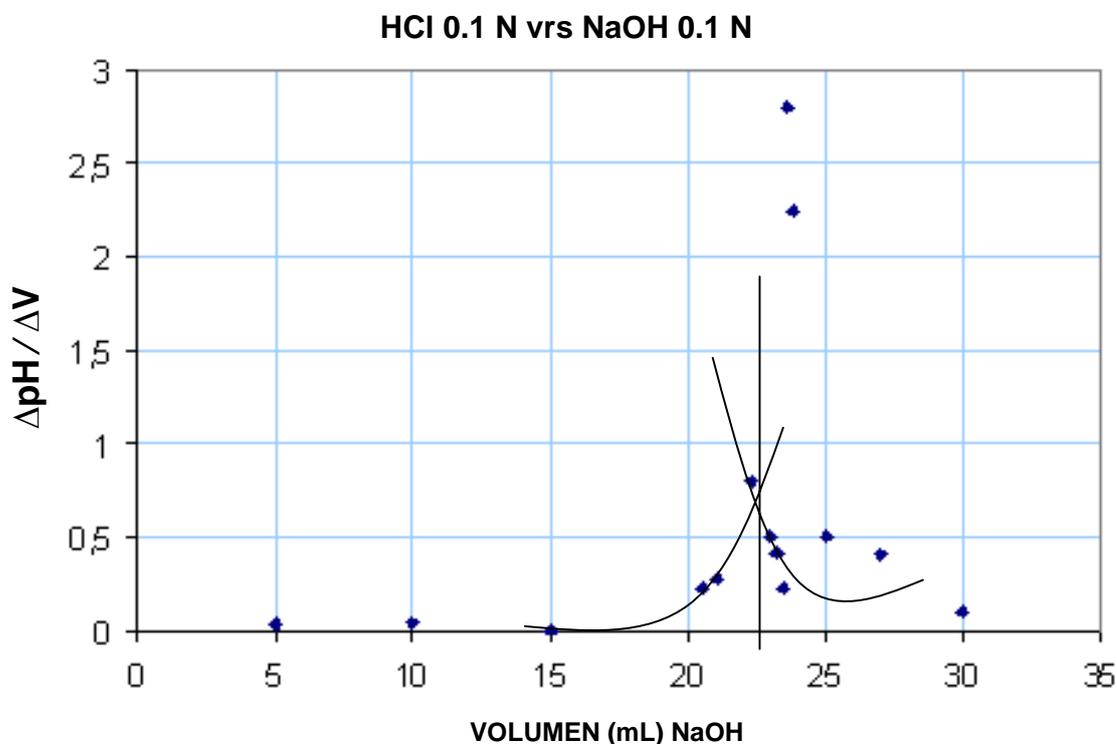


Figura N° 7. Gráfico de titulación ácido fuerte-base fuerte $\Delta\text{pH}/\Delta V$ vrs Volumen de NaOH 0.1N.

La grafica anterior corresponde a la primera derivada del cambio de pH con respecto al volumen de base añadida, en el cual se obtiene el intercepto a un volumen de 23.0 mL, este representa el punto de equivalencia y es cercano al valor obtenido en el punto final. (Ver cálculos para elaborar la gráfica en Anexo N° 5).

La forma más exacta de obtener el punto de equivalencia es graficando la segunda derivada del cambio de pH con respecto al volumen de base añadida, y se presenta a continuación:

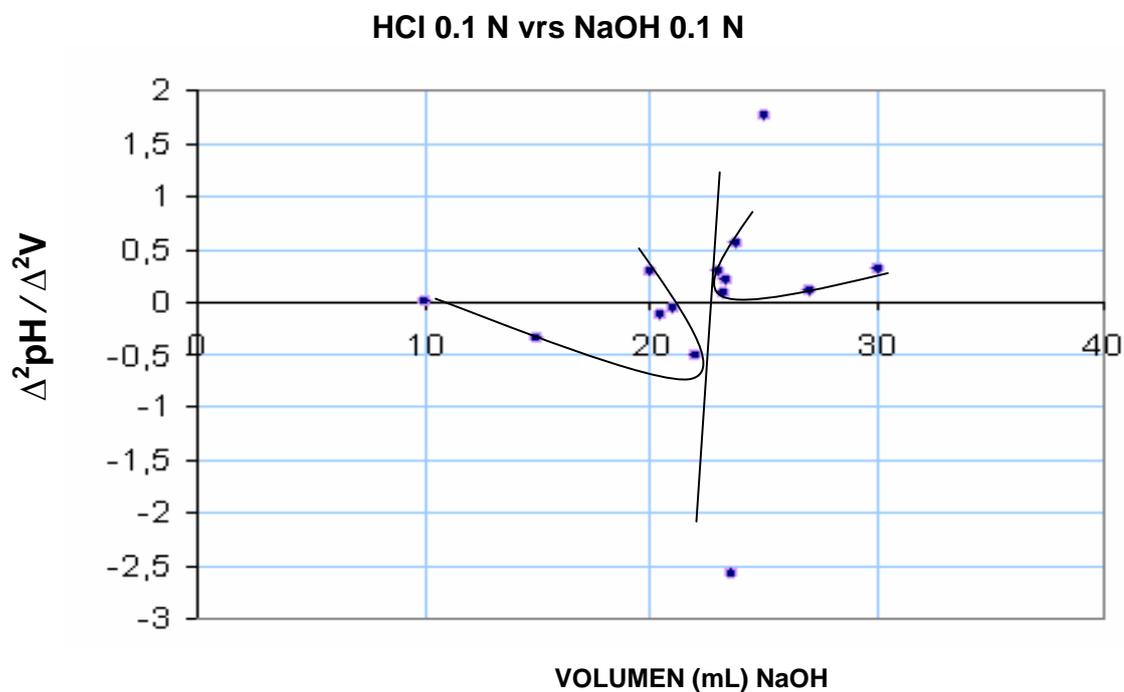


Figura N° 8. Gráfico de titulación ácido fuerte-base fuerte $\Delta^2\text{pH}/\Delta^2V$ vrs Volumen de NaOH 0.1N

Este punto de equivalencia es verificado determinando el intercepto a un volumen de 23.2 mL y el valor es todavía más cercano al punto final obtenido en la valoración.

Cuadro N° 6. Resultado de pH y su variación de color en la valoración Ácido débil- Base fuerte con Extracto de *Jacaranda mimosifolia* (Jacaranda).

VOLUMEN (mL) GASTADO DE NaOH 0.1N	pH	COLOR
0.0	2.80	AMARILLO TENUE
5.0	3.90	AMARILLO TENUE
10.0	4.60	AMARILLO TENUE
15.0	4.90	AMARILLO TENUE
20.0	5.30	AMARILLO TENUE
25.0	5.80	AMARILLO TENUE
26.0	6.20	AMARILLO TENUE
26.2	6.80	AMARILLO TENUE
26.4	7.30	AMARILLO TENUE
26.6	8.00	AMARILLO TENUE
26.8	8.90	AMARILLO TENUE
27.0	9.37	VERDE TENUE
28.0	9.80	VERDE TENUE
30.0	10.33	VERDE TENUE
35.0	11.00	VERDE TENUE

DETERMINACIÓN DEL PUNTO FINAL

El punto final fue percibido visualmente en el preciso momento del cambio de color del indicador de Jacaranda el cual se dio a un volumen de 27.0 mL y un pH de 9.37, el viraje de color fue de amarillo tenue hacia verde tenue (Ver Anexo N° 10). Luego se procedió a construir la curva de titulación utilizando los valores de pH obtenidos y el volumen de base añadida, que se presenta a continuación:

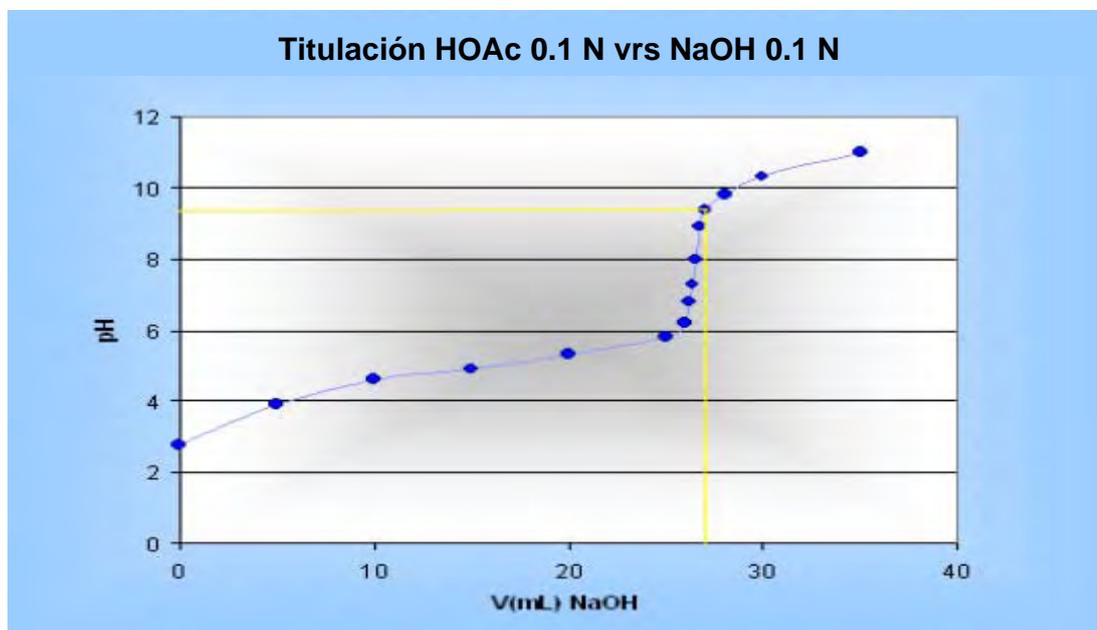


Figura N° 9. Gráfica de la curva de titulación ácido débil-base fuerte

El gráfico anterior representa el volumen del titulante en el eje horizontal y el pH en el eje vertical, en el cual se puede verificar el volumen al cual se obtiene el punto final.

Si se va añadiendo poco a poco la base al ácido el pH de la solución se incrementa con cada adición, la curva de titulación representa la variación del pH de la solución en función del volumen de base agregado, se verifica una subida brusca cerca del punto de equivalencia, y en la región de esta subida se produce el punto final que se reconoce con el cambio de color del indicador.

Por medio de la curva de titulación se puede determinar el punto de equivalencia, sin embargo a través del cálculo de una serie de datos se puede graficar la primera derivada del cambio de pH con respecto al volumen de base añadida ($\Delta\text{pH} / \Delta V$) y también la segunda derivada del cambio de pH con

respecto al volumen de base añadida ($\Delta^2\text{pH} / \Delta^2V$) vrs Volumen de NaOH gastado lo cual nos ayuda a obtener una mayor exactitud en la determinación del punto de equivalencia de la valoración.

A continuación se presentan los valores obtenidos para graficar $\Delta\text{pH} / \Delta V$ y también $\Delta^2\text{pH} / \Delta^2V$ vrs Volumen de NaOH gastado en el siguiente cuadro.

Cuadro Nº 7. Datos para obtener la gráfica de Titulación Ácido Débil (HOAc 0.1 N)-Base Fuerte (NaOH 0.1 N).

Volumen(mL) de NaOH 0.1 N	pH	ΔV	ΔpH	$\Delta\text{pH}/\Delta V$	$\Delta^2\text{pH}/\Delta^2V$
0.0	2.80	0.0	---	---	---
5.0	3.90	5.0	1.10	0.22	---
10.0	4.60	5.0	0.70	0.14	0.08
15.0	4.90	5.0	0.30	0.06	0.08
20.0	5.30	5.0	0.40	0.08	-0.02
25.0	5.80	5.0	0.50	0.10	-0.02
26.0	6.20	1.0	0.40	0.40	-0.30
26.2	6.80	0.2	0.60	3.00	-2.60
26.4	7.30	0.2	0.50	2.50	0.50
26.6	8.00	0.2	0.70	3.50	-1.00
26.8	8.90	0.2	0.90	4.50	-1.00
27.0	9.37	0.2	0.47	2.35	2.15
28.0	9.80	1.0	0.43	0.43	1.92
29.0	10.33	1.0	0.53	0.53	-0.10
30.0	11.00	1.0	0.67	0.67	-0.14

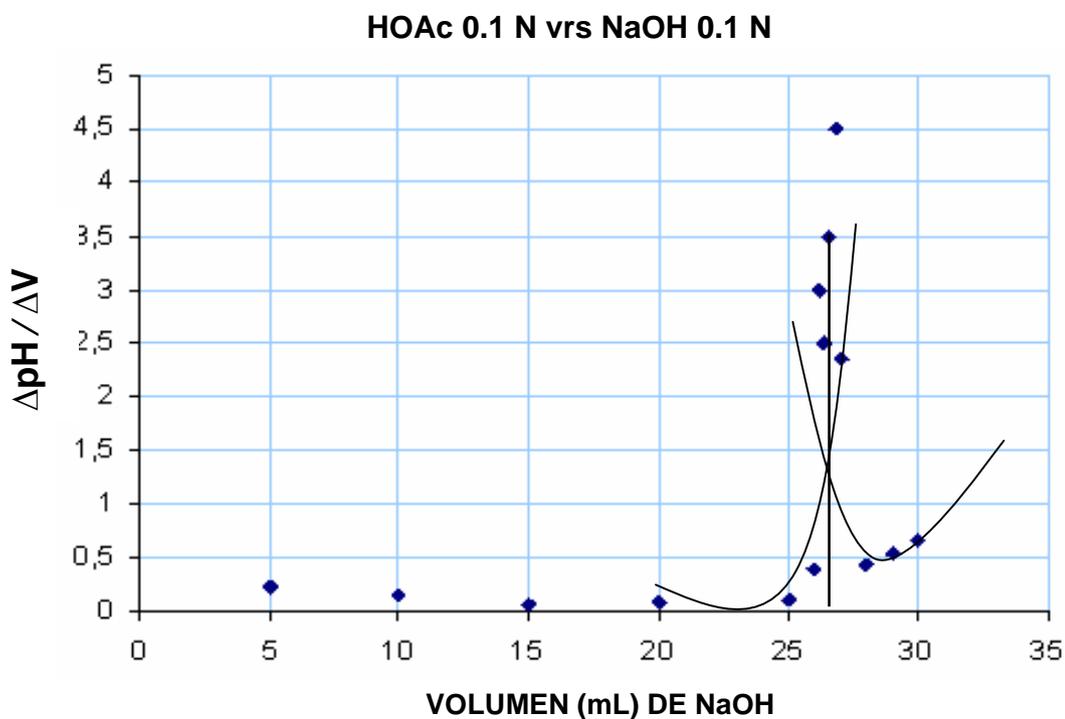


Figura N° 10. Gráfico de titulación ácido débil-base fuerte $\Delta\text{pH}/\Delta V$ vrs Volumen de NaOH 0.1N

La grafica anterior corresponde a la primera derivada del cambio de pH con respecto al volumen de base añadida, en el cual se obtiene el intercepto a un volumen de 27.0 mL, este representa el punto de equivalencia y es cercano al valor obtenido en el punto final. (Ver cálculos para elaborar la gráfica en Anexo N° 6)

La forma más exacta de obtener el punto de equivalencia es graficando la segunda derivada del cambio de pH con respecto al volumen de base añadida

Y se presenta a continuación:

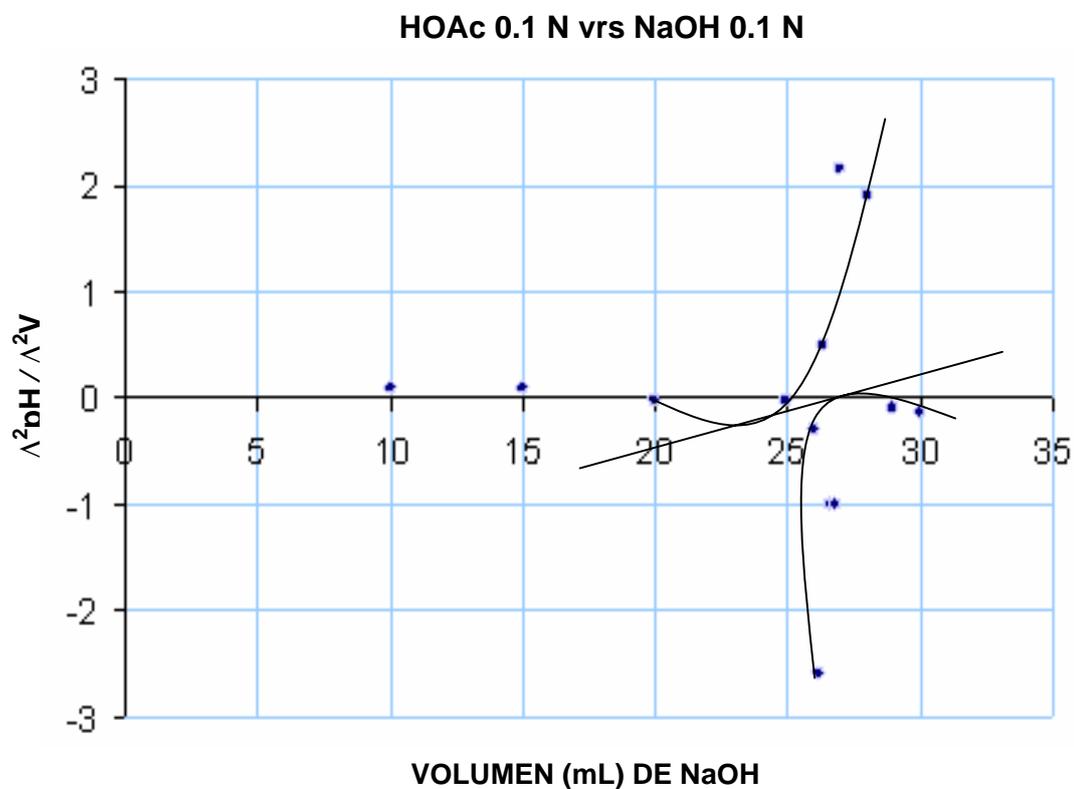


Figura N° 11. Gráfico de titulación ácido débil-base fuerte $\Delta^2\text{pH} / \Delta^2V$ vrs Volumen de NaOH 0.1 N

Este punto de equivalencia es verificado determinando el intercepto a un volumen de 27.0 mL y el valor es todavía más cercano al punto final obtenido en la valoración.

Cuadro Nº 8. Continuación

EXTRACTO\SEMANAS	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
JACARANDA	E	E	E	E	E	E	E	E	E	E
SAN ANDRÉS	E	E	E	E	E	E	E	E	E	E

Donde: E = Estable

Tanto el extracto etanólico de Jacaranda como el de San Andrés conservaron su estabilidad física aparente durante cinco meses, ya que no se observó el crecimiento de microorganismos ni la alteración de las propiedades físicas de los extractos, se mantuvo el color inicial y no presento turbidez ni partículas extrañas.

CAPITULO VI
CONCLUSIONES

6.0 CONCLUSIONES

1. Por la cercanía del punto de equivalencia el cual se obtuvo gráficamente y el punto final determinado visualmente en las titulaciones, puede hacerse uso del extracto etanólico de ***Jacaranda mimosifolia*** (Jacaranda) como alternativa de un indicador ácido-base.
2. El extracto etanólico de ***Jacaranda mimosifolia*** (Jacaranda) en las pruebas preliminares presentó las características de cambio de color al entrar en contacto con un medio ácido y un medio básico, por lo que puede ser utilizado como indicador ácido-base en las titulaciones volumétricas.
3. En las pruebas preliminares no se verifica ningún cambio con el extracto de ***Tecoma stans*** (San Andrés), debido a la presencia de flavonas y flavonoles, los cuales tienen un viraje a color amarillo que es el color de las flores, por lo tanto, el cambio no puede ser visualizado y no resulta útil como indicador ácido – base.
4. Para calibrar el equipo se utilizan buffer trazables NIST, los cuales son estándares que aseguran que las lecturas sean precisas y definidas, por lo que el método potenciométrico con el que se realizaron las titulaciones ácido-base es exacto.

5. Los extractos de ***Jacaranda mimosifolia*** (Jacaranda) y ***Tecoma stans*** (San Andrés) no presentan cambio de color en las diferentes soluciones buffer, por lo que no pueden ser utilizados como indicadores a los diferentes valores de pH.
6. El extracto etanólico de ***Jacaranda mimosifolia*** (Jacaranda), demuestra un cambio de color en los extremos de la escala, por esta razón se hace la propuesta de su uso como indicador universal para soluciones ácidas y básicas en las titulaciones volumétricas.
7. De acuerdo a los resultados obtenidos al realizar las diferentes pruebas descritas en el presente trabajo utilizando el extracto etanólico de ***Jacaranda mimosifolia*** (Jacaranda), los cuales han sido favorables, se propone su uso como indicador ácido-base en solución.
8. Los extractos etanólicos obtenidos de las flores de ***Jacaranda mimosifolia*** (Jacaranda) y ***Tecoma stans*** (San Andrés), presentaron una buena estabilidad física, debido a que el solvente utilizado fue Etanol al 96%, el cual impide el crecimiento y proliferación de microorganismos en el medio.

CAPITULO VII
RECOMENDACIONES

7.0 RECOMENDACIONES

1. Realizar la extracción del colorante de las flores de las especies en estudio utilizando los diferentes métodos de extracción y otros solventes, para poder determinar cual es la mejor manera de poder obtener la mayor cantidad de colorante.
2. Aplicar métodos adecuados de limpieza, a las flores de las especies en estudio para garantizar su pureza.
3. Realizar un estudio fitoquímico para identificar los pigmentos que contienen las flores de Jacaranda y San Andrés responsables de su coloración.
4. Utilizar frascos plásticos para el almacenamiento de los extractos para poder comparar la estabilidad con los frascos de vidrio ámbar.
5. Emplear el indicador de Jacaranda obtenido por el método de extracción por maceración con etanol 96% levemente acidificado, en las prácticas de laboratorio que requieren ensayos en los que involucra las titulaciones volumétricas.
6. Utilizar la presente investigación como una referencia bibliográfica y como una alternativa práctica en el uso de indicadores naturales, en las diferentes

materias que se imparten en la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.

7. Utilizar el indicador de ***Jacaranda mimosifolia*** (Jacaranda), mientras se realizan los estudios de estabilidad física para verificar que no pierda su acción indicadora.
8. Realizar estudios de estabilidad física de los extractos es importante, ya que así se asegura que se obtengan resultados satisfactorios y confiables al emplearlos como indicadores durante su período de utilidad.
9. Realizar estudios y métodos adecuados para preservar física y microbiológicamente el extracto de ***Jacaranda mimosifolia*** (Jacaranda).

BIBLIOGRAFIA

1. Barahona Henríquez C. y otros. 2006. "Obtención de Indicadores Ácido-Base a Partir de Phaseolus vulgaris (Frijol Negro)". Trabajo de Graduación. UES.
2. Day, R. A. y otros. 1989. Química Analítica Cuantitativa. Quinta edición. Editorial Hispanoamérica S.A.
3. Domínguez, J.A. 1973. Métodos de Investigación Fitoquímica. México, Editorial Limusa.
4. Evans, W. Farmacognosia, 1984, 3ª Impresión. México D.F. Editorial Continental, S.A. de C.V.
5. Facultad de Química y Farmacia. 2003. Manual de Química Analítica II. Departamento de Análisis Químico e Instrumental. UES.
6. Franco Baires G. y Otros. 2003. "Elaboración de una Guía Práctica para la Preparación de Reactivos Químicos y Estándares de Uso Frecuente en el Análisis Químico". Trabajo de Graduación. UES.
7. Galán Archila J. y otros. 1997. "Investigación del Extracto de Eugenia myrtifolia (Cerezo Beliceño) y su Posible Uso como Indicador Ácido-Base". Trabajo de Graduación. UES.

8. Lagos, J. 1997. Compendio de Botánica Sistemática, Dirección de Publicación e Impresos, Consejo Nacional para la Cultura y el Arte CONCULTURA. San Salvador, El Salvador.
9. Microsoft. 1999. "Enciclopedia Microsoft Encarta". Secciones: Átomos y Bases, Bronsted, Lowry, Lewis, Arrhenius.
10. Morales Rodas C. y otros. 2005 "Obtención de un Indicador Ácido-base a Partir de Pétalos de Cuatro Especies de Flores". Trabajo de Graduación. UES.
11. Skoog, D. y otros. 2001. Química Analítica, Tercera edición. México. M^o Graw-Hill, p. 81, 82
12. United States Pharmacopeial Convention, inc. "The United States Pharmacopeia". 25 ed. And The National Formulary 20 ed. Washington D.C. EUA. 2002, p. 2340.
13. <http://www.quimicanova.s bq.org.br/qnol/2002/volo25n4/25.pdf>
14. http://www.villajacaranda.com/es.wikipedia.org/wiki/jacaranda_mimosifolia
15. http://www.hostingaloha.com/medicinaalternativa/hierbas_medicinales2.php
16. <http://www.kepu.net.cn/> (flores)

17. <http://www.uv.mx/cienciahombre/revistae/vol19num1/articulos/plantasmed/index.htm>

18. [http://www.educ.ar/educar/docentes/cs_naturales/egb3/final.jsp?url=NATUA
CTI002D%2FPAG6.HTML&area=1&nivel=4&id=29240&tipo=173](http://www.educ.ar/educar/docentes/cs_naturales/egb3/final.jsp?url=NATUA%20CTI002D%2FPAG6.HTML&area=1&nivel=4&id=29240&tipo=173)

19. http://es.wikipedia.org/wiki/Indicador_de_pH

20. <http://www.fq.uh.cu/depto/uf/uclv/techniques/phD.html>

21. www.sitiosespana.com/diccionarios/botanica

GLOSARIO

Ácido: Sustancia que libera iones hidrógeno cuando se disuelve en agua. (5)

Ácido débil: Ácido que se disocia parcialmente en un solvente particular. (11)

Ácido fuerte: Ácido que se disocia completamente en un solvente particular. (11)

Base: Sustancia que libera iones hidroxilo cuando se disuelve en agua. (5)

Base fuerte: Base que se disocia completamente en un solvente particular. (11)

Cualitativo: Observación general acerca de un sistema. El análisis químico de un material para determinar los componentes que contiene. (2)

Cuantitativo: Valor numérico obtenido a través de diversas mediciones de un sistema. El análisis químico de un material para determinar cuanto contiene de cada componente. (2)

Curva de valoración: Representación del pH frente a la cantidad de ácido o base añadidos. (1)

Electrolitos: Especies de solutos cuyas soluciones acuosas conducen electricidad. (11)

Estandarización: Proceso en el que la concentración de una disolución se determina exactamente al valorarla frente a una cantidad conocida de un patrón primario. (1)

Extracción: Método empleado en el laboratorio para separar una sustancia de una mezcla o disolución, utilizando un disolvente en el que la sustancia a separar es muy soluble, siendo el resto de los componentes de la mezcla o disolución insolubles en él. (3)

Maceración: Método que consiste en dejar reposar las partes de una planta en un solvente por algunas horas, para extraer principios activos inestables frente al calor pero solubles en agua u otro solvente. (3)

Molaridad: Número de moles de una especie contenido en un litro de solución o le número de milimoles contenido en un mililitro. (11)

Neutralización: Reacción de un ácido con una base para formar una sal y agua. (2)

pH: Logaritmo negativo de la concentración de iones H^+ en una solución. (19)

pOH: Logaritmo negativo de la concentración de iones OH^- en una solución. (19)

Pubérulo: Ligeramente pubescente, o con pelitos cortos, muy finos y escasos.(21)

Punto de equivalencia: Punto en una titulación donde la cantidad de titulante patrón añadido equivale químicamente a la cantidad de analito que hay en la muestra. (11)

Punto final: Cambio que se puede observar durante una titulación y que indica que la cantidad de titulante agregado es químicamente equivalente a la del analito presente en la muestra. (11)

Titulación: Procedimiento por el cual un volumen medido de una solución patrón reacciona con un analito en el punto de equivalencia químico. (11)

Valoración: Determinación de la concentración de una solución a través de una reacción, directa o indirectamente, con un patrón primario. (11)

ANEXOS

ANEXO N° 1

CRISTALERÍA, MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

Cristalería:

- Agitadores
- Balones volumétricos de 500.0 mL y 1000.0 mL
- Beaker de 50 mL, 100 mL, 250 mL, 400 mL y 600 mL
- Bureta de 50.0 mL
- Embudo
- Erlenmeyer de 125 mL, 250 mL
- Goteros
- Frascos color ámbar
- Pipeta de mohr de 10 mL
- Pipetas volumétricas de 10.0 mL y 25.0 mL
- Probetas de 10 mL y 25 mL
- Tubos de ensayo con tapón de rosca

Materiales:

- Frascos de plástico de boca ancha
- Gradilla
- Guantes
- Papel filtro Watman Nº 3
- Papel glasin
- Papel toalla
- Pinzas de extensión
- Pinzas de sostén

- Pizeta
- Toallas
- Trípode
- Soporte metálico

Equipos:

- Balanza analítica
- Balanza granataria
- Balanza semianalítica
- Cámara de extracción de gases
- Hot plate
- pHmetro digital WTW pH 320

Reactivos:

- Acido Acético Glacial
- Acido Bórico A.R.
- Acido Tartárico A.R.
- Agua Destilada
- Agua Libre de CO₂
- Biftalato Ácido de Potasio 0.1 M
- Biftalato Ácido de Potasio 0.2M
- Cloruro de Potasio A.R.
- Etanol
- Fosfato de Potasio Monobásico 2 M

- Hidróxido de Sodio en Perlas
- Hidróxido de Sodio 0.2N (Titrisol) A.R.

Reactivos Estandarizados:

- Acido Acético 0.1 N
- Acido Clorhídrico 0.1 N
- Acido Clorhídrico 0.2 N
- Hidróxido de Sodio 0.1N

ANEXO Nº 2

PREPARACIÓN DE REACTIVOS

Cuadro Nº 9. Preparación de Reactivos.

Nombre	Concentración	Técnica de Preparación
Ácido Acético CH ₃ COOH	0.1 N	En un frasco volumétrico de 1000.0mL que contenga aproximadamente 500 mL de agua destilada, adicionar con una pipeta morh 5.7 mL de ácido acético glacial, agitar, luego diluir hasta llegar a volumen con agua destilada a temperatura ambiente (En cámara de extracción de gases). Homogenizar, envasar en frasco de vidrio y rotular. (6)
Ácido Clorhídrico HCL	0.1 N	Medir con bureta 4.14 mL de HCL al 37% p/p de pureza y densidad igual a 1.18 g/mL (En cámara extractora de gases). En un beaker colocar un volumen aproximado de 500 mL de agua destilada libre de CO ₂ y agregar el ácido de forma lenta y agitación constante, transferir la solución a un balón volumétrico de un litro y llevar a volumen y envasar.(6)
Ácido Clorhídrico HCL	0.2 N	Medir con bureta 8.28 mL de HCL al 37% p/p de pureza y densidad igual a 1.18 g/mL (En cámara extractora de gases). En un beaker colocar un volumen aproximado de 500 mL de agua destilada libre de CO ₂ y agregar el ácido de forma lenta y agitación constante, transferir la solución a un balón volumétrico de un litro y llevar a volumen y envasar.(6)

Biftalato Ácido de Potasio [KHC ₆ H ₄ (COO) ₂]	0.1 N	Pesar 2.042 g de biftalato ácido de potasio, previamente secado en estufa a 105-110 °C. Disolver en 50 mL de agua libre de CO ₂ , luego transferir a un balón volumétrico de 100.0 mL y llevar a volumen, envasar y rotular. (6)
Biftalato Ácido de Potasio [KHC ₆ H ₄ (COO) ₂]	0.2 M	Colocar en un beaker de 600mL, 4.085g de biftalato ácido de potasio, y disolver en 400mL de agua destilada, trasferir la solución a un balón volumétrico de un litro, llevar a volumen, envasar y rotular.(12)
Cloruro de Potasio KCl	0.2 M	Colocar en un beaker de 250mL, 14.91g de KCl, disolver en 150mL de agua destilada, transferir la solución a un balón volumétrico de un litro, llevar a volumen, envasar y rotular. (12)
Fosfato de Potasio Monobásico (KH ₂ PO ₄)	0.2 M	Colocar en un beaker de 400mL, 27.22g de (KH ₂ PO ₄), disolver en 250mL de agua destilada, transferir la solución a un balón volumétrico de un litro, llevar a volumen, envasar y rotular. (12)
Ácido Bórico y Cloruro de Potasio	0.2 M	Disolver por separado, 12.37g de ácido bórico y 14.91g de cloruro de potasio, luego mezclar las soluciones, y transferir la solución a un balón volumétrico de un litro, llevar a volumen, envasar y rotular. (12)
Hidróxido de Sodio NaOH	0.1 N	Pesar en un beaker limpio 1.0 g de perlas de NaOH (en balanza granataria y de forma rápida, ya que es una sustancia higroscópica). Adicionar 50 mL de agua destilada libre de CO ₂ , agitar para disolver. Pasar la solución a un frasco volumétrico de 250.0 mL y aforar hasta la marca. Envasar en frasco plástico y rotular. (6)

ANEXO Nº 3

ESTANDARIZACIÓN DE REACTIVOS

Estandarización de Ácido Clorhídrico 0.1N

1. Llenar una bureta de 25.0 mL con hidróxido de sodio 0.0991N
2. Transferir con una pipeta volumétrica 10.0 mL de ácido clorhídrico 0.1N a un erlenmeyer de 125 mL.
3. Adicionar 2 gotas de fenolftaleína 0.1 % y agitar.
4. Titular con hidróxido de sodio agregando poco a poco y con agitación constante hasta llegar a su punto final, el cual se verifica cuando la solución cambia de incolora a rosa tenue.
5. Tomar lectura del volumen gastado.

Nota: Realizar este proceso por duplicado.

Cálculos:

$V_{mX} = 10.0 \text{ mL de ácido clorhídrico } 0.1N$

$$C_1V_1=C_2V_2$$

Valoración N° 1

Volumen gastado de NaOH= 9.2 mL

$$C_{\text{Ácido clorhídrico}} = (0.0991 \text{ N}) (9.2 \text{ mL}) / (10.0 \text{ mL})$$

$$C_{\text{Ácido clorhídrico}} = 0.0911 \text{ N}$$

Valoración Nº 2

Volumen gastado de NaOH= 9.2 mL

$C_{\text{Ácido clorhídrico}} = 0.0911 \text{ N}$

$N_{\text{REAL}} = (0.0911 \text{ N} + 0.0911 \text{ N})/2$

$N_{\text{REAL}} = 0.0911 \text{ N}$

Factor de corrección (Fc) = Normalidad real / Normalidad teórica

$Fc = 0.0911 \text{ N} / 0.1 \text{ N}$

$Fc = 0.911$

Estandarización de Ácido Clorhídrico 0.2 N

6. Llenar una bureta de 25.0 mL con hidróxido de sodio 0.2 N
7. Transferir con una pipeta volumétrica 10.0 mL de ácido clorhídrico 0.2 N a un erlenmeyer de 125 mL.
8. Adicionar 2 gotas de fenolftaleína 0.1 % y agitar.
9. Titular con hidróxido de sodio agregando poco a poco y con agitación constante hasta llegar a su punto final, el cual se verifica cuando la solución cambia de incolora a rosa tenue.
10. Tomar lectura del volumen gastado.

Nota: Realizar este proceso por triplicado.

Cálculos:

$V_{mx} = 10.0 \text{ mL de ácido clorhídrico } 0.2 \text{ N}$

$C_1V_1 = C_2V_2$

Valoración N° 1

Volumen gastado de NaOH= 9.7 mL

$C_{\text{Ácido clorhídrico}} = (0.2 \text{ N}) (9.7 \text{ mL}) / (10.0 \text{ mL})$

$C_{\text{Ácido clorhídrico}} = 0.194 \text{ N}$

Valoración N° 2

Volumen gastado de NaOH= 9.6 mL

$C_{\text{Ácido clorhídrico}} = 0.192 \text{ N}$

Valoración N° 3

Volumen gastado de NaOH= 9.7 mL

$C_{\text{Ácido clorhídrico}} = 0.194 \text{ N}$

$N_{\text{REAL}} = (0.194 \text{ N} + 0.192 \text{ N} + 0.194) / 3$

$N_{\text{REAL}} = 0.193 \text{ N}$

Factor de corrección (Fc) = Normalidad real / Normalidad teórica

$Fc = 0.193 \text{ N} / 0.2 \text{ N}$

$Fc = 0.966$

Estandarización de Ácido Acético 0.1 N

1. Llenar una bureta de 25.0 mL con hidróxido de sodio 0.0991 N
2. Transferir con una pipeta volumétrica 10.0 mL de ácido acético 0.1 N a un erlenmeyer de 125 mL.
3. Adicionar 2 gotas de fenolftaleína 0.1 % y agitar.

4. Titular con hidróxido de sodio agregando poco a poco y con agitación constante hasta llegar a su punto final, el cual se verifica cuando la solución cambia de incolora a rosa tenue.

5. Tomar lectura del volumen gastado.

Nota: Realizar este proceso por triplicado

Cálculos:

$V_{mx} = 10.0 \text{ mL}$ de ácido acético 0.1 N

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

Valoración N° 1

Volumen gastado de NaOH = 10.2 mL

$$C_{\text{Ácido acético}} = (0.0991 \text{ N}) (10.2 \text{ mL}) / (10.0 \text{ mL})$$

$$C_{\text{Ácido acético}} = 0.1010 \text{ N}$$

Valoración N° 2

Volumen gastado de NaOH = 10.0 mL

$$C_{\text{Ácido acético}} = 0.0991 \text{ N}$$

Valoración N° 3

Volumen gastado de NaOH = 10.3 mL

$$C_{\text{Ácido acético}} = 0.1020 \text{ N}$$

$$N_{\text{REAL}} = (0.1010 \text{ N} + 0.0911 \text{ N} + 0.1020 \text{ N}) / 3$$

$$N_{\text{REAL}} = 0.1007 \text{ N}$$

Factor de corrección (Fc) = Normalidad real / Normalidad teórica

$$F_c = 0.1007 \text{ N} / 0.1 \text{ N}$$

$$F_c = 1.007$$

Biftalato Ácido de Potasio 0.1 N

1. Pesar 2.042 g de biftalato ácido de potasio, previamente secado en estufa a 105-110 °C.
2. Disolver en 50 mL de agua libre de CO₂.
3. Transferir a un balón volumétrico de 100.0 mL y llevar a volumen, envasar y rotular.

Estandarización del Hidróxido de Sodio 0.1 N

1. Llenar una bureta de 25.0 mL con hidróxido de sodio
2. Transferir con una pipeta volumétrica 10.0 mL de biftalato ácido de potasio 0.1N a un erlenmeyer de 125 mL.
3. Adicionar 2 gotas de fenolftaleína 0.1 % y agitar.
4. Titular con hidróxido de sodio agregando poco a poco y con agitación constante hasta llegar a su punto final, el cual se verifica cuando la solución cambia de incolora a rosa tenue.
5. Tomar lectura del volumen gastado.

Nota: Realizar este proceso por triplicado

Cálculos:

$$\text{meq} = \text{PM}/1000$$

$$\text{meq} = 204.2/1000$$

$$\text{meq} = 0.2042$$

$V_{mx} = 10.0 \text{ mL}$ de biftalato ácido de potasio 0.1N

Valoración N° 1

Volumen gastado de NaOH = 10.0 mL

$$N = (\text{g de biftalato} \times \text{Alícuota}) / (V \text{ (mL)} \times \text{meq biftalato})$$

$$N = 0.2052 \text{ g} / [(10.0 \text{ mL}) (0.2042)]$$

$$N = 0.1004 \text{ N}$$

Valoración N° 2

Volumen gastado de NaOH = 10.2 mL

$$N = 0.0985 \text{ N}$$

Valoración N° 3

Volumen gastado de NaOH = 10.2 mL

$$N = 0.0985 \text{ N}$$

$$N_{\text{REAL}} = (0.1004 \text{ N} + 0.0985 \text{ N} + 0.0985 \text{ N})/3$$

$$N_{\text{REAL}} = 0.0991 \text{ N}$$

Factor de corrección (Fc) = Normalidad real / Normalidad teórica

$$F_c = 0.0991 \text{ N} / 0.1 \text{ N}$$

$$F_c = 0.991$$

ANEXO Nº 4

CÁLCULOS PARA PREPARACIÓN DE REACTIVOS

ÁCIDO ACÉTICO (CH₃COOH) 0.1 N (500 mL) (6)

$$PM_{\text{CH}_3\text{COOH}} = 60.052 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ Pureza}_{\text{CH}_3\text{COOH}} = 99.9\%$$

$$\rho = 1.05 \text{ g/mL}$$

$$99.9 \text{ g}_{\text{CH}_3\text{COOH}} \text{ ----- } 100 \text{ g de solución}$$

$$60.05 \text{ g}_{\text{CH}_3\text{COOH}} \text{ ----- } x$$

$$x = 60.11 \text{ g de Ácido Acético en solución}$$

$$\rho = m/v \quad v = m/\rho$$

Donde: ρ = Densidad

m = Masa

v = Volumen

$$V = 60.11 \text{ g de CH}_3\text{COOH} / 1.05 \text{ g/mL}$$

$$V = 57.24 \text{ mL de Ácido Acético Glacial para } 1000 \text{ mL de solución } 1 \text{ N}$$

$$57.24 \text{ mL}_{\text{CH}_3\text{COOH glacial}} \text{ ----- } 1000 \text{ mL de solución}$$

$$x \text{ ----- } 500 \text{ mL de solución}$$

$$x = 28.62 \text{ mL de Ácido Acético Glacial para } 500 \text{ mL de solución } 1\text{N}$$

$$28.62 \text{ mL}_{\text{CH}_3\text{COOH glacial}} \text{ ----- } 1 \text{ N}$$

$$x \text{ ----- } 0.1 \text{ N}$$

$$x = 2.86 \text{ mL de Acido Acético Glacial para } 500 \text{ mL de solución } 0.1 \text{ N}$$

ÁCIDO CLORHÍDRICO (HCl) 0.1 N (500 mL) ⁽⁶⁾

$$PM_{\text{HCl}} = 36.46 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ Pureza}_{\text{HCl}} = 37\%$$

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

$$36.46 \text{ g} \text{ ----- } 1 \text{ N} \text{ ----- } 1 \text{ L}$$

$$x = \text{ ----- } 0.1 \text{ N} \text{ ----- } 1 \text{ L}$$

$$x = 3.646 \text{ g}$$

$$1.823 \text{ g} \text{ ----- } 0.1 \text{ N} \text{ ----- } 1 \text{ L}$$

$$x \text{ ----- } 0.1 \text{ N} \text{ ----- } 0.5 \text{ L}$$

$$x = 1.823 \text{ g}$$

$$37.0 \text{ g}_{\text{HCl}} \text{ ----- } 100 \text{ g de solución}$$

$$1.823 \text{ g}_{\text{HCl}} \text{ ----- } x$$

$$x = 4.92 \text{ g de HCl en solución}$$

$$\rho = m/v \qquad v = m/\rho$$

Donde: ρ = Densidad

m = Masa

v = Volumen

$$v = 4.92 \text{ g}_{\text{HCl}} / 1.19 \text{ g/mL}$$

$$v = 4.14 \text{ mL de HCl Concentrado para } 500 \text{ mL de solución } 0.1 \text{ N}$$

ÁCIDO CLORHÍDRICO (HCl) 0.2 N (500 mL) (6)

$$PM_{\text{HCl}} = 36.46 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ Pureza}_{\text{HCl}} = 37\%$$

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

$$36.46 \text{ g} \text{ ----- } 1 \text{ N} \text{ ----- } 1 \text{ L}$$

$$x = \text{ ----- } 0.2 \text{ N} \text{ ----- } 1 \text{ L}$$

$$x = 7.292 \text{ g}$$

$$7.292 \text{ g} \text{ ----- } 0.2 \text{ N} \text{ ----- } 1 \text{ L}$$

$$x \text{ ----- } 0.2 \text{ N} \text{ ----- } 0.5 \text{ L}$$

$$x = 3.646 \text{ g}$$

$$37.0 \text{ g}_{\text{HCl}} \text{ ----- } 100 \text{ g de solución}$$

$$3.646 \text{ g}_{\text{HCl}} \text{ ----- } x$$

$$x = 9.854 \text{ g de HCl en solución}$$

$$\rho = m/v \qquad v = m/\rho$$

Donde: ρ = Densidad

m = Masa

v = Volumen

$$v = 9.854 \text{ g}_{\text{HCl}} / 1.19 \text{ g/mL}$$

$$v = 8.28 \text{ mL de HCl Concentrado para } 500 \text{ mL de solución } 0.2 \text{ N}$$

BIFTALATO ÁCIDO DE POTASIO 0.1 M ([KHC₆H₄(COO)₂]) (6)

Gramos= volumen (litros) X Molaridad X PM

PM = 204.23 g / mol

V = 0.1 litro

M = 0.1

Gramos = 0.1 litro X 0.1 M X 204.23 g/mol

Gramos = 2.042 g de biftalato ácido de potasio

BIFTALATO ÁCIDO DE POTASIO 0. 2 M ([KHC₆H₄(COO)₂]) (12)

Gramos= volumen (litros) X Molaridad X PM

PM = 204.23 g / mol

V = 0.1 litro

M = 0.2

Gramos = 0.1 litro X 0.2 M X 204.23 g/mol

Gramos = 4.085g de biftalato ácido de potasio

HIDROXIDO DE SODIO 0.1 N (NaOH) (6)

Gramos= volumen (litros) X Normalidad X PM

PM = 40 g / mol

V = 1 litro

N = 0.1

Gramos = 1 litro X 0.1 N X 40 g/mol

Gramos = 4.0 g de hidróxido de sodio

HIDRÓXIDO DE SODIO 0.2 N (NaOH) ⁽¹²⁾

NaOH 0.1 N Titrisol

$$V_1C_1 = V_2C_2$$

$$V_2 = V_1C_1/C_2$$

$$V_2 = (100 \text{ mL}) (0.2 \text{ N})/0.1 \text{ M}$$

$$V_2 = 200 \text{ mL}$$

ANEXO N° 5 ⁽¹⁾

Cálculos para la obtención del punto de equivalencia graficando la primera y segunda derivada a partir de los datos obtenidos en la titulación ácido fuerte-base fuerte del extracto etanólico de *Jacaranda mimosifolia* (Jacaranda).

Fórmulas:

$$\Delta V = mL_2 - mL_1$$

$$\Delta pH = pH_2 - pH_1$$

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

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

Ejemplo de cálculo:

$$\Delta V = mL_2 - mL_1$$

$$\Delta V = 5.0 - 0.0 = 5.0$$

$$\Delta pH = pH_2 - pH_1$$

$$\Delta pH = 2.16 - 1.99 = 0.17$$

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

$$\text{Primera Derivada} = 0.17 / 5.0 = 0.034$$

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

$$\text{Segunda Derivada} = 0.03 - 0.04 = -0.03$$

ANEXO N° 6 ⁽¹⁾

Cálculos para la obtención del punto de equivalencia graficando la primera y segunda derivada a partir de los datos obtenidos en la titulación ácido débil-base fuerte del extracto etanólico de *Jacaranda mimosifolia* (Jacaranda).

Fórmulas:

$$\Delta V = mL_2 - mL_1$$

$$\Delta pH = pH_2 - pH_1$$

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

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

Ejemplo de cálculo:

$$\Delta V = mL_2 - mL_1$$

$$\Delta V = 5.0 - 0.0 = 5.0$$

$$\Delta pH = pH_2 - pH_1$$

$$\Delta pH = 3.90 - 2.80 = 1.10$$

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

$$\text{Primera Derivada} = 1.10 / 5.0 = 0.22$$

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

$$\text{Segunda Derivada} = 0.22 - 0.14 = 0.08$$

ANEXO N° 7



Figura N° 12. Árbol de Jacaranda en el lugar de recolección.



Figura N° 13. Racimo de flores de Jacaranda cortadas en la recolección.

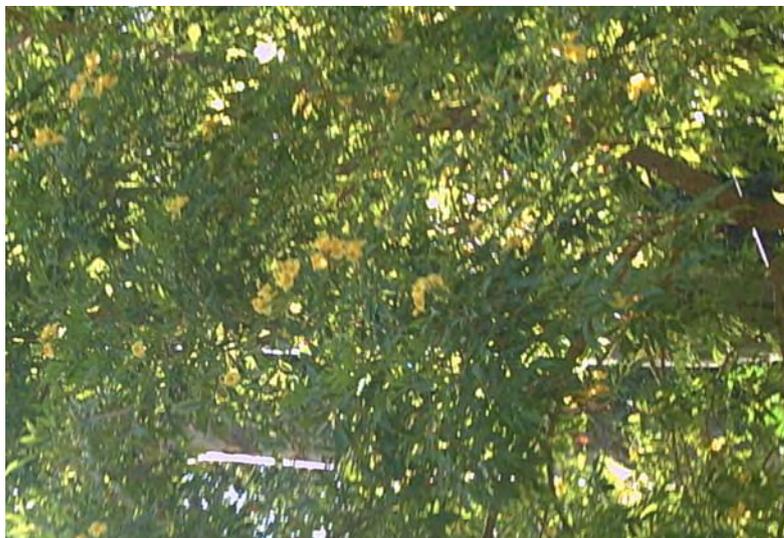


Figura Nº 14. Árbol de San Andrés en el lugar de recolección.



Figura Nº 15. Flor de San Andrés en la recolección.

ANEXO Nº 8

PRUEBAS PRELIMINARES EN MEDIO ÁCIDO Y BÁSICO

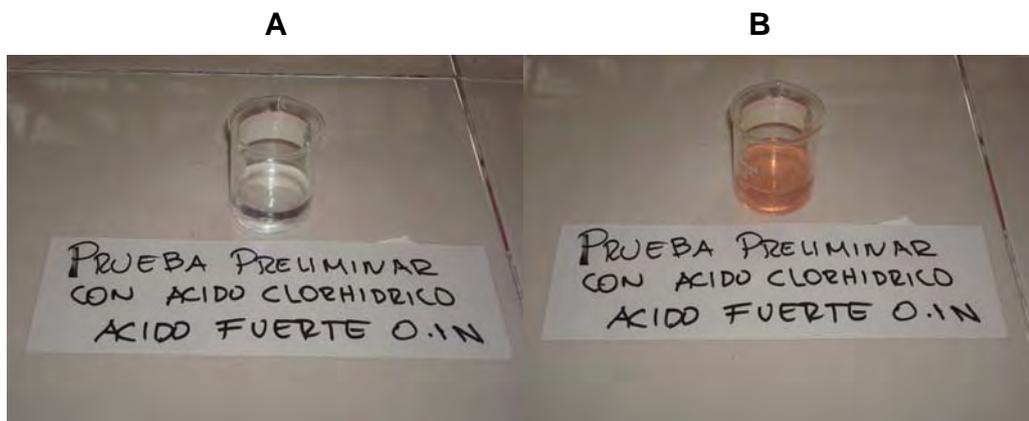


Figura N° 16. Prueba preliminar con HCl 0.1N antes de agregar extracto de Jacaranda (A) y después de agregar extracto alcohólico de Jacaranda (B).

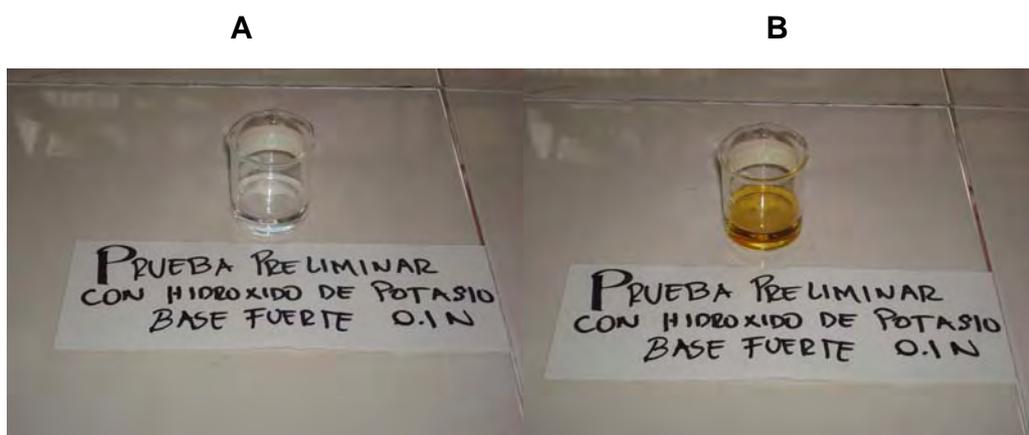


Figura N° 17. Prueba preliminar con KOH 0.1N antes de agregar extracto de Jacaranda (A) y después de agregar extracto de Jacaranda (B).

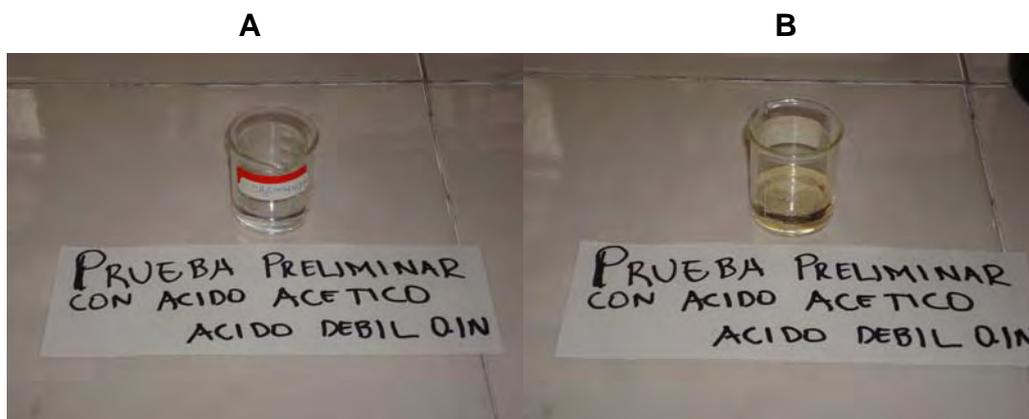


Figura N° 18. Prueba preliminar con HOAc 0.1N antes de agregar extracto de Jacaranda (A) y después de agregar extracto de Jacaranda (B).

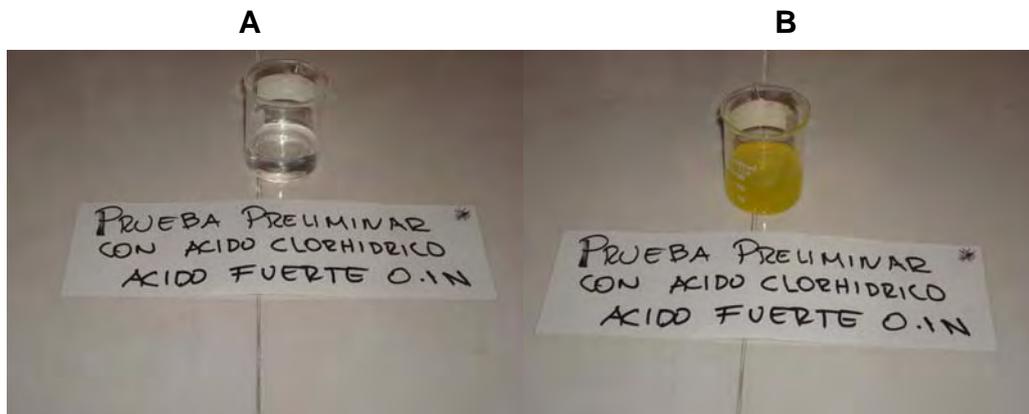


Figura N° 19. Prueba preliminar con HCl 0.1N antes de agregar extracto de San Andrés **(A)** y después de agregar extracto de Jacaranda **(B)**.



Figura N° 20. Prueba preliminar con KOH 0.1N antes de agregar extracto de San Andrés **(A)** y después de agregar extracto de Jacaranda **(B)**.

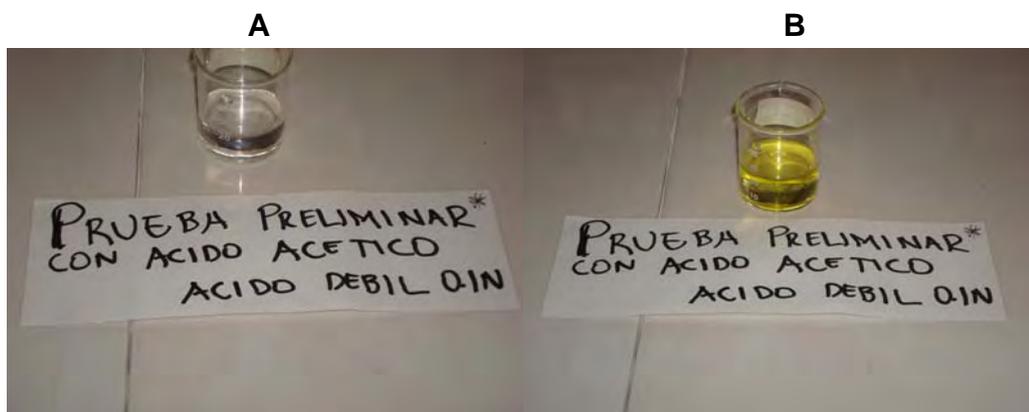


Figura N° 21. Prueba preliminar con HOAc 0.1N antes de agregar extracto de San Andrés **(A)** y después de agregar extracto de Jacaranda **(B)**.

ANEXO N° 9
ESCALA DE pH

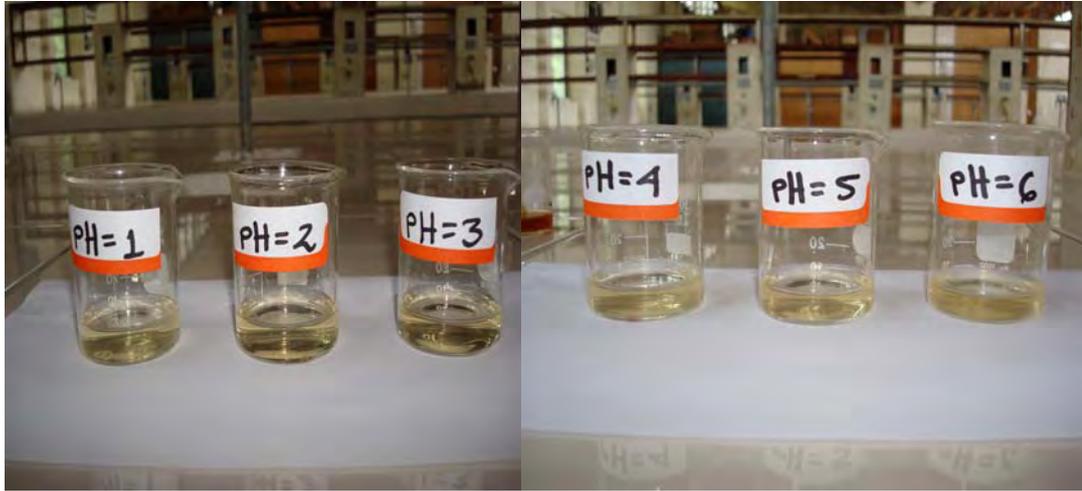


Figura N° 22. Escala de pH (1 a 6) obtenida con el extracto de Jacaranda.

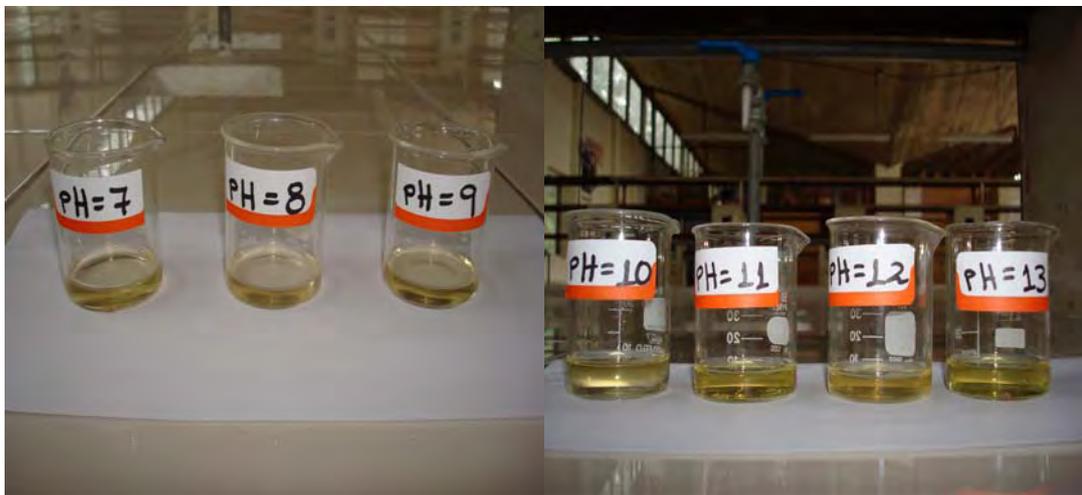


Figura N° 23. Escala de pH (7 a 13) obtenida con extracto de Jacaranda.

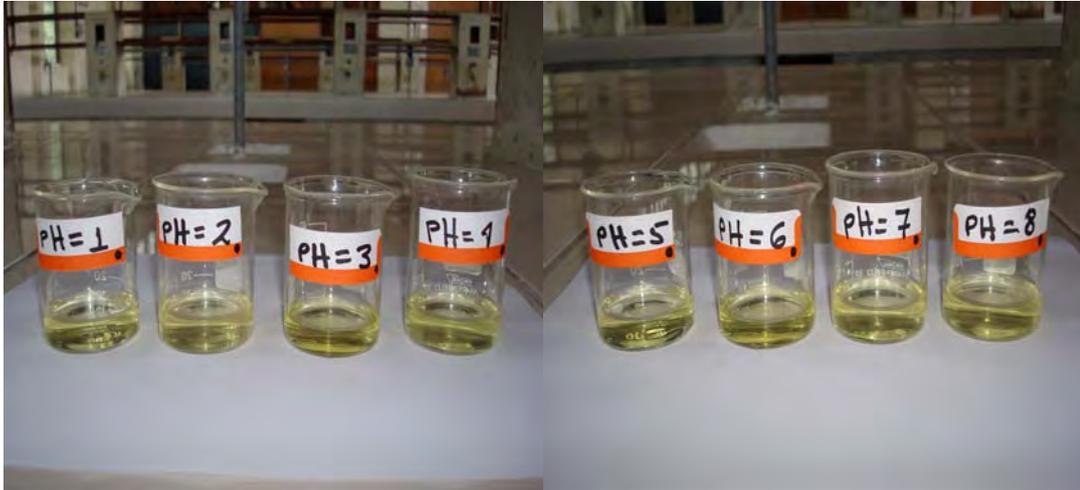


Figura N° 24. Escala de pH (1 a 8) obtenida con el extracto de San Andrés.

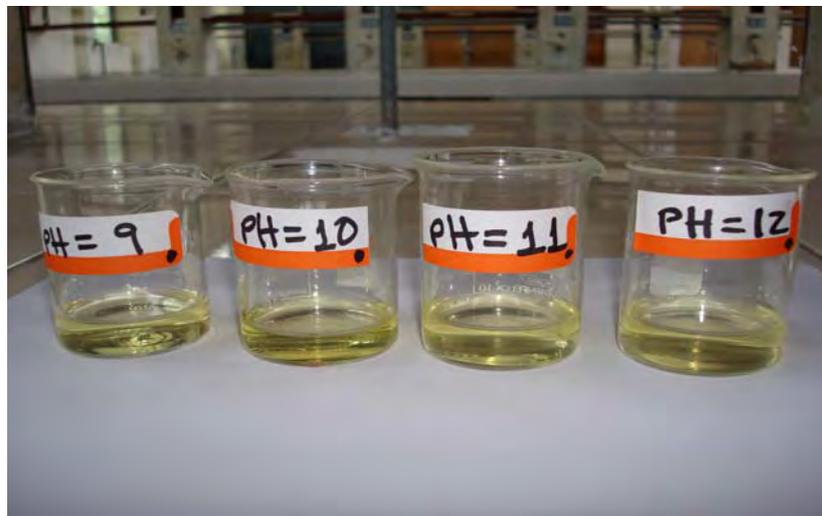


Figura N° 25. Escala de pH (9 a 12) obtenida con el extracto de San Andrés.

ANEXO Nº 10
TITULACIONES ÁCIDO-BASE

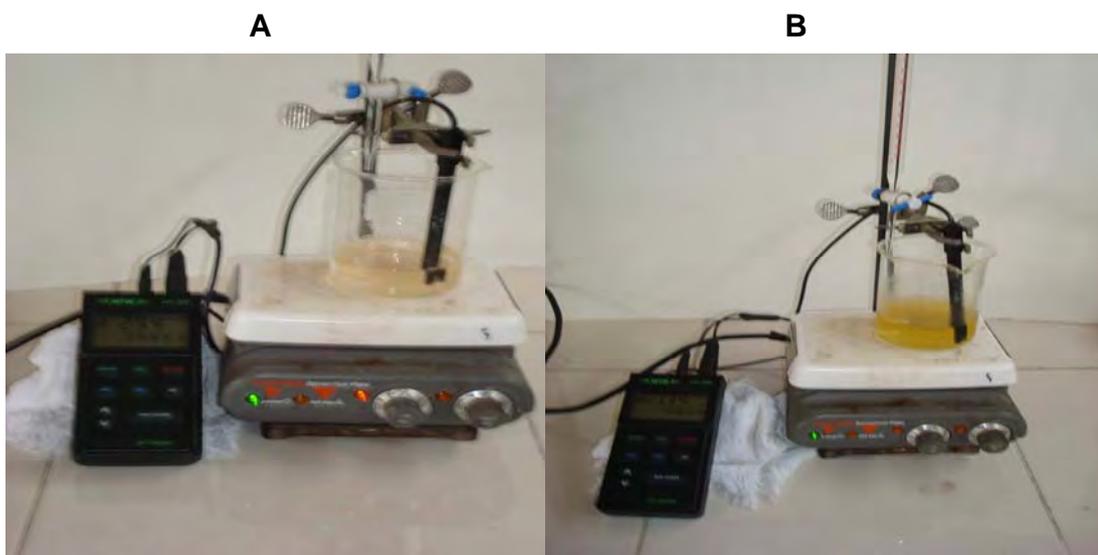


Figura Nº 26. Titulación ácido fuerte-base fuerte con indicador de Jacaranda antes del punto final de la valoración **(A)** y después del punto final **(B)**.

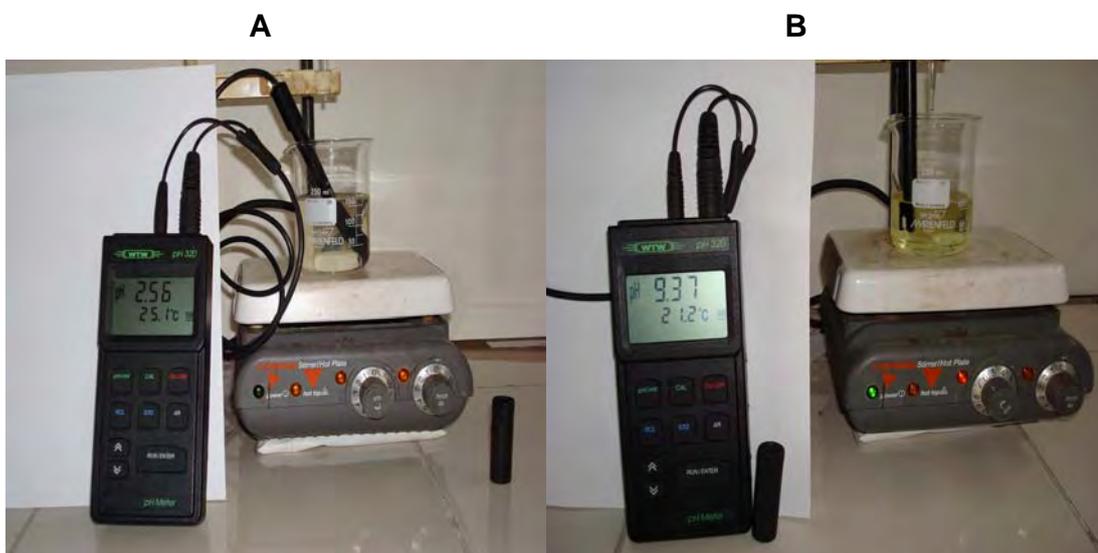


Figura Nº 27. Titulación ácido débil-base fuerte con indicador de Jacaranda antes del punto final de la valoración **(A)** y después del punto final **(B)**.

ANEXO Nº 11

ESPECIFICACIONES DEL EQUIPO UTILIZADO

Medidor de pH digital WTW pH 320. (20)

El medidor de pH digital modelo WTW pH 320 está diseñado con elementos electrónicos en estado sólido, y la pantalla LCD permite una fácil lectura. Está diseñado para determinaciones de pH (manual), milivoltios (mV) y potenciales de oxido-reducción, las cuales son útiles para observar cambios particulares en diferentes sustancias que pueden relacionarse a los cambios de valores de pH.

ESPECIFICACIONES DEL MEDIDOR DE pH.

1. pH-metro: Potenciómetro calibrado a un rango de milivoltios para mostrar unidades de pH para la medición de potenciales entre un electrodo de vidrio, rango de 0-14, lectura de salida digital con resolución, exactitud.

- Rango:

pH: 0.0 hasta 14.0

mV: -1999 hasta +1999

Resolución / Precisión:

pH: 0.01 + 0.01 pH

mV: 1.0 + 1.0 mV

- Compensación de Temperatura: Manual, desde 0 hasta 100°C.

Batería: 9 voltios, vida de batería: 2000 horas.

Pantalla o visualizador: LCD de 4 dígitos, ½" de altura.

2. Electrodo – Sistema combinado de un electrodo de vidrio para censar iones H^+ y un electrodo de referencia de voltaje Estándar (Plata / Cloruro de Plata) construidos como un electrodo simple.

3. Soluciones Estándar: Tres soluciones para calibrar y establecer la pendiente del medidor de pH previo a la medición de

- Solución Estándar (CERTIPUR), pH 4, Estándar a 25°C
- Solución Estándar (CERTIPUR), pH 7, Estándar a 25°C
- Solución Estándar (CERTIPUR), pH 10, Estándar a 25°C

Precaución: La vida útil de todas las soluciones buffer no debe exceder los seis meses antes de desecharlos.

PROCEDIMIENTO DE CALIBRACION ⁽²⁰⁾

1. Conectar el electrodo de prueba del medidor de pH.
2. Presionar la tecla ON/OFF del medidor de pH en la posición ON.
3. Sumergir el electrodo de ensayo en la solución buffer de pH 7.0.
4. Presionar la tecla pH/mV para seleccionar el pH.
5. Ajustar el control de temperatura °C a la temperatura de la solución buffer. Se necesita de un termómetro adicional para medir la temperatura de las soluciones buffer. Tanto el buffer como la muestra a ensayar deberían estar a la misma temperatura para lograr medidas de pH más exactas.
6. Ajustar el control de estandarización para poder leer un pH de 7.0 en la pantalla del instrumento.
7. Enjuagar el electrodo de ensayo con agua destilada y secarlo con un trozo de papel suave (para absorber el agua que queda en la punta del electrodo).
8. Sumergir el electrodo en una segunda solución buffer (pH 4.0) y en una tercera solución (pH 10.0).

9. Ajustar el control de temperatura °C a la temperatura de la segunda solución buffer.
10. Permitir que se produzca una lectura estable, luego ajustar el control SLOPE al valor de la segunda solución buffer y luego ajustar la tercera solución buffer.
11. Enjuagar el electrodo con agua destilada.
12. Repetir el procedimiento anteriormente detallado, hasta que el medidor de pH lea los valores correctos para cada solución buffer.
13. Desechar y no reutilizar la muestra de solución buffer que se usó en la calibración. El medidor debería calibrarse cada día, usando por lo menos dos buffers. Verifique con el buffer de pH 7.0 cada tres horas.

INTRUCCIONES DE USO:

1. Pulsar la tecla ON/OFF a la posición ON para encender el instrumento.
2. Pulsar la tecla pH/mV hasta que en el panel se observe la indicación del modo de trabajo deseado.
3. La compensación de temperatura puede establecerse manualmente por ajuste del control de temperatura en °C en un rango de 0° hasta 100°C.
4. Para medir el pH, lavar el electrodo con agua destilada y sumergirla dentro de la solución a ser ensayada. Permitir que transcurran de 60-90 segundos para que las lecturas sean estables.
5. Registrar el pH de la muestra al punto más cercano al 0.1 de unidad de pH y la temperatura de la muestra ensayada.

6. Para medidas en mV o medidas del ORP, presionar la tecla pH/mV hasta que en el panel se muestre milivoltios. Verificar que la sonda del medidor esté bien conectada, luego enjuagar el electrodo con agua destilada y secar. Sumergir el electrodo dentro de la muestra a ser medida. Permitir que las lecturas se estabilicen y tomar las lecturas correspondientes.

INDICACIONES OPERATIVAS:

1. Nunca permitir que la punta del electrodo quede sin líquido. El bulbo de vidrio del electrodo de ensayo debería mantenerse siempre humectado para una respuesta más rápida y mantenimiento del equipo. Se suministra una cubierta de goma con la sonda para cubrir el bulbo de vidrio con solución. Remover la cubierta para usar el electrodo.
2. Si el extremo del electrodo está seco y la cubierta de goma se ha dejado de lado, sumergir el electrodo en solución de Cloruro de Potasio (KCl 1 M) por 30 minutos o sumergir la sonda con agua corriente por un período de 2 horas.
3. Cuando el electrodo no esté en uso, colocar la cubierta, la cual debería estar llena de solución de KCl 1 M o alguna solución de almacenaje equivalente. Si no se dispone de esta solución, está permitido el uso de agua corriente.
4. No usar, bajo ninguna circunstancia agua des-ionizada o destilada para el almacenaje.
5. El bulbo de vidrio es una parte muy sensible del electrodo, y siempre debería mantenerse limpio. Enjuagar el electrodo con agua corriente o con agua

destilada luego de su uso, secar y colocar el electrodo en su cubierta protectora para el almacenaje. Limpiar periódicamente el electrodo con un cepillo y un detergente suave.

6. Si no se dispone de solución de KCl 1 M o equivalente, use un buffer pH 4.0, 7.0 ó agua destilada.
7. Si el medidor de pH muestra una respuesta lenta, si se producen lecturas inconsistentes o si no se puede establecer una calibración, podría ser necesario un reacondicionamiento del electrodo. Este reacondicionamiento puede hacerse por introducción del mismo en solución 0.1M de Ácido Clorhídrico (HCl), durante 10 minutos, seguido de enjuague con agua y luego introducción del electrodo en solución 0.1M de Hidróxido de Sodio (NaOH) por otros 10 minutos y de nuevo enjuagar. Verificar que el electrodo responda a la calibración. Si el instrumento continúa operando inadecuadamente, sumergir la sonda sólo dos minutos en una solución de Bifluoruro de Amonio al 10% ($\text{NH}_4\text{F-HF}$) y repetir el procedimiento de calibración. Reemplazar el electrodo si estas medidas no logran el reacondicionamiento.

ANEXO Nº 12

PREPARACIÓN DE LAS SOLUCIONES BUFFER SEGÚN LA USP 28

Solutions

BUFFER SOLUTIONS

The successful completion of many Pharmacopeial tests and assays requires adjustment to or maintenance of a specified pH by the addition of buffer solutions. In pH measurements, standard buffer solutions are required for reference purposes. For convenience, the preparation of these solutions is in some instances described in the sections in which their use is specified; i.e., five separate phosphate buffers are described under *Antibiotics—Microbial Assays* (81), and several miscellaneous single-purpose solutions are described in the individual monographs.

A solution is said to be buffered if it resists changes in the activity of an ion on the addition of substances that are expected to change the activity of that ion. Buffers are substances or combinations of substances that impart this resistance to a solution. Buffered solutions are systems in which the ion is in equilibrium with substances capable of removing or releasing the ion.

Buffer capacity refers to the amount of material that may be added to a solution without causing a significant change in ion activity. It is defined as the ratio of acid or base added (in gram-equivalents per liter) to the change in pH (in pH units). The capacity of a buffered solution is adjusted to the conditions of use, usually by adjustment of the concentrations of buffer substances.

Buffers are used to establish and maintain an ion activity within narrow limits. The most common systems are used (a) to establish hydrogen-ion activity for the calibration of pH meters, (b) in the preparation of dosage forms that approach isotonicity, (c) in analytical procedures, and (d) to maintain stability of various dosage forms. Buffers used in physiological systems are carefully chosen so as not to interfere with pharmacological activity of the medication or normal function of the organism. It is essential that buffers used in chemical analysis be compatible with the substance determined and the reagents used.

Standard Buffer Solutions—Standard solutions of definite pH are readily available in buffer solutions prepared from the appropriate reagents. In addition, buffer solutions, buffer tablets, and buffer solids may be obtained from commercial sources in convenient prepackaged form. Such preparations are available for the entire working range in pharmaceutical analysis, but are not recommended for pH meter standardization (see *pH* (791)).

The required reagents are described in the section, *Reagents*. Previously dry the crystalline reagents, except the boric acid, at 110° to 120° for 1 hour.

[NOTE—Where water is specified for solution or dilution of test substances in pH determinations, use carbon dioxide-free water.]

Store the prepared solutions in chemically resistant, tight containers such as Type I glass bottles. Use the solutions within 3 months.

Standard Buffer Solutions for various ranges between pH 1.2 and 10.0 may be prepared by appropriate combinations of the solutions described herein, used in the proportions shown in the accompanying table. The volumes shown in the table are for 200 mL of buffer solution, except that the volumes shown for *Acetate Buffer* are used to prepare 1000 mL of buffer solution.

1. *Hydrochloric Acid, 0.2 M*, and *Sodium Hydroxide, 0.2 M*—Prepare and standardize as directed under *Volumetric Solutions*.
2. *Potassium Biphthalate, 0.2 M*—Dissolve 40.85 g of potassium biphthalate [KHC₈H₄(COO)₂] in water, and dilute with water to 1000 mL.
3. *Potassium Phosphate, Monobasic 0.2 M*—Dissolve 27.22 g of monobasic potassium phosphate (KH₂PO₄) in water, and dilute with water to 1000 mL.
4. *Boric Acid and Potassium Chloride, 0.2 M*—Dissolve 12.37 g of boric acid (H₃BO₃) and 14.91 g of potassium chloride (KCl) in water, and dilute with water to 1000 mL.
5. *Potassium Chloride, 0.2 M*—Dissolve 14.91 g of potassium chloride (KCl) in water, and dilute with water to 1000 mL.
6. *Acetic Acid, 2 N*—Prepare and standardize as directed under *Volumetric Solutions*.

COLORIMETRIC SOLUTIONS (CS)

(For the Preparation of Matching Fluids, see *Color and Achromicity* (631).)

These solutions are used in the preparation of the colorimetric standards for certain drugs, and for the carbonization tests with sulfuric acid that are specified in several monographs. Store the solutions in suitably resistant, tight containers.

Comparison of colors as directed in the Pharmacopeial tests preferably is made in matched color-comparison tubes or in a suitable colorimeter under conditions that ensure that the colorimetric reference solution and that of the specimen under test are treated alike in all respects. The comparison of colors is best made in layers of equal depth, and viewed transversely against a white background (see also *Visual Comparison* under *Spectrophotometry and Light-Scattering* (851)). It is particularly important that the solutions be compared at the same temperature, preferably 25°.

Cobaltous Chloride CS—Dissolve about 65 g of cobaltous chloride (CoCl₂·6H₂O) in enough of a mixture of 25 mL of hydrochloric acid and 975 mL of water to make 1000 mL. Pipet 5 mL of this solution into a 250-mL iodine flask, add 5 mL of hydrogen peroxide TS and 15 mL of sodium hydroxide solution (1 in 5), boil for 10 minutes, cool, and add 2 g of potassium iodide and 20 mL of dilute sulfuric acid (1 in 4). When the precipitate has dissolved, titrate the liberated iodine with 0.1 N sodium thiosulfate VS, adding 3 mL of starch TS as the indicator. Perform a blank determination with the same quantities of the same reagents, and make any necessary correction. Each mL of 0.1 N sodium thiosulfate is equivalent to 23.79 mg of CoCl₂·6H₂O. Adjust the final volume of the solution by the addition of enough of the mixture of hydrochloric acid and water so that each mL contains 59.5 mg of CoCl₂·6H₂O.

Cupric Sulfate CS—Dissolve about 65 g of cupric sulfate (CuSO₄·5H₂O) in enough of a mixture of 25 mL of hydrochloric acid and 975 mL of water to make 1000 mL. Pipet 10 mL of this solution into a 250-mL iodine flask, add 40 mL of water, 4 mL of acetic acid, 3 g of potassium iodide, and 5 mL of hydrochloric acid, and titrate the liberated iodine with 0.1 N sodium thiosulfate VS, adding 3 mL of starch TS as the indicator. Perform a blank determination with the same quantities of the same reagents, and make any necessary correction. Each mL of 0.1 N sodium thiosulfate is equivalent to 24.97 mg of CuSO₄·5H₂O. Adjust the final volume of the solution by the addition of enough of the mixture of hydrochloric acid and water so that each mL contains 62.4 mg of CuSO₄·5H₂O.

Ferric Chloride CS—Dissolve about 55 g of ferric chloride (FeCl₃·6H₂O) in enough of a mixture of 25 mL of hydrochloric acid and 975 mL of water to make 1000 mL. Pipet 10 mL of this solution into a 250-mL iodine flask, add 15 mL of water, 3 g of potassium iodide, and 5 mL of hydrochloric acid, and allow the mixture to stand for 15 minutes. Dilute with 100 mL of water, and titrate the liberated iodine with 0.1 N sodium thiosulfate VS, adding 3 mL of starch TS as the indicator. Perform a blank determination with the same quantities of the same reagents, and make any necessary correction. Each mL of 0.1 N sodium thiosulfate is equivalent to 27.03 mg of FeCl₃·6H₂O. Adjust the final volume of the solution by the addition of enough of the mixture of hydrochloric acid and water so that each mL contains 45.0 mg of FeCl₃·6H₂O.

INDICATOR SOLUTIONS

SEE TEST SOLUTIONS

Composition of Standard Buffer Solutions

Hydrochloric Acid Buffer

Place 50 mL of the potassium chloride solution in a 200-mL volumetric flask, add the specified volume of the hydrochloric acid solution, then add water to volume.

pH	1.2	1.3	1.4	1.5	1.6	1.7	1.8	1.9	2.0	2.1	2.2
0.2 M HCl, mL	85.0	67.2	53.2	41.4	32.4	26.0	20.4	16.2	13.0	10.2	7.8

Acid Phthalate Buffer

Place 50 mL of the potassium biphthalate solution in a 200-mL volumetric flask, add the specified volume of the hydrochloric acid solution, then add water to volume.

pH	2.2	2.4	2.6	2.8	3.0	3.2	3.4	3.6	3.8	4.0
0.2 M HCl, mL	49.5	42.2	35.4	28.9	22.3	15.7	10.4	6.3	2.9	0.1

Neutralized Phthalate Buffer

Place 50 mL of the potassium biphthalate solution in a 200-mL volumetric flask, add the specified volume of the sodium hydroxide solution, then add water to volume.

pH	4.2	4.4	4.6	4.8	5.0	5.2	5.4	5.6	5.8
0.2 M NaOH, mL	3.0	6.6	11.1	16.5	22.6	28.8	34.1	38.8	42.3

Phosphate Buffer

Place 50 mL of the monobasic potassium phosphate solution in a 200-mL volumetric flask, add the specified volume of the sodium hydroxide solution, then add water to volume.

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
0.2 M NaOH, 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

Alkaline Borate Buffer

Place 50 mL of the boric acid and potassium chloride solution in a 200-mL volumetric flask, add the specified volume of the sodium hydroxide solution, then add water to volume.

pH	8.0	8.2	8.4	8.6	8.8	9.0	9.2	9.4	9.6	9.8	10.0
0.2 M NaOH, mL	3.9	6.0	8.6	11.8	15.8	20.8	26.4	32.1	36.9	40.6	43.7

Acetate Buffer

Place the specified amount of sodium acetate $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ in a 1000-mL volumetric flask, add the specified volume of the acetic acid solution, then add water to volume, and mix.

pH	4.1	4.3	4.5	4.7	4.9	5.1	5.2	5.3	5.4	5.5
pH (measured)	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 CH_3COOH , mL	19.5	17.7	14.0	11.8	9.1	6.3	5.8	4.4	3.8	3.0

TEST SOLUTIONS (TS)

Certain of the following test solutions are intended for use as acid-base indicators in volumetric analyses. Such solutions should be so adjusted that when 0.15 mL of the indicator solution is added to 25 mL of carbon dioxide-free water, 0.25 mL of 0.02 N acid or alkali, respectively, will produce the characteristic color change. Similar solutions are intended for use in pH measurement. Where no special directions for their preparation are given, the same solution is suitable for both purposes.

Where it is directed that a volumetric solution be used as the test solution, standardization of the solution used as TS is not required.

In general, the directive to prepare a solution "fresh" indicates that the solution is of limited stability and must be prepared on the day of use.

For the preparation of Test Solutions, use reagents of the quality described under *Reagents*.

Acetaldehyde TS—Mix 4 mL of acetaldehyde, 3 mL of alcohol, and 1 mL of water. Prepare this solution fresh.

Acetate Buffer TS—Dissolve 320 g of ammonium acetate in 500 mL of water, add 5 mL of glacial acetic acid, dilute with water to 1000.0 mL, and mix. This solution has a pH between 5.9 and 6.0.

Acetic Acid, Glacial, TS—Determine the water content of a specimen of glacial acetic acid by the *Titrimetric Method* (see *Water Determination* (921)). If the acid contains more than 0.05% of water, add a few mL of acetic anhydride, mix, allow to stand overnight, and again determine the water content. If the acid contains less than 0.02% of water, add sufficient water to make the final concentration between 0.02% and 0.05%, mix, allow to stand overnight, and again determine the water content. Repeat the adjustment with acetic

anhydride or water, as necessary, until the resulting solution shows a water content between 0.02% and 0.05%.

Acetic Acid-Ammonium Acetate Buffer TS—Dissolve 77.1 g of ammonium acetate in water, add 57 mL of glacial acetic acid, and dilute with water to 1000 mL.

Acetone, Buffered, TS—Dissolve 8.15 g of sodium acetate and 42 g of sodium chloride in about 100 mL of water, and add 68 mL of 0.1 N hydrochloric acid and 150 mL of acetone. Mix, and dilute with water to 500 mL.

Acid Ferric Chloride TS—Mix 60 mL of glacial acetic acid with 5 mL of sulfuric acid, add 1 mL of ferric chloride TS, mix, and cool.

Acid Ferrous Sulfate TS—See *Ferrous Sulfate, Acid, TS*.

Acid Stannous Chloride TS—See *Stannous Chloride, Acid, TS*.

Acid Stannous Chloride TS, Stronger—See *Stannous Chloride, Acid, Stronger, TS*.

Albumen TS—Carefully separate the white from the yolk of a strictly fresh hen's egg. Shake the white with 100 mL of water until mixed and all but the chalaza has undergone solution; then filter. Prepare the solution fresh.

Alcohol-Phenol TS—Dissolve 780 mg of phenol in alcohol to make 100 mL.

Alcoholic Ammonia TS—See *Ammonia TS, Alcoholic*.

Alcoholic Mercuric Bromide TS—See *Mercuric Bromide TS, Alcoholic*.

Alcoholic Potassium Hydroxide TS—See *Potassium Hydroxide TS, Alcoholic*.

Alkaline Cupric Citrate TS—See *Cupric Citrate TS, Alkaline*.

Alkaline Cupric Iodide TS—See *Cupric Iodide TS, Alkaline*.