

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA

Carrera de QFB

Área Química

**Manual de Laboratorio de Análisis de
Fármacos y Materias Primas I**

Código: SGC-FESZ-QFB-ML06

Fecha de aprobación: 13/01/2023

Vigente hasta: 13/01/2026



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	1/81

Listado de Profesores participantes

Elaborado por primera vez en 1980 por:

QFB. Felipe Alberto Pérez Vega

M. en C. María Gloria Velásquez Vaquero

Revisado y actualizado por:

QFB. Felipe Alberto Pérez Vega

M. en C. María Gloria Velásquez Vaquero

QFB. Georgina Ernestina Rios Olivera

QFB. Irma Alejandre Razo

QFB. Marcos Rubén Chávez Romero

M. en C. Lizett Castrejón Delgado



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	2/81

Índice

1	Introducción.....	5
2	Objetivos	8
2.1	Generales.....	8
2.2	Particulares	8
3	Reglamentos de laboratorio	9
3.1	Generales.....	9
3.2	Particular	9
4	Manejo de Residuos.....	11
4.1	Clasificación de los residuos	13
4.1.1	Químicos.....	13
5	Criterios de Evaluación.....	15
5.1	Discusión del proyecto asignado.....	16
5.2	Trabajo experimental en el laboratorio	16
5.3	Entrega de un reporte o informe de resultados	17
6	Seminarios	18
6.1	Objetivos	18
6.2	Generalidades	19
6.3	Cuestionario (Anexo 3).....	19
6.4	Presentación Oral.....	19
6.5	Material.....	20



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	3/81

7	Proyectos	21
7.1	Titulaciones Ácido Base en Medio Acuoso.....	21
7.1.1	Proyecto No. 1. Titulación de un Ácido por una Base Fuerte	23
7.1.2	Proyecto No. 2. Titulación de un Ácido por una Base Fuerte	27
7.1.3	Proyecto No. 3. Titulación Ácido Base por Retroceso	30
7.1.4	Proyecto No. 4. Titulación de un Ácido o Base Poliprótico	34
7.2	Titulaciones Ácido Base en Medios No Acuosos	37
7.2.1	Proyecto No. 5. Titulación de un Ácido Débil por una Base Fuerte en un Disolvente Prótico	38
7.2.2	Proyecto No. 6. Titulación de una Base Débil por un Ácido Fuerte en Ácido Acético Glacial.....	41
7.3	Titulaciones Complejométricas.....	45
7.3.1	Proyecto No. 7. Titulación de un Cation Metálico por Complejos	46
7.4	Titulaciones por Precipitación.....	49
7.4.1	Proyecto No. 8. Titulación Potenciométrica por Precipitación.....	51
7.5	Titulaciones Óxido Reducción	54
7.5.1	Proyecto No. 9. Titulación de Óxido Reducción Cerimétrica	55
7.5.2	Proyecto No. 10. Titulación de Óxido Reducción Iodométrica	59
7.5.3	Proyecto No. 11. Titulación de Óxido Reducción Bromatométrica.....	62
8	Anexos	66
8.1	Anexo 1. Cronograma general de las actividades de laboratorio de AFMP I ...	66



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	4/81

8.2 Anexo 2. Proyectos 68

8.3 Anexo 3. Cuestionario 71

8.4 Anexo 4. Material y lavado 81



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	5/81

1 Introducción

El laboratorio de Análisis de Fármacos y Materias Primas I (AFMP I) se imparte en el cuarto semestre de la carrera de Química Farmacéutico Biológica (QFB), en la Facultad de Estudios Superiores Zaragoza (FESZ). El plan de estudios 2016, establece que, para cursar este módulo debe haber acreditado el ciclo básico. La actividad en el laboratorio se realiza en una sesión semanal de 4 horas durante un periodo de 16 semanas de acuerdo con el Cronograma de trabajo (Anexo 1). El módulo de AFMP I forma a los alumnos de la carrera de Q.F.B. a realizar determinaciones cuantitativas a partir del análisis volumétrico.

De la gran cantidad de reacciones químicas, solo pueden emplearse las que cumplan con las siguientes condiciones:

- I. Estequiometría conocida, es decir, debe mostrar claramente los reactivos y los productos, así como la proporción en que reaccionan y se producen respectivamente.
- II. Rápidas para que la titulación se realice en periodos de tiempo cortos.
- III. Cuantitativas, (constantes de equilibrio favorables y valores de P% mayor que 99).
- IV. Sensibilidad para detectar el fin de la reacción con indicadores.

Muchas sustancias de interés farmacéutico, así como un gran número de especies inorgánicas, orgánicas y bioquímicas, poseen diferentes propiedades químicas ácido básicas, forman complejos muy estables, sales poco solubles o bien son sustancias óxido reductoras. Estas propiedades se pueden aprovechar para hacer determinaciones cuantitativas por medio de una **titulación**. La técnica se basa en la medición del volumen de un reactivo (denominado titulante) que reacciona con la muestra (denominado analito) de manera equivalente. Reacción que puede determinarse instrumentalmente o mediante el uso de indicadores.

Una titulación es un método rápido y con una amplia aplicación en el análisis cuantitativo de sustancias de trascendencia farmacéutica, en acidimetrías en la determinación de



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	6/81

aminas, en alcalimetrías en la determinación de fenoles, en reacciones de hidrólisis y de adición en química orgánica, para la presencia de iones cianuro en disoluciones y/o aguas contaminadas, en la calificación de la dureza del agua, para la extracción de cationes de un solvente a otro, en disolución de precipitados, ablandamiento de aguas, separación de muestras en sus diferentes componentes, reducción de minerales para la obtención de aluminio o de hierro, en la prevención de la corrosión, medición de una gran cantidad de iones en una solución, etc. Para todo ello, es necesario preparar y estandarizar las disoluciones volumétricas más utilizadas, disponer de un sistema indicador que señale cuando se ha añadido la cantidad de reactivo valorante equivalente al analito en estudio y contar con el instrumental adecuado para llevar a cabo la medida del volumen (Figura 1.).

Este manual ha sido elaborado con la finalidad de contar con un instrumento que conlleve la secuencia de los pasos necesarios, que aseguren la correcta ejecución de los procedimientos técnicos de un laboratorio de analítica en las técnicas volumétricas y contribuya al ordenamiento y estandarización de estas. Así mismo, se considera al

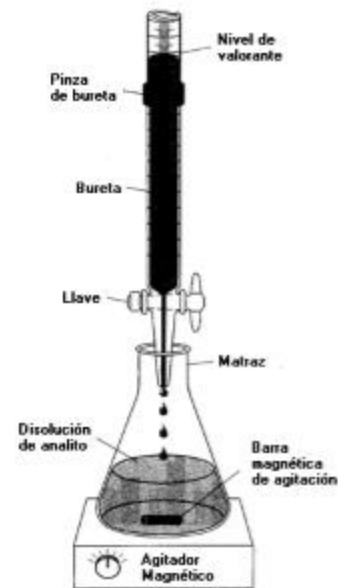


Figura 1. Equipo de Titulación.

laboratorio como un lugar donde el trabajo en equipo se facilita, da lugar a un proceso de constante integración, comunicación, investigación, construcción de ideas, surgimiento de nuevas preguntas, por lo que las actividades experimentales propician la reorganización de conocimientos y facilitan el alcanzar un aprendizaje significativo entre profesores y alumnos; y es así cómo este manual pretende ir avanzando a la par con los cambios.

Los alumnos deben tener presente que del resultado que se obtiene en el laboratorio



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	7/81

durante el proceso de análisis de los medicamentos, de la valoración y del control de calidad, depende la salud y la vida de muchas personas, así como la toma de decisiones, que en ocasiones puede ser de notable envergadura comercial y económica.

Cada práctica/semanal tiene sus propios objetivos y ejemplifica los diferentes equilibrios químicos, los sistemas indicadores para determinar el punto de equivalencia, los cálculos en diferentes tipos de volumetrías. Este manual guiará a profesores y alumnos para llevar a cabo el trabajo experimental del laboratorio del Módulo de Análisis de Fármacos y Materias Primas I.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	8/81

2 Objetivos

2.1 Generales

- Establecer una directriz general para el desarrollo de los proyectos para el laboratorio de AFMP I.
- Mostrar propuestas de valoraciones de diferentes analitos (principalmente materias primas, fármacos y formas farmacéuticas) de mayor uso de acuerdo con los diferentes equilibrios químicos.
- Desarrollar conciencia en la toma de decisiones con base en los resultados obtenidos.
- Destacar el empleo de la Farmacopea Nacional en el laboratorio de AFMP I.

2.2 Particulares

- Preparar y estandarizar un reactivo titulante, de acuerdo con el equilibrio químico experimental.
- Seleccionar y preparar el indicador adecuado para la reacción química, con base al estudio teórico realizado.
- Determinar el punto de equivalencia de equilibrio y final de reacción experimental en una titulación.
- Determinar el punto de equivalencia a partir de una titulación potenciométrica por métodos gráficos.
- Calcular porcentajes de pureza en materia prima y contenido de fármaco en formas farmacéuticas en reacciones directas, indirectas y por retroceso.
- Tomar decisiones con base en sus resultados de acuerdo con criterios de calidad establecidos.
- Tomar decisiones con base en sus resultados respecto a su analito analizado, de acuerdo con criterios de “aceptación” o “rechazo”.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	9/81

3 Reglamentos de laboratorio

3.1 Generales

1. Cada profesor deberá contar con la llave del cubículo donde se encuentran las llaves del área de instrumentos y material, así como las llaves de los candados de anaqueles y gavetas de fármacos, medicamentos y reactivos necesarios para el trabajo experimental.
2. Asistir puntualmente a la sesión de laboratorio.
3. Deberá cumplir y hacer cumplir las buenas prácticas de laboratorio.
4. Abrirá los candados de las áreas de instrumentos, gavetas y anaqueles de reactivos.
5. Vigilará el uso adecuado de las áreas de trabajo y de los instrumentos, materiales y reactivos del laboratorio.
6. Revisará la cantidad y existencia de reactivos y equipos necesarios para la realización de los proyectos.
7. En caso de que no contar con algún reactivo, deberá solicitarlo al CERFyS o dosificarlo del almacén de reactivos del laboratorio.
8. Informar por escrito lo sucedido y anotar en la bitácora correspondiente la cantidad solicitada o solicitada.
9. Verificar que los instrumentos, frascos de reactivos y material usados sean devueltos a su lugar de almacenamiento.
10. Vigilar el adecuado manejo de desechos de acuerdo con lineamientos de calidad establecidos.

3.2 Particular

Los laboratorios son espacios diseñados para la realización segura y controlada de un tipo específico de pruebas, en donde la estructura y en general, los implementos, materiales, equipos y reactivos que se encuentran dentro de él, varían ampliamente dependiendo de la especificidad de cada laboratorio.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	10/81

El desempeño eficiente y seguro dentro de un laboratorio, implica adoptar una serie de normas de conducta que deben seguirse rigurosamente a manera de protocolo. Es obligatorio que cada profesor y alumno comprenda su responsabilidad al efectuar el trabajo en los laboratorios, maximizando la seguridad personal, la de sus compañeros y la de los equipos. No es suficiente leer este manual, ya que cada uno es responsable de desarrollar las actividades, respetando las normas y procedimientos establecidos, de forma tal que no ponga en peligro su persona ni a las demás.

El Laboratorio de AFMP I ha establecido un conjunto de medidas básicas para la Seguridad en el laboratorio, tanto para profesores como para alumnos.

1. Los alumnos deben presentarse a la sesión de laboratorio puntualmente.
2. Portar bata blanca de algodón durante las sesiones de laboratorio.
3. Los alumnos sólo podrán permanecer en el laboratorio con un profesor responsable.
4. Utilizar zapatos cerrados y sin tacón alto.
5. No ingerir alimentos, ni bebidas dentro del laboratorio.
6. No fumar dentro del laboratorio.
7. No podrá entrar al laboratorio en estado inconveniente.
8. Deberá colocar las mochilas y los objetos personales en el área asignada para ello.
9. Evitar obstruir los pasillos, ni la puerta de salida del laboratorio.
10. Evitará sustraer material, reactivos, soluciones y/o equipo del laboratorio.
11. No correr, empujar o jugar en el laboratorio.
12. Deberá seguir las indicaciones del profesor con referencia a la toxicidad en inflamabilidad de los materiales y reactivos usados en las prácticas.
13. Todo accidente ocurrido durante la práctica debe de ser reportado inmediatamente al profesor del laboratorio.
14. El equipo de trabajo de alumnos se hará responsable del material que se les



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	11/81

proporcione durante la práctica, entregándolo al final limpio y completo.

15. Todos los residuos químicos generados en el laboratorio deben de colocarse en las áreas asignadas para su confinamiento y los recipientes deben tener pegada una etiqueta de residuos químicos con la siguiente información:

- Nombre del generador:
- Concentración y/o cantidad:
- Nombre de la reacción o análisis:
- Unidad/Carrera/semestre/grupo:
- Edificio/No. Laboratorio:
- Fecha:
- Marcar con X lo que corresponda

C: ___ R: ___ E: ___ T: ___ I: ___

16. No está permitido dejar encomendado un experimento que no se ha concluido.
17. No se permite estar entrando y saliendo durante el desarrollo de las prácticas.
18. Los alumnos deben dejar las áreas de trabajo y sus mesas limpias al final de cada experimento.
19. Los alumnos deben verificar que cualquier servicio del laboratorio esté cerrado al final de cada experimento (apagar el extractor y la luz de la campana, apagar las balanzas analíticas, cerrar las llaves de los grifos de agua, etc.).

Cualquier asunto no incluido específicamente en este reglamento, será resuelto de acuerdo con los reglamentos universitarios, el respeto a la universidad, el sentido común, la sana convivencia y sobre todo, la seguridad física de los usuarios y las instalaciones.

4 Manejo de Residuos

De acuerdo con el procedimiento SGC-FESZ-PO06 Manejo de Residuos, los alumnos tienen las siguientes responsabilidades

- Cumplir el Procedimiento de manejo de residuos generados en los laboratorios de



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	12/81

docencia SGC-FESZ-PO06.

- Investigar previo a la actividad en el laboratorio, las propiedades físicas y químicas de los reactivos que utilizarán.
- Llevar el día de la actividad de laboratorio, los contenedores primarios (recipientes) adecuados y suficientes para envasar los residuos que se generen.
- Clasificar los residuos generados en la actividad del laboratorio de acuerdo con su naturaleza y grado de peligrosidad (CRETIB).
- Envasar y etiquetar los residuos que genere en cada actividad de laboratorio con base a la investigación realizada, a la asesoría del docente y a lo establecido en este Procedimiento.
- Colocar los residuos en las áreas establecidas.

De acuerdo con el procedimiento SGC-FESZ-PO06 Manejo de Residuos, los docentes tienen las siguientes responsabilidades

- Cumplir el Procedimiento de manejo de residuos generados en los laboratorios de docencia SGC-FESZ-PO06.
- Dar a conocer a los alumnos, al inicio del ciclo escolar, el Procedimiento de manejo de residuos generados en los laboratorios de docencia SGC-FESZ-PO06.
- Clasificar los residuos generados en la actividad o práctica del laboratorio de acuerdo con su naturaleza y grado de peligrosidad (CRETIB).
- Asesorar al alumno en la correcta clasificación, envasado y etiquetado de los residuos generados.
- Verificar al final de la actividad de laboratorio que los alumnos dejan sus áreas de trabajo limpias y que clasificaron, envasaron, identificaron y dispusieron correctamente los residuos generados.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	13/81

4.1 Clasificación de los residuos

4.1.1 Químicos

El generador de un residuo deberá clasificarlo de acuerdo con su naturaleza y grado de peligrosidad (CRETI) según la Norma Oficial vigente correspondiente. En caso de que sea posible tratar el residuo in situ, el Docente asesorará al Alumno en el tratamiento de cada uno de los residuos químicos que se generan por el desarrollo de sus actividades experimentales y supervisará que se realice correctamente.

El Docente verificará al final de la actividad experimental que el alumno haya clasificado, envasado, identificado y colocado en el área correspondiente los desechos biológico infeccioso. Aquellos residuos que hayan sido tratados in situ y su desecho sea mediante bolsa negra se desecharan como residuos sólidos urbanos

4.1.1.1 Sólidos

Se deberá colocar el residuo (reactivo único o mezcla de reactivos sólidos) en una bolsa de plástico limpia, de tamaño proporcional al contenido, la cerrará y etiquetará como lo indica el Figura 1. La colocará en el área identificada para residuos químicos. NOTA 9: Todos los recipientes que contengan residuos químicos deberán contar con etiqueta de identificación, conforme lo indica el Figura 2.

4.1.1.2 Líquidos

Se deberá colocar el residuo (reactivo puro o mezcla de reactivos) en un envase de material no reactivo con el contenido (no usar envase de material PET), limpio, que no haya contenido alimentos, de tapa ajustada (no usar Parafilm o plástico como sello), para asegurar que no haya fugas. El Docente verificará al final de la actividad experimental que el Alumno haya clasificado, envasado, identificado y colocado en el área correspondiente los desechos químicos.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	14/81



Figura 2. Anexo 1 del procedimiento SGC-FESZ-PO06.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	15/81

5 Criterios de Evaluación

El laboratorio cuenta con un calendario de actividades, elaborado por el coordinador del módulo (Anexo 1), mismo que se ajusta al formato SGC-FESZ-QFB-FPO05-01 “Programa de Actividades Semestrales”.

La primera clase se emplea para la presentación del curso y la organización con el grupo. Los alumnos forman voluntariamente equipos de tres personas, los cuales se dividen equitativamente entre el número de profesores asignados al grupo. Cada profesor cuenta con un número máximo de cinco equipos que quedan a su cargo durante todo el curso para ser asesorados, evaluados y calificados de acuerdo con lo establecido en el programa de estudios y en los criterios generales del módulo.

En la segunda y tercera clase, se realizan seminarios enfocados a la homología de conocimientos en temas de interés para el laboratorio de Análisis de Fármacos y Materias Primas I. Estos seminarios pueden llevarse a cabo:

- Mediante la participación dirigida con base en una guía de temas proporcionada previamente a los alumnos o bien,
- Presentación oral en la que se le asigna un tema a cada equipo para que lo prepare y exponga ante el grupo.

A partir de la cuarta clase, los alumnos inician con la parte experimental. El trabajo en el laboratorio consiste en la asignación de un proyecto a cada equipo de alumnos; éste proyecto puede ser el mismo o diferente de acuerdo a los criterios del profesor, quien puede elegirlo del listado (Anexo 2) o incluir algún otro que permita el cumplimiento de los objetivos planteados

Para cumplir con el trabajo de laboratorio, el alumno deberá tener una asistencia mínima del 90%, así mismo, deberá cumplir con tres criterios básicos a evaluar.

- 1) Discusión del proyecto asignado.
- 2) Trabajo experimental en el laboratorio.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	16/81

3) Entrega de un informe escrito de resultados.

5.1 Discusión del proyecto asignado

Plantear un protocolo con base en los siguientes aspectos y presentarlo al profesor:

- Realizar el estudio teórico para la titulación.
 - Trazo de las curvas $pH=f(x)$, $pM=f(x)$, $E=f(x)$, de acuerdo con el equilibrio químico en cuestión
 - Selección del indicador adecuado
 - Determinar la cuantitatividad de la reacción.
- Seleccionar adecuadamente el indicador.
- Señalar el procedimiento experimental (Preparación de la disolución titulante, estandarización, valoración y preparación del indicador).
- Determinar las reacciones que ocurren.
- Realizar los cálculos necesarios para justificar las cantidades de los reactivos utilizados en el procedimiento.
- Justificar el material a utilizar.
- Explicar el uso y manejo de equipos e instrumentos.
- Considerar las precauciones que se deben tomar en cuenta en el manejo de instrumentos y reactivos, así como sus propiedades físicas, químicas y tóxicas.

5.2 Trabajo experimental en el laboratorio

El trabajo en el laboratorio basa su evaluación en las Buenas Prácticas de Laboratorio (BPL) y considerando los siguientes puntos:

- Asistencia puntual a la sesión de laboratorio.
- Usar bata de algodón de manga larga, abotonada (cerrada) durante toda la sesión.
- Portar visiblemente gafete de identificación que incluya: Nombre, número telefónico al cual comunicarse en caso de emergencia y a quien dirigirse, grupo sanguíneo, alergias (si las tiene), institución de salud a la que está afiliado, enfermedades crónicas (si las padece).



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	17/81

4. Contar con todo el material básico por equipo.
5. Registrar las actividades en la bitácora correspondiente, (cálculos, verificaciones de peso en la balanza, datos de pesadas, resultados de gastos de volumen, tablas, etc.).
6. Empleo del equipo de protección personal: máscara protectora o anteojos protectores (de acuerdo a los requerimientos del proyecto) y guantes.
7. Etiquetar o rotular los materiales y recipientes empleados.
8. Estar siempre **activo** y **pendiente** del trabajo experimental que esté realizando el equipo, con el objetivo de disminuir los errores de trabajo.
9. Cuidar la integridad física del material y reactivos empleados.
10. Seleccionar y manejar adecuadamente los reactivos e instrumentos.
11. Trabajar en equipo, con orden y limpieza.
12. Permanecer en el laboratorio durante la realización del trabajo experimental.

5.3 Entrega de un reporte o informe de resultados

Para poder entregar el informe y éste ser recibido, debe haber realizado y cumplido los 2 puntos anteriores. El informe debe incluir al menos lo siguiente:

1. Objetivo.
2. Hipótesis.
3. Reacciones de estandarización y valoración.
4. Procedimiento experimental.
5. Resultados de:
 - Estandarización:
 1. Peso equivalente del patrón primario
 2. Masas pesadas exactamente de patrón primario
 3. Volumen gastado de titulante
 4. Concentración del titulante



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	18/81

5. Cálculos que dan lugar a esos resultados y desviación estándar y porcentaje de coeficiente de variación.

- Valoración:

1. Peso equivalente del analito
2. Masas pesadas exactamente del analito
3. Volumen gastado de titulante
4. Contenido, porcentaje de contenido o porcentaje pureza del analito
5. Cálculos que dan lugar a esos resultados reportando desviación estándar y porcentaje de coeficiente de variación

6. Análisis de resultados.

7. Conclusiones.

8. Referencias consultadas.

En caso de una titulación potenciométrica, incluir las curvas: $\text{pH} = f(\text{mL})$, 1^{a} Derivada = $f(\text{mL})$ y 2^{a} Derivada = $f(\text{mL})$ y localizar el punto de equivalencia por el método de las tangentes y aplicando la primera y segunda derivada, de los gráficos potenciométricos, así como determinar el volumen gastado mediante métodos gráficos.

Cada profesor puede establecer su propio formato, en el que contemple los tres criterios básicos a evaluar en cada proyecto.

En la última clase, el profesor debe informar a cada alumno la calificación final obtenida del curso de laboratorio completo.

6 Seminarios

6.1 Objetivos

1. Repasar los temas de importancia para el laboratorio de AFMP I, tales como las buenas prácticas de laboratorio, cálculos y conceptos básicos planteados en los semestres del ciclo básico.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	19/81

2. Orientar a los alumnos en la selección de las referencias analíticas para la investigación de sus proyectos del módulo de AFMP I.
3. Introducir al alumno al uso, manejo, aplicación e importancia de la Farmacopea Nacional, así como de Farmacopeas de otros países.

6.2 Generalidades

El tiempo que los profesores y alumnos dedican, las dos primeras clases, a la actividad de “*repasar lo visto en cursos de laboratorios anteriores*”, tiene como finalidad, revisar, examinar y prestarle particular atención a los temas prácticos y teóricos que servirán de fundamento lógico y principio básico para el desempeño óptimo del estudiante de este módulo.

Esta actividad está programada, para favorecer el aprendizaje en espiral, que es la base imprescindible de cualquier tipo de enseñanza eficaz. La variedad, novedad y dinamismo juegan un papel muy importante, a favor del aprendizaje significativo.

El repaso de los temas se ha organizado en dos géneros: la modalidad de cuestionario o la modalidad de exposición oral.

6.3 Cuestionario (Anexo 3)

El cuestionario es proporcionado por los profesores el primer día de clases y debe ser resuelto por los alumnos como una actividad de tarea. Durante las dos sesiones, los alumnos leen las preguntas y dan oralmente las respuestas, con el fin de que los profesores puedan enfocar, detallar y puntualizar los conceptos de interés asociados al módulo de AFMP I. El cuestionario guiará a los alumnos a recordar los conocimientos ya adquiridos y a investigar y conocer los temas nuevos a desarrollar en el presente curso de laboratorio.

6.4 Presentación Oral

La presentación oral considera el asignar a cada equipo de alumnos, el primer día de clases temas específicos que igualmente aborda el cuestionario. Cada equipo expone un tema ante el grupo. Los profesores resaltarán los conceptos importantes. El repaso



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	20/81

de los temas ayudará de igual forma, a los alumnos, a recordar y/o conocer los puntos de interés del módulo. En el caso de la presentación oral, los alumnos se pueden ayudar de material visual o de otro material de presentación. Ambas modalidades deben incluir los contenidos temáticos siguientes:

- A. Usos y cuidados de la balanza analítica y balanza granataria.
- B. Usos, cuidados y calibración de un pHmetro/Potenciómetro.
- C. Clasificación, uso y cuidados de los electrodos de mayor uso en el laboratorio de analítica.
- D. Aplicación de precisión y exactitud en el trabajo analítico.
- E. Instrumental de vidrio volumétrico. Clasificación, limpieza y cuidados.
- F. Cálculos en análisis volumétrico: Normalidad, número de equivalentes, valoraciones directas, indirectas, por retroceso, por ciento de pureza, contenido, etc.
- G. Clasificación de los reactivos químicos de acuerdo a su grado de pureza.
- H. Definición y características de sustancias patrón: primario, secundario y terciario.
- I. Almacenaje y manejo adecuado de reactivos líquidos y sólidos.
- J. Importancia de contar con una Farmacopea Nacional.
- K. Uso y manejo de la Farmacopea Nacional.
- L. Uso y manejo de Farmacopeas extranjeras (Americana, Británica, Comunidad Europea, etc.).
- M. Revisión de Bibliografía de Química Analítica de interés (Revistas, libros, etc.).
- N. Medidas de Seguridad en el laboratorio de docencia (Analítica).

6.5 Material

- A. Cuestionario
- B. Cañón



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	21/81

7 Proyectos

7.1 Titulaciones Ácido Base en Medio Acuoso

Objetivos

1. Valorar con un ácido o una base fuerte, un analito monoprótico con propiedades ácido base en un medio acuoso.
2. Valorar con un ácido o una base fuerte, un analito poliprótico con propiedades ácido base en un medio acuoso.
3. Determinar el punto de equivalencia en una titulación directa ácido base en un medio acuoso.
4. Determinar el punto de equivalencia en una titulación por retroceso ácido base en un medio acuoso.
5. Determinar el punto de equivalencia en una titulación potenciométrica y determinar el o los valores pK_a aparente del analito, ácido base en un medio acuoso.

Generalidades

Muchas sustancias de uso farmacéutico tienen grupos funcionales con propiedades ácido base. Es posible aprovechar estas propiedades para hacer determinaciones rápidas y cuantitativas de estas sustancias por medio de una titulación ácido base. La titulación es un método para determinar la cantidad de una sustancia presente en solución. Una solución de concentración conocida, llamada solución valorada, se agrega con una bureta a la solución que se analiza. El punto de equivalencia se puede determinar instrumentalmente o por medio de un indicador ácido base. Los indicadores son compuestos orgánicos de estructura compleja que cambian de color en solución a medida que cambia el pH.

En términos generales la reacción entre cantidades equivalentes de ácidos y bases se llama neutralización o reacción de neutralización. La característica de una reacción de neutralización es siempre la combinación un ácido (donador de protones), con una base (aceptor de protones) para dar moléculas de agua sin disociar, con liberación de energía

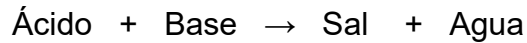


SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	22/81

calorífica como calor de neutralización y formación de una sal.



Así pues, la titulación es un proceso en el cual la solución valorante se combina con un analito en disolución de concentración desconocida para determinar dicha concentración.

La curva de titulación es la gráfica que indica como el pH de la solución cambia durante el transcurso de esta (el pH se grafica contra el volumen de ácido o base agregado).



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	23/81

7.1.1 Proyecto No. 1. Titulación de un Ácido por una Base Fuerte

Material¹

- 3 vidrios de reloj
- 3 matraces Erlenmeyer de 250 mL
- 1 vaso de precipitados de 1 000 mL
- 2 vasos de precipitados de 250 mL
- 1 vaso de precipitados de 100 mL
- 2 vasos de precipitados de 50 mL
- 1 bureta de 50 mL
- 1 soporte
- 1 pinza de tres dedos
- 1 barra magnética de 1 pulgada
- 1 piseta

Reactivos

- Hidróxido de sodio
- Biftalato de Potasio
- Fenolftaleína
- Azul de timol
- Sacarina Ácida
- Niacina

Equipo e Instrumentos

- Potenciómetro
- Electrodo
 - Vidrio, Calomel o combinado

¹ Ver limpieza y secado del material de vidrio. Anexo V.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	24/81

- Balanza analítica
- Balanza granataria
- Parrilla de agitación

Procedimiento

1) Preparación y estandarización de 500 mL de NaOH 0.1 N

Pese alrededor de 2.5 g de hidróxido de sodio, transfiera a un vaso de precipitados de 250 mL, añada 100 mL de agua destilada recientemente hervida y fría, agite enérgicamente hasta que el sólido se disuelva del todo. Añada otros 100 mL de agua destilada hervida y fría y pase la disolución a un frasco limpio de 500 mL, enjuague el vaso con agua destilada y transfiera el agua de lavado al frasco. Finalmente llene esté con agua destilada hervida y fría.

Por triplicado, pese con exactitud aproximadamente 0.4 g del patrón primario biftalato de potasio previamente secado durante 1 hora a 110 °C. Transfiera las muestras a matraces Erlenmeyer y diluya con 75 mL de agua destilada hervida. Adicione dos gotas de fenolftaleína o de azul de timol. Estandarice cada muestra de patrón primario con la disolución de hidróxido de sodio 0.1 N.

2) Determinación de un ácido fuerte con una base fuerte, empleando un indicador ácido base para detectar el punto de equivalencia.

Pese con exactitud aproximadamente 370 mg de sacarina ácida, disuelva en 75 mL de agua caliente, enfríe. Adicione 2 gotas de fenolftaleína y valore con la disolución de hidróxido de sodio 0.1 N.

3) Determinación potenciométrica de un ácido débil con una base fuerte.

Pese con exactitud aproximadamente 250 mg de niacina secada previamente a 105°C durante 4 horas. Deposite la muestra en un vaso de precipitados de 250 mL, coloque la barra magnética y los electrodos (de vidrio y calomel) del potenciómetro, previamente calibrado. Coloque el vaso de precipitados sobre la parrilla de agitación. Antes de iniciar la agitación es importante verificar que la barra magnética no golpee los electrodos.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	25/81

Adicione la disolución de hidróxido de sodio 0.1 N de 1 mL en 1 mL al inicio y al final de la titulación, y en la vecindad del punto de equivalencia disminuya el incremento de volumen de 0.1 mL en 0.1 mL. Después de cada adición de volumen mida el pH de la disolución.

Resultados

Incluir en el informe:

- a) Determinar el pK_a aparente de la niacina.

Referencias Bibliográficas

1. Charlot G. Química analítica general, soluciones acuosas y no acuosas. Barcelona, España: Toray-Masson, S. A.; 1971.
2. Christian GD, et al. Analytical Chemistry. 7th ed. USA. Wiley International Edition. 2013.
3. Connors, K. A. A textbook of pharmaceutical Analysis. 2ed. New York: John Wiley & Sons, Inc.; 1975.
4. Farmacopea de Los Estados Unidos Mexicanos. Undécima Edición. México: 2014.
5. Harris DC. Análisis Químico Cuantitativo. 3a. ed. España. Editorial Reverté, S.A. 2006.
6. Harris DC. Quantitative Chemical Analysis. 8th ed. New York, USA. W.H. Freeman and Co Ltd.; 2010.
7. Knevel AM, Digangi FF. Jenkin's quantitative pharmaceutical chemistry 7ed. New York: McGrawHill; 1967.
8. Pérez V., Velásquez V. Fundamentos del Análisis Farmacéutico Equilibrio Químico. México. Facultad de Estudios Superiores Zaragoza, Universidad Nacional Autónoma de México. 2003.
9. Skoog Douglas A. Fundamentos de Química Analítica. Novena edición. USA. CENGAGE Learning; 2014.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	26/81

10. United States Pharmacopeia National Formulary. USP 36th ed. NF 31th ed.
Washington: United States Pharmacopeial Convection, Inc.; 2013.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	27/81

7.1.2 Proyecto No. 2. Titulación de un Ácido por una Base Fuerte

Material

- 1 pipeta graduada de 5 mL
- 1 probeta de 10 mL
- 3 Vidrios de reloj
- 3 matraces erlenmeyer de 250 mL
- 1 vaso de precipitados de 1 000 mL
- 2 vasos de precipitados de 250 mL
- 1 vaso de precipitados de 100 mL
- 2 vasos de precipitados de 50 mL
- 1 bureta de 50 mL
- 1 soporte
- 1 pinza de tres dedos
- 1 barra magnética de 1 pulgada
- 1 piseta

Reactivos

- Trometamina
- Verde de bromocresol
- Bicarbonato de sodio (tabletas)
- Anaranjado de metilo

Equipo e Instrumentos

- Electrodo
 - Vidrio, Calomel o combinado
- Balanza analítica
- Balanza granataria
- Parrilla de agitación



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	28/81

Procedimiento

1) Preparación y estandarización de 500 mL de H₂SO₄ 0.1 N

Deposite 1.5 mL de ácido sulfúrico concentrado en un vaso de precipitados de 1 L, conteniendo 500 mL de agua destilada enfriando a 25 °C.

Pese con exactitud y por triplicado aproximadamente 0.250 g de patrón primario trometamina previamente secado a 105 °C por tres horas. Disolver en 50 mL de agua y adicionar dos gotas de verde de bromocresol. Titular con la disolución de ácido sulfúrico 0.1N hasta la aparición de un color amarillo. Realice la estandarización por triplicado.

2) Determinación de una base con un ácido fuerte, empleando un indicador ácido base para detectar el punto de equivalencia.

Pese y pulverice finamente 20 tabletas de bicarbonato de sodio. Pese exactamente una porción del polvo equivalente a 0.200 g de bicarbonato de sodio. Disuelva en 40 mL de agua, adicione dos gotas de anaranjado de metilo y titule con la disolución de ácido sulfúrico 0.1 N.

Resultados

Incluir en el informe:

- Calcular el contenido de bicarbonato de sodio en g/tableta.

Referencias Bibliográficas

- Charlot G. Química analítica general, soluciones acuosas y no acuosas. Barcelona, España: Toray-Masson, S. A.; 1971.
- Christian GD, et al. Analytical Chemistry. 7th ed. USA. Wiley International Edition. 2013.
- Connors, K. A. A textbook of pharmaceutical Analysis. 2ed. New York: John Wiley & Sons, Inc.; 1975.
- Farmacopea de Los Estados Unidos Mexicanos. Undécima Edición. México: 2014.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	29/81

5. Harris DC. Análisis Químico Cuantitativo. 3a. ed. España. Editorial Reverté, S.A. 2006.
6. Harris DC. Quantitative Chemical Analysis. 8th ed. New York, USA. W.H. Freeman and Co Ltd.; 2010.
7. Knevel AM, Digangi FF. Jenkin's quantitative pharmaceutical chemistry 7ed. New York: McGrawHill; 1967.
8. Pérez V., Velásquez V. Fundamentos del Análisis Farmacéutico Equilibrio Químico. México. Facultad de Estudios Superiores Zaragoza, Universidad Nacional Autónoma de México. 2003.
9. Skoog Douglas A. Fundamentos de Química Analítica. Novena edición. USA. CENGAGE Learning; 2014.
10. United States Pharmacopeia National Formulary. USP 36th ed. NF 31th ed. Washington: United States Pharmacopeial Convection, Inc.; 2013.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	30/81

7.1.3 Proyecto No. 3. Titulación Ácido Base por Retroceso

Material

- 1 pipeta graduada de 5 mL
- 1 probeta de 10 mL
- 1 pipeta volumétrica de 25 mL
- 3 Vidrios de reloj
- 3 matraces erlenmeyer de 250 mL
- 1 vaso de precipitados de 1 000 mL
- 2 vasos de precipitados de 250 mL
- 2 vasos de precipitados de 50 mL
- 1 bureta de 50 mL
- 1 soporte
- 1 pinza de tres dedos
- 1 barra magnética de 1 pulgada
- 1 piseta

Reactivos

- Ácido sulfúrico
- Trometamina
- Biftalato de potasio
- Hidróxido de sodio
- Verde de bromocresol
- Rojo de metilo
- Fenolftaleína
- Azul de metil timol
- Leche de magnesia

Equipo e Instrumentos



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	31/81

- Balanza analítica
- Balanza granataria
- Parrilla de agitación

Procedimiento

1) Preparación y estandarización de 500 mL de H₂SO₄ 0.1 N²

Deposite 1.5 mL de ácido sulfúrico concentrado en una probeta de 10 mL, vierta lentamente y con agitación el contenido en un vaso de precipitados de 1 L, conteniendo 500 mL de agua destilada enfriando a 25 °C.

Pese con exactitud y por triplicado aproximadamente 0.250 g del patrón primario trometamina previamente secado a 105 °C por tres horas, se disuelven en 50 mL de agua y se adicionan dos gotas de verde de bromocresol y se titula con la disolución de ácido sulfúrico hasta que la aparición de un color amarillo. Realice la estandarización por triplicado.

2) Preparación y estandarización de 500 mL de Na OH 0.1 N³

Pese alrededor de 2.5 g de hidróxido de sodio, transfiera a un vaso de precipitados de 250 mL añada 100 mL de agua destilada recientemente hervida y fría. Agite enérgicamente hasta que el sólido se disuelva del todo. Añada otros 100 mL de agua destilada hervida y fría y pase la disolución a un frasco limpio de 500 mL enjuague el vaso con agua destilada y transfiera el agua de lavado al frasco. Finalmente llene este con agua destilada hervida y fría.

Pese con exactitud y por triplicado muestras de aproximadamente 0.4 g del patrón primario biftalato de potasio previamente secado durante 1 hora a 110 °C. Transfiera las muestras a matraces Erlenmeyer y diluya con 75 mL de agua destilada hervida, adicione dos gotas de fenolftaleína o de azul de timol, valore cada muestra de patrón primario con

² Se puede utilizar el ácido sulfúrico estandarizado de la Práctica No. 2.

³ Se puede utilizar el Na OH estandarizado en la Práctica No. 2.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	32/81

la disolución de hidróxido de sodio 0.1 N.

3) Determinación de una base fuerte por ácido fuerte.

Pese con exactitud en un matraz con tapa una muestra de 0.5 g de leche de magnesia, previamente agitada en el contenedor original. Con una pipeta volumétrica adicione 25 mL de la disolución de ácido sulfúrico 0.1 N, adicione 2 gotas de rojo de metilo y titule el exceso de ácido sulfúrico con una disolución de hidróxido de sodio 0.1 N, previamente estandarizada.

Resultados

Incluir en el informe:

- Calcular el contenido en g/100 mL de $Mg(OH)_2$ en la muestra de leche de magnesia.

Referencias Bibliográficas

- Charlot G. Química analítica general, soluciones acuosas y no acuosas. Barcelona, España: Toray-Masson, S. A.; 1971.
- Christian GD, et al. Analytical Chemistry. 7th ed. USA. Wiley International Edition. 2013.
- Connors, K. A. A textbook of pharmaceutical Analysis. 2ed. New York: John Wiley & Sons, Inc.; 1975.
- Farmacopea de Los Estados Unidos Mexicanos. Undécima Edición. México: 2014.
- Harris DC. Análisis Químico Cuantitativo. 3a. ed. España. Editorial Reverté, S.A. 2006.
- Harris DC. Quantitative Chemical Analysis. 8th ed. New York, USA. W.H. Freeman and Co Ltd.; 2010.
- Knevel AM, Digangi FF. Jenkin's quantitative pharmaceutical chemistry 7ed. New York: McGrawHill; 1967.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	33/81

8. Pérez V., Velásquez V. Fundamentos del Análisis Farmacéutico Equilibrio Químico. México. Facultad de Estudios Superiores Zaragoza, Universidad Nacional Autónoma de México. 2003.
9. Skoog Douglas A. Fundamentos de Química Analítica. Novena edición. USA. CENGAGE Learning; 2014.
10. United States Pharmacopeia National Formulary. USP 36th ed. NF 31th ed. Washington: United States Pharmacopeial Convection, Inc.; 2013.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	34/81

7.1.4 Proyecto No. 4. Titulación de un Ácido o Base Poliprótico

Material

- 1 pipeta graduada de 5 mL
- 3 vidrios de reloj
- 3 matraces erlenmeyer de 250 mL
- 1 vaso de precipitados de 250 mL
- 2 vasos de precipitados de 50 mL
- 1 bureta de 50 mL
- 1 pipeta volumétrica de 20 mL
- 1 probeta de 10 mL
- 1 soporte
- 1 pinza de tres dedos
- 1 barra magnética de 1 pulgada

Reactivos

- Ácido clorhídrico
- Carbonato de sodio anhidro
- Rojo de metilo
- Etilendiamina

Equipo e Instrumentos

- Potenciómetro
- Electrodo
 - Vidrio, Calomel o combinado
- Balanza analítica
- Parrilla de agitación

Procedimiento

- 1) Preparación y estandarización de 250 mL de HCl 0.1 N



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	35/81

Deposite 2.3 mL de ácido clorhídrico concentrado en una probeta de 10 mL, vierta el contenido en una botella de polietileno de 250 mL conteniendo unos 50 mL de agua destilada y complete con más agua destilada hasta 250 mL.

Pese con exactitud aproximadamente 0.2 g del patrón primario carbonato de sodio anhidro, secado previamente a 270 °C, durante 1 hora. Disuelva en 100 mL destilada y agregue dos gotas de rojo de metilo. Adicione lentamente el ácido con una bureta de 50 mL agitando continuamente hasta que la disolución quede ligeramente rosa. Caliente la disolución a ebullición, si el color regresa, continúe valorando y repitiendo el calentamiento hasta que permanezca el color rosa. Realice la estandarización por triplicado.

2) Valoración potenciométrica de una dibase débil con un ácido fuerte.

En un vaso de precipitados de 250 mL que contenga una barra magnética, transfiera exactamente 20 mL de una disolución de etilendiamina aproximadamente 0.05 M y colóquelo sobre un agitador magnético. Introduzca los electrodos (de vidrio y calomel) del potenciómetro (antes de iniciar la agitación es importante verificar que la barra magnética no golpee los electrodos) y valore con la disolución de ácido clorhídrico 0.1N. Adicione el reactivo titulante de mL en mL al inicio y al final de la titulación, en la vecindad del punto de equivalencia disminuya el incremento de volumen de 0.1 mL en 0.1 mL. Después de cada adición de volumen mida el pH de la disolución.

Resultados

Incluir en el informe:

- Determinar los pK_a aparentes de la etilendiamina.

Referencias Bibliográficas

- Charlot G. Química analítica general, soluciones acuosas y no acuosas. Barcelona, España: Toray-Masson, S. A.; 1971.
- Christian GD, et al. Analytical Chemistry. 7th ed. USA. Wiley International Edition. 2013.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	36/81

3. Connors, K. A. A textbook of pharmaceutical Analysis. 2ed. New York: John Wiley & Sons, Inc.; 1975.
4. Farmacopea de Los Estados Unidos Mexicanos. Undécima Edición. México: 2014.
5. Harris DC. Análisis Químico Cuantitativo. 3a. ed. España. Editorial Reverté, S.A. 2006.
6. Harris DC. Quantitative Chemical Analysis. 8th ed. New York, USA. W.H. Freeman and Co Ltd.; 2010.
7. Knevel AM, Digangi FF. Jenkin's quantitative pharmaceutical chemistry 7ed. New York: McGrawHill; 1967.
8. Pérez V., Velásquez V. Fundamentos del Análisis Farmacéutico Equilibrio Químico. México. Facultad de Estudios Superiores Zaragoza, Universidad Nacional Autónoma de México. 2003.
9. Skoog Douglas A. Fundamentos de Química Analítica. Novena edición. USA. CENGAGE Learning; 2014.
10. United States Pharmacopeia National Formulary. USP 36th ed. NF 31th ed. Washington: United States Pharmacopeial Convection, Inc.; 2013.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	37/81

7.2 Titulaciones Ácido Base en Medios No Acuoso

Objetivos

1. Valorar con un ácido o una base fuerte, un analito con propiedades ácido base en un medio no acuoso.
2. Determinar el punto de equivalencia en una titulación directa ácido base en un medio no acuoso.
3. Determinar el punto de equivalencia en una titulación potenciométrica ácido base en un medio no acuoso.

Generalidades

Cuando las sustancias tienen en su estructura grupos funcionales con propiedades ácido base y estas son débiles o son poco solubles en agua, existe la posibilidad de hacer la titulación en un disolvente no acuoso. Si se cambia el agua por otro disolvente de diferente polaridad se puede resolver el problema de la solubilidad, mientras que las propiedades ácido base pueden reforzarse utilizando disolventes más ácidos o más básicos que el agua, teniendo así reacciones más cuantitativas que pueden ser empleadas en la titulación. Si el grupo funcional es básico se utiliza una disolución valorada de un ácido fuerte como titulante, mientras que si es un grupo funcional ácido se titula con una disolución valorada de base fuerte, siendo el ácido clorhídrico, el metóxido de sodio y el ácido perclórico los titulantes más empleados.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	38/81

7.2.1 Proyecto No. 5. Titulación de un Ácido Débil por una Base Fuerte en un Disolvente Prótico

Material

- 1 probeta de 10 mL
- 1 vaso de precipitados de 250 mL
- 2 vasos de precipitados de 100 mL
- 2 vasos de precipitados de 50 mL
- 3 vidrios de reloj
- 1 soporte
- 1 pinza de tres dedos
- 3 matraces erlenmeyer 250 mL
- 1 bureta de 50 mL
- 1 barra magnética de 1 pulgada

Reactivos

- Sodio metálico
- Benceno
- Metanol
- Ácido benzoico
- Dimetilformamida
- Azul de timol
- Niacina

Equipo e Instrumentos

- Balanza analítica
- Balanza granataria
- Parrilla de agitación

Procedimiento



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	39/81

1) Preparación y estandarización de 250 mL de una disolución de $\text{CH}_3\text{O Na}$ 0.1 N
Agregue en pequeñas porciones, unos 0.6 g de sodio recién cortado a una mezcla de 40 mL de metanol absoluto y 10 mL de benceno contenidos en un matraz, controlando la reacción con enfriamiento del recipiente en baño de hielo. Una vez que se ha disuelto completamente el sodio, adicione metanol hasta homogeneizar la disolución y completar a 250 mL. Pese con exactitud tres muestras de aproximadamente 0.200 g del patrón primario ácido benzoico. A 30 mL de dimetilformamida contenidos en un matraz, adicione dos gotas de azul de timol. Titule gota a gota con la disolución de metóxido de sodio hasta que el indicador pase a su forma azul. Disuelva una de las muestras de ácido benzoico en esta disolución y titule con la disolución de metóxido de sodio 0.1 N hasta el nuevo cambio de color. Realice el mismo procedimiento con las dos muestras restantes de ácido benzoico.

2) Determinación del por ciento de pureza de una muestra de niacina
Pese con exactitud entre 2 y 3 miliequivalentes de niacina, disuelva en 50 mL de dimetilformamida y agregue dos gotas de azul de metil timol. Titule con la disolución de metóxido de sodio 0.1 N. Realice previamente un ensayo en blanco.

Resultados

Los indicados en los puntos del Informe.

Referencias Bibliográficas

1. Budevsky, O. Foundations of Chemical Analysis. England: Ellis Horwood Limited, 1979.
2. Charlot G. Química analítica general, soluciones acuosas y no acuosas. Barcelona, España: Toray-Masson, S. A.; 1971.
3. Christian GD, et al. Analytical Chemistry. 7th ed. USA. Wiley International Edition. 2013.
4. Connors, K. A. A textbook of pharmaceutical Analysis. 2ed. New York: John Wiley & Sons, Inc.; 1975.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	40/81

5. Farmacopea de Los Estados Unidos Mexicanos. Undécima Edición. México: 2014.
6. Harris DC. Análisis Químico Cuantitativo. 3a. ed. España. Editorial Reverté, S.A. 2006.
7. Harris DC. Quantitative Chemical Analysis. 8th ed. New York, USA. W.H. Freeman and Co Ltd.; 2010.
8. Knevel AM, Digangi FF. Jenkin's quantitative pharmaceutical chemistry 7ed. New York: McGrawHill; 1967.
9. Pérez V., Velásquez V. Fundamentos del Análisis Farmacéutico Equilibrio Químico. México. Facultad de Estudios Superiores Zaragoza, Universidad Nacional Autónoma de México; 2003.
10. Skoog Douglas A. Fundamentos de Química Analítica. Novena edición. USA. CENGAGE Learning; 2014.
11. United States Pharmacopeia National Formulary. USP 36th ed. NF 31th ed. Washington: United States Pharmacopeial Convection, Inc.; 2013.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	41/81

7.2.2 Proyecto No. 6. Titulación de una Base Débil por un Ácido Fuerte en Ácido Acético Glacial

Material

- 3 vidrios de reloj
- 3 matraces erlenmeyer de 250 mL
- 1 probeta de 10 mL
- 1 pipeta graduada de 5 mL
- 2 vasos de precipitados de 250 mL
- 1 vaso de precipitados de 500 mL
- 2 vasos de precipitados de 50 mL
- 1 bureta de 50 mL
- 1 soporte
- 1 pinza de tres dedos
- 1 barra magnética de 1 pulgada

Reactivos

- Ácido perclórico
- Ácido acético glacial
- Anhídrido acético
- Lactato de sodio inyectable
- Cristal violeta
- Biftalato de potasio

Equipo e Instrumentos

- Potenciómetro
- Electrodo
 - Vidrio, Calomel o combinado
- Balanza analítica



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	42/81

- Balanza granataria
- Parrilla de agitación

Procedimiento

1) Preparación y estandarización de 250 mL de una disolución de HClO_4 0.1 N en ácido acético glacial

Mezcle 2.1 mL de ácido perclórico al 72% (o bien 2.8 mL al 60%) con 125 mL de ácido acético glacial. Adicione 5 mL de anhídrido acético (o bien 7.5 mL); agite, enfríe y diluya hasta 250 mL con ácido acético glacial.

Pese con exactitud tres muestras de aproximadamente 0.350 g de biftalato de potasio previamente secado a 120 °C durante 2 horas. Transfiera cada una de las muestras a matraces erlenmeyer de 250 mL y disuelva en unos 50 mL de ácido acético glacial, adicione dos gotas de disolución de cristal violeta y titule con la disolución de ácido perclórico 0.1N hasta el cambio de color de violeta a verde esmeralda.

2) Determinación potenciométrica de lactato de sodio en un inyectable.

Coloque en un vaso de precipitados de 150 mL una alícuota de inyectable equivalente a 300 mg de lactato de sodio, adicione 60 mL de una mezcla 1 a 5 de anhídrido acético en ácido acético glacial, mezcle y deje en reposo por 20 minutos. A continuación coloque el vaso sobre un agitador magnético y dentro del mismo una barra magnética y los electrodos de vidrio y calomel y titule con la disolución de ácido perclórico 0.1 N. La adición de reactivo se hará de 2 en 2 mL excepto cuando esté cerca del punto de equivalencia donde los incrementos de volumen serán de 0.2 en 0.2 mL. Después de cada adición de volumen mida el pH de la disolución.

Los electrodos de vidrio y calomel se deben sumergir en agua destilada siempre que no se usen. Un poco antes de colocar los electrodos en medio no acuoso, deberá secar las gotas de agua. Efectúe la titulación en medio no acuoso **durante no más de 15 minutos**. Si no terminó la titulación sumerja los electrodos en agua destilada 30 minutos y transcurrido este tiempo finalice la titulación. Después de cada titulación en medio no



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	43/81

acuoso lave los electrodos con agua destilada y déjelos sumergidos en agua destilada.

Resultados

Los indicados en el punto del informe.

Referencias Bibliográficas

1. Budevsky, O. Foundations of Chemical Analysis. England: Ellis Horwood Limited, 1979.
2. Charlot G. Química analítica general, soluciones acuosas y no acuosas. Barcelona, España: Toray-Masson, S. A.; 1971.
3. Christian GD, et al. Analytical Chemistry. 7th ed. USA. Wiley International Edition. 2013.
4. Connors, K. A. A textbook of pharmaceutical Analysis. 2ed. New York: John Wiley & Sons, Inc.; 1975.
5. Farmacopea de Los Estados Unidos Mexicanos. Undécima Edición. México: 2014.
6. Harris DC. Análisis Químico Cuantitativo. 3a. ed. España. Editorial Reverté, S.A. 2006.
7. Harris DC. Quantitative Chemical Analysis. 8th ed. New York, USA. W.H. Freeman and Co Ltd.; 2010.
8. Knevel AM, Digangi FF. Jenkin's quantitative pharmaceutical chemistry 7ed. New York: McGrawHill; 1967.
9. Pérez V., Velásquez V. Fundamentos del Análisis Farmacéutico Equilibrio Químico. México. Facultad de Estudios Superiores Zaragoza, Universidad Nacional Autónoma de México; 2003.
10. Skoog Douglas A. Fundamentos de Química Analítica. Novena edición. USA. CENGAGE Learning; 2014.
11. United States Pharmacopeia National Formulary. USP 36th ed. NF 31th ed. Washington: United States Pharmacopeial Convection, Inc.; 2013.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	44/81



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	45/81

7.3 Titulaciones Complejométricas

Objetivos

1. Determinar el porcentaje de contenido o porcentaje de pureza de un analito en forma farmacéutica o materia prima respectivamente mediante una titulación complejométrica.

Generalidades

El análisis farmacéutico de compuestos que contienen iones metálicos se puede realizar por métodos complejométricos, en los cuales el reactivo titulante más utilizado es la sal disódica del ácido etilendiamino tetracético (EDTA) que reacciona en proporción 1:1 con numerosos iones metálicos para formar complejos estables solubles en agua e incoloros, por lo que el punto de equivalencia de la reacción se determina con indicadores metalocrómicos. La realización de estas titulaciones debe llevarse a cabo en condiciones en las que es necesario tomar en cuenta los equilibrios simultáneos presentes en la disolución, de modo que sea posible establecer las condiciones en las que las reacciones secundarias presentes afecten lo menos posible y puedan ser cuantificadas y mantenidas bajo control.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	46/81

7.3.1 Proyecto No. 7. Titulación de un Cation Metálico por Complejos

Material

- 2 vidrios de reloj
- 1 matraz volumétrico de 100 mL
- 1 matraz volumétrico de 50 mL
- 1 pipeta graduada de 10 mL
- 1 pipeta volumétrica de 25 mL
- 1 probeta de 50 mL
- 1 probeta de 10 mL
- 1 bureta de 50 mL
- 1 mortero con pistilo
- 3 matraces erlenmeyer de 250 mL
- 2 vasos de precipitados de 100 mL
- 2 vasos de precipitados de 50 mL
- 1 soporte
- 1 pinza de tres dedos
- 1 barra magnética de 1 pulgadas
- Papel indicador

Reactivos

- Etilendiamino tetraceto disódico
- Gluconato de calcio
- Carbonato de calcio
- Ácido clorhídrico
- Eriocromo negro T
- Hidróxido de sodio
- Azul de hidroxinaftol



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	47/81

Equipo e Instrumentos

- Balanza analítica
- Balanza granataria
- Parrilla de agitación

Procedimiento

1) Preparación y estandarización de 250 mL de una disolución de EDTA 0.05 M

Disuelva 4.65 g de la sal disódica del EDTA en 250 mL de agua destilada y estandarice la disolución.

Pese con exactitud aproximadamente 200 mg de estándar carbonato de calcio, transfiera a un vaso de 400 mL, adicione 10 mL de agua y agite suavemente hasta formar una suspensión. Cubra el vaso con un vidrio de reloj. Adicione con una pipeta 2 mL de ácido clorhídrico al 10% (diluido), introduciendo la punta entre el labio del vaso y la superficie del vidrio de reloj. Agite el contenido del vaso hasta disolver el carbonato de calcio. Lave el vidrio de reloj y vierta el agua del lavado en el vaso, lave las paredes del vaso y diluya con agua a aproximadamente 100 mL. Mientras agita la disolución, preferentemente con un agitador magnético, adicione con una bureta de 50 mL, 30 mL de la disolución de EDTA 0.05M, 15 mL de hidróxido de sodio 1 N (o la cantidad necesaria para que la disolución tenga un pH de 11), 300 mg de azul de hidroxinaftol y continúe la titulación con la disolución de EDTA 0.05 hasta el cambio de color a azul del indicador.

2) Determinación del por ciento de pureza de una muestra de gluconato de calcio.

Pese con exactitud aproximadamente 0.400 g de gluconato de calcio y disuelva en 150 mL de agua destilada conteniendo 2 mL de ácido clorhídrico al 10 % (diluido) mientras agita, de preferencia con un agitador magnético, adicione con una bureta cerca de 30 mL de la disolución de EDTA 0.05 previamente estandarizada. Posteriormente adicione 15 mL de una disolución de hidróxido de sodio 1 N (4 g en 100 mL) o la cantidad necesaria para que la disolución tenga un pH de 11 y 300 mg de Azul de hidroxinaftol. Continúe la titulación con la disolución de EDTA hasta el cambio de color.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	48/81

Resultados

Los indicados en los puntos del informe.

Referencias Bibliográficas

1. Budevsky, O. Foundations of Chemical Analysis. England: Ellis Horwood Limited, 1979.
2. Charlot G. Química analítica general, soluciones acuosas y no acuosas. Barcelona, España: Toray-Masson, S. A.; 1971.
3. Christian GD, et al. Analytical Chemistry. 7th ed. USA. Wiley International Edition. 2013.
4. Connors, K. A. A textbook of pharmaceutical Analysis. 2ed. New York: John Wiley & Sons, Inc.; 1975.
5. Farmacopea de Los Estados Unidos Mexicanos. Undécima Edición. México: 2014.
6. Harris DC. Análisis Químico Cuantitativo. 3a. ed. España. Editorial Reverté, S.A. 2006.
7. Harris DC. Quantitative Chemical Analysis. 8th ed. New York, USA. W.H. Freeman and Co Ltd.; 2010.
8. Knevel AM, Digangi FF. Jenkin's quantitative pharmaceutical chemistry 7ed. New York: McGrawHill; 1967.
9. Pérez V., Velásquez V. Fundamentos del Análisis Farmacéutico Equilibrio Químico. México. Facultad de Estudios Superiores Zaragoza, Universidad Nacional Autónoma de México; 2003.
10. Skoog Douglas A. Fundamentos de Química Analítica. Novena edición. USA. CENGAGE Learning; 2014.
11. United States Pharmacopeia National Formulary. USP 36th ed. NF 31th ed. Washington: United States Pharmacopeial Convection, Inc.; 2013.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	49/81

7.4 Titulaciones por Precipitación

Objetivos

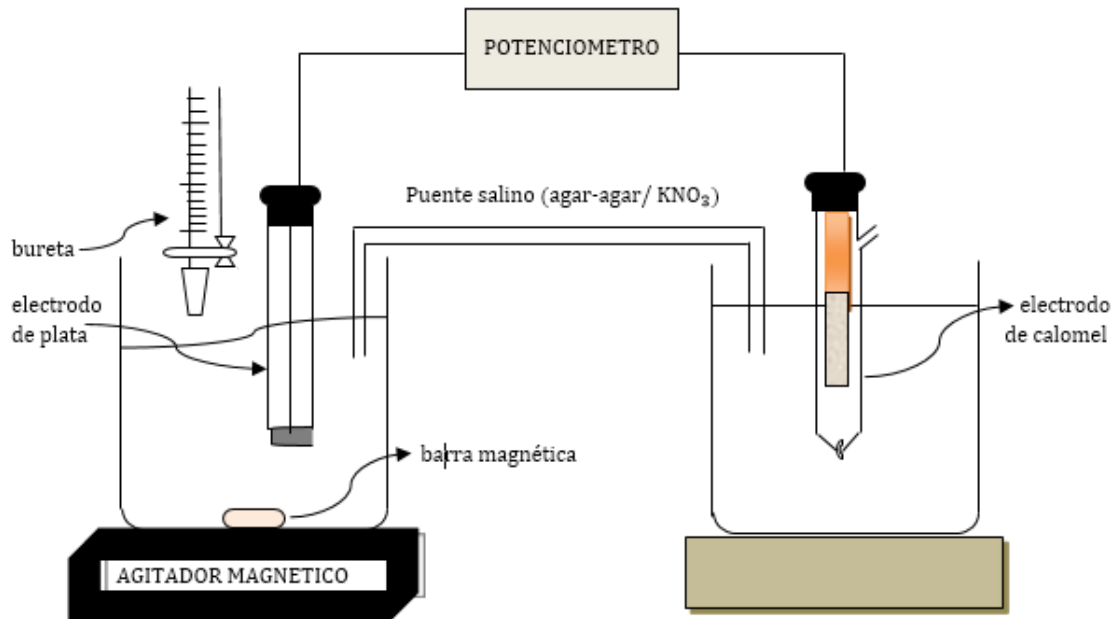
1. Determinar el porcentaje de contenido o porcentaje de pureza de un analito en forma farmacéutica o materia prima respectivamente mediante una titulación por precipitación.

Generalidades

Toda reacción química en la que uno de los productos sea una sustancia insoluble puede ser utilizada para realizar una titulación por precipitación. En el análisis farmacéutico se utiliza con frecuencia el ion plata para la determinación cuantitativa de numerosas sustancias que en su estructura tengan iones bromuro, yoduro o cloruro, el punto de equivalencia de la reacción puede ser determinado con indicadores visuales o potenciométricamente.

En este método, con un potenciómetro se determina la diferencia de potencial entre dos electrodos a medida que se adiciona el reactivo titulante. Uno de los electrodos es un electrodo de calomel (electrodo de referencia) y el otro es un electrodo de plata (electrodo indicador). El dispositivo experimental en este tipo de titulaciones es el siguiente:

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	50/81



El electrodo alcanza un potencial de equilibrio que es igual a:

$$E = E_{\text{Ag}^+/\text{Ag}^0}^{\circ} + 0.06 \log |\text{Ag}^+|$$

En una titulación por precipitación utilizando ion plata como reactivo titulante, la concentración del ion plata varía durante la misma y por lo tanto también cambia el potencial del electrodo de plata.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	51/81

7.4.1 Proyecto No. 8. Titulación Potenciométrica por Precipitación

Material

- 2 vidrios de reloj
- 3 matraces erlenmeyer de 250 mL
- 1 vaso de precipitados de 250 mL
- 2 vasos de precipitados de 100 mL
- 2 vasos de precipitados de 50 mL
- 1 pipeta volumétrica de 1 mL
- 1 probeta de 50 mL
- 1 bureta de 50 mL
- 1 soporte
- 1 pinza de tres dedos
- 1 barra magnética de 2 pulgadas
- 1 piseta
- 20 cm de tubo de vidrio doblado en forma de U

Reactivos

- Nitrato de plata
- Nitrato de potasio
- Cromato de potasio
- Inyectable de cloruro de sodio
- Agar-agar
- Cloruro de potasio
- Agua des ionizada

Equipo e Instrumentos

- Potenciómetro
- Electrodo de plata



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	52/81

- Electrodo de calomel
- Balanza analítica
- Balanza granataria
- Parrilla de agitación

Procedimiento

1) Preparación y estandarización de 250 mL de una disolución de AgNO_3 0.1 N

Pese aproximadamente 4.25 g de nitrato de plata, transfiera a un vaso de precipitados y disuelva con agua desionizada. Vierta la disolución en un frasco ámbar y limpio y diluya con agua destilada hasta 250 mL, proteja la disolución de la luz tanto como sea posible.

Pese con exactitud tres muestras de patrón primario de entre 0.100 g y 0.125 g de cloruro de sodio previamente secado a 110 °C durante 1 hora. Disuelva cada muestra en 50 mL de agua destilada y adicione 2 mL de cromato de potasio SI (solución indicadora). Finalmente titule las muestras de patrón primario con la disolución de nitrato de plata 0.1 N al vire rosa claro del indicador. Realice la estandarización por triplicado.

2) Preparación de un puente salino de nitrato de potasio.

Disuelva 6 g de nitrato de potasio y 0.3 g de agar-agar en 20 mL de agua caliente. Caliente hasta ebullición por unos minutos y llene el tubo de vidrio, previamente doblado en U, con esta disolución y deje enfriar.

3) Determinación potenciométrica de cloruro de sodio en una disolución oftálmica al 10%.

Con una pipeta volumétrica, tome una alícuota de 1 mL de la disolución oftálmica de cloruro de sodio y transfiera a un vaso de precipitados de 100 mL, adicione 50 mL de agua. Coloque el vaso sobre un agitador magnético, introduzca una barra magnética y el electrodo de plata. En otro vaso de precipitados de 100 mL coloque 40 mL de una disolución saturada de KCl e introduzca el electrodo de calomel saturado. Unir ambos vasos de precipitados con el puente salino de agar-agar con nitrato de potasio, previamente preparado. Finalmente titule la muestra de la disolución oftálmica con la disolución de nitrato de plata 0.1 N por triplicado.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	53/81

Resultados

Los indicados en los puntos del Informe.

Referencias Bibliográficas

1. Budevsky, O. Foundations of Chemical Analysis. England: Ellis Horwood Limited, 1979.
2. Charlot G. Química analítica general, soluciones acuosas y no acuosas. Barcelona, España: Toray-Masson, S. A.; 1971.
3. Christian GD, et al. Analytical Chemistry. 7th ed. USA. Wiley International Edition. 2013.
4. Connors, K. A. A textbook of pharmaceutical Analysis. 2ed. New York: John Wiley & Sons, Inc.; 1975.
5. Farmacopea de Los Estados Unidos Mexicanos. Undécima Edición. México: 2014.
6. Harris DC. Análisis Químico Cuantitativo. 3a. ed. España. Editorial Reverté, S.A. 2006.
7. Harris DC. Quantitative Chemical Analysis. 8th ed. New York, USA. W.H. Freeman and Co Ltd.; 2010.
8. Knevel AM, Digangi FF. Jenkin's quantitative pharmaceutical chemistry 7ed. New York: McGrawHill; 1967.
9. Pérez V., Velásquez V. Fundamentos del Análisis Farmacéutico Equilibrio Químico. México. Facultad de Estudios Superiores Zaragoza, Universidad Nacional Autónoma de México; 2003.
10. Skoog Douglas A. Fundamentos de Química Analítica. Novena edición. USA. CENGAGE Learning; 2014.
11. United States Pharmacopeia National Formulary. USP 36th ed. NF 31th ed. Washington: United States Pharmacopeial Convection, Inc.; 2013.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	54/81

7.5 Titulaciones Óxido Reducción

Objetivos

1. Determinar las condiciones experimentales para efectuar una titulación óxido reducción, tomando en cuenta el o los equilibrios simultáneos presentes.
2. Determinar el punto de equivalencia en una titulación directa por óxido reducción.
3. Determinar el punto de equivalencia en una titulación por retroceso e indirecta por óxido reducción.

Generalidades

Las titulaciones redox se emplean con frecuencia en el análisis cuantitativo de sustancias de aplicación principalmente farmacéutico. La técnica es aplicable en principio a toda sustancia susceptible de ser oxidada o reducida. Las titulaciones con sulfato cérico, iodo y permanganato de potasio son las más comúnmente utilizadas. El punto de equivalencia puede ser determinado con un indicador visual o en forma instrumental.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	55/81

7.5.1 Proyecto No. 9. Titulación de Óxido Reducción Cerimétrica

Material

- 3 vasos de precipitados de 150 mL
- 2 vasos de precipitados de 50 mL
- 3 matraces Erlenmeyer de 250 mL
- 3 vidrios de reloj
- 1 pipeta graduada de 10 mL
- 1 pipeta graduada de 5 mL
- 1 bureta de 50 mL
- 1 embudo
- 1 probeta de 100 mL
- 1 probeta 50 mL
- 1 soporte
- 1 pinza de tres dedos
- 1 barra magnética de 1 pulgada
- 1 mortero con pistilo

Reactivos

- Nitrato cérico amoniacal
- Ácido sulfúrico
- Sulfato ferroso (tabletas)
- Hidróxido de sodio
- Orto fenantrolina
- Trióxido de arsénico
- Tetraóxido de osmio

Equipo e Instrumentos

- Balanza analítica



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	56/81

- Balanza granataria
- Parrilla de agitación

Procedimiento

1) Preparación y estandarización de una disolución de 250 mL de una disolución de $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ 0.1 N

Transfiera 14.8 g de nitrato cérico amónico a un vaso de precipitados, adicione 8 mL de ácido sulfúrico concentrado, mezcle y adicione cuidadosamente agua destilada en porciones de 20 mL hasta disolver completamente. Deje en reposo durante 12 horas, filtre la disolución a través de un crisol con placa de porosidad fina, transfiera a un frasco y diluya hasta 250 mL con agua destilada.

Pese con exactitud 3 porciones de aproximadamente 150 mg de trióxido de arsénico de patrón primario, previamente secado a 110 °C durante una hora y transfiera a un matraz erlenmeyer. Lave las paredes del matraz con 20 mL de una disolución de hidróxido de sodio (2g en 250 mL de agua), agite hasta disolver la muestra, adicione 100 mL de agua y mezcle. Añada 10 mL de ácido sulfúrico (1 mL por 2 mL de agua destilada) dos gotas de orto fenantrolina y 2 gotas de disolución de tetra óxido de osmio (1 g de tetra óxido de osmio en 400 mL de ácido sulfúrico 1 N). Valore lentamente con la disolución de sulfato cérico 0.1 N hasta un cambio de color de rosa a azul muy pálido. Realice la estandarización por triplicado.

2) Determinación del contenido de sulfato ferroso en tabletas.

Pese y pulverice 5 tabletas de sulfato ferroso. En vasos de precipitados, disuelva tres porciones de muestra, pesadas con exactitud, que contengan aproximadamente 500 mg de sulfato ferroso en 20 mL de ácido sulfúrico diluido (10%) y 80 mL de agua destilada recientemente hervida y fría. Filtre la disolución tan pronto como los componentes solubles de la tableta se disuelvan, transfiera a un matraz erlenmeyer; lave el vaso de precipitados y el embudo con pequeñas porciones de una mezcla de 20 mL de ácido sulfúrico (10%) y 80 mL de agua destilada y fría. Adicione 2 gotas de orto fenantrolina e



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	57/81

inmediatamente titule con la disolución de sulfato cérico 0.1 N hasta el vire a color verde. Realice la determinación por triplicado.

Resultados

Los indicados en los puntos del Informe.

Referencias Bibliográficas

1. Budevsky, O. Foundations of Chemical Analysis. England: Ellis Horwood Limited, 1979.
2. Charlot G. Química analítica general, soluciones acuosas y no acuosas. Barcelona, España: Toray-Masson, S. A.; 1971.
3. Christian GD, et al. Analytical Chemistry. 7th ed. USA. Wiley International Edition. 2013.
4. Connors, K. A. A textbook of pharmaceutical Analysis. 2ed. New York: John Wiley & Sons, Inc.; 1975.
5. Farmacopea de Los Estados Unidos Mexicanos. Undécima Edición. México: 2014.
6. Harris DC. Análisis Químico Cuantitativo. 3a. ed. España. Editorial Reverté, S.A. 2006.
7. Harris DC. Quantitative Chemical Analysis. 8th ed. New York, USA. W.H. Freeman and Co Ltd.; 2010.
8. Knevel AM, Digangi FF. Jenkin's quantitative pharmaceutical chemistry 7ed. New York: McGrawHill; 1967.
9. Pérez V., Velásquez V. Fundamentos del Análisis Farmacéutico Equilibrio Químico. México. Facultad de Estudios Superiores Zaragoza, Universidad Nacional Autónoma de México; 2003.
10. Skoog Douglas A. Fundamentos de Química Analítica. Novena edición. USA. CENGAGE Learning; 2014.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	58/81

11. United States Pharmacopeia National Formulary. USP 36th ed. NF 31th ed.
Washington: United States Pharmacopeial Convection, Inc.; 2013.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	59/81

7.5.2 Proyecto No. 10. Titulación de Óxido Reducción Iodométrica

Material

- 2 vasos de precipitados de 150 mL
- 2 vasos de precipitados de 50 mL
- 1 matraz volumétrico de 50 mL
- 3 matraces erlenmeyer de 250 mL
- 3 vidrios de reloj
- 1 pipeta graduada de 5 mL
- 1 bureta de 50 mL
- 1 probeta de 100 mL
- 1 probeta 50 mL
- 1 soporte
- 1 pinza de tres dedos
- 1 barra magnética de una pulgada
- 1 mortero con pistilo

Reactivos

- Iodo
- Ioduro de potasio
- Ácido clorhídrico
- Trióxido de arsénico
- Hidróxido de sodio
- Anaranjado de metilo
- Bicarbonato de sodio
- Almidón
- Ácido ascórbico
- Ácido sulfúrico



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	60/81

Equipo e Instrumentos

- Balanza analítica
- Balanza granataria
- Parrilla de agitación

Procedimiento

1) Preparación y estandarización de 250 mL de una disolución de Iodo 0.1 N

Disuelva aproximadamente 3.5 g de Iodo en una disolución de 10 g de Ioduro de potasio en 100 mL de agua destilada, adicione 3 gotas de ácido clorhídrico diluido (10%) y diluya a 250 mL.

Pese con exactitud tres porciones aproximadamente 150 mg de trióxido de arsénico como patrón primario, previamente secado a 110 °C durante una hora y disuelva en 20 mL de hidróxido de sodio 1 N por calentamiento si es necesario. Diluya con 40 mL de agua, adicione 2 gotas de anaranjado de metilo, adicione ácido clorhídrico diluido (10%) hasta el cambio de amarillo a rosa. Añada 2 g de bicarbonato de sodio diluya con 50 mL de agua, agregue 3 mL de almidón. Valore lentamente con la disolución de Iodo 0.1 N hasta la aparición de un color azul oscuro. Realice la estandarización por triplicado.

2) Determinación del contenido de ácido ascórbico en tabletas.

Pese y pulverice 5 tabletas de vitamina C. Pese exactamente 3 muestras que contengan el equivalente a aproximadamente 400 mg de ácido ascórbico. Transfiera a un matraz Erlenmeyer de 250 mL y disuelva en 25 mL de ácido sulfúrico diluido (10%) y 100 mL de agua destilada. Adicione 3 mL de almidón SI y titule inmediatamente con la disolución de Iodo 0.1 N hasta el vire a azul oscuro. Realice la determinación por triplicado.

Resultados

Los indicados en los puntos del Informe.

Referencias Bibliográficas

1. Budevsky, O. Foundations of Chemical Analysis. England: Ellis Horwood Limited, 1979.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	61/81

2. Charlot G. Química analítica general, soluciones acuosas y no acuosas. Barcelona, España: Toray-Masson, S. A.; 1971.
3. Christian GD, et al. Analytical Chemistry. 7th ed. USA. Wiley International Edition. 2013.
4. Connors, K. A. A textbook of pharmaceutical Analysis. 2ed. New York: John Wiley & Sons, Inc.; 1975.
5. Farmacopea de Los Estados Unidos Mexicanos. Undécima Edición. México: 2014.
6. Harris DC. Análisis Químico Cuantitativo. 3a. ed. España. Editorial Reverté, S.A. 2006.
7. Harris DC. Quantitative Chemical Analysis. 8th ed. New York, USA. W.H. Freeman and Co Ltd.; 2010.
8. Knevel AM, Digangi FF. Jenkin's quantitative pharmaceutical chemistry 7ed. New York: McGrawHill; 1967.
9. Pérez V., Velásquez V. Fundamentos del Análisis Farmacéutico Equilibrio Químico. México. Facultad de Estudios Superiores Zaragoza, Universidad Nacional Autónoma de México; 2003.
10. Skoog Douglas A. Fundamentos de Química Analítica. Novena edición. USA. CENGAGE Learning; 2014.
11. United States Pharmacopeia National Formulary. USP 36th ed. NF 31th ed. Washington: United States Pharmacopeial Convection, Inc.; 2013.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	62/81

7.5.3 Proyecto No. 11. Titulación de Óxido Reducción Bromatométrica

Material

- 2 vasos de precipitados de 150 mL
- 2 vasos de precipitados de 50 mL
- 1 matraz volumétrico de 250 mL
- 1 matraz volumétrico de 50 mL
- 9 matraces de iodo
- 3 vidrios de reloj
- 1 pipeta volumétrica de 20mL
- 1 pipeta volumétrica de 25 mL
- 1 pipeta graduada de 5 mL
- 1 bureta de 50 mL
- 1 probeta de 100 mL
- 1 probeta 50 mL
- 1 soporte
- 1 pinza de tres dedos
- 1 barra magnética de dos pulgadas
- 1 mortero con pistilo

Reactivos

- Tiosulfato de sodio
- Carbonato de sodio
- Iodato de potasio
- Ioduro de potasio
- Ácido clorhídrico
- Almidón
- Bromato de potasio



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	63/81

- Bromuro de potasio
- Ácido salicílico
- Cloroformo

Equipo e Instrumentos

- Balanza analítica
- Balanza granataria
- Parrilla de agitación

Procedimiento

1) Preparación y estandarización de $\text{Na}_2 \text{S}_2\text{O}_3$ 0.1 N y Br_2 0.1 N

a) Preparación y estandarización de una disolución de $\text{Na}_2 \text{S}_2\text{O}_3$ 0.1 N

Disuelva 6.5 g de tiosulfato de sodio y 200 mg de carbonato de sodio en 250 mL de agua recién hervida y fría.

Pese exactamente cerca de 1.5 g de iodato de potasio puro como patrón primario, disuelva con agua destilada y diluya a 250 mL en un matraz volumétrico de 250 mL. Con una pipeta volumétrica de 25 mL transfiera una alícuota a un matraz de iodo, adicione 25 mL de agua destilada, 2 g de ioduro de potasio (libre de iodato) y 10 mL de ácido clorhídrico 1 N, tape el matraz y agite suavemente. Valore con la disolución de tiosulfato 0.1 N. Agregue 2 mL de almidón SI cuando la disolución tome un color amarillo pálido y continúe titulando hasta la desaparición del color azul. Realice la estandarización por triplicado.

b) Preparación y estandarización de una disolución de Br_2 0.1 N

Disuelva 0.3 g de bromato de potasio y 1.5 g de bromuro de potasio en 100 mL de agua destilada. Con una pipeta volumétrica, transfiera 20 mL de esta disolución a un matraz iodometrico y diluya con 100 mL de agua destilada. Adicione 10 mL de ácido clorhídrico 1 N, tape el matraz y agite suavemente. Añada 5 ml de una disolución de ioduro de potasio a 30%, tape y nuevamente agite. Deje reposar durante 5 minutos y titule el iodo



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	64/81

liberado con una disolución de tiosulfato de sodio 0.1 N agregando 3 mL de almidón al acercarse al punto de equivalencia (la solución se torna amarillo paja), continuar la titulación hasta que se torne transparente. Realice la estandarización por triplicado.

2) Determinación del por ciento de pureza de una muestra de ácido salicílico.

Pese con exactitud aproximadamente 0.1 g de ácido salicílico, transfiera a un matraz volumétrico de 50 mL y diluya con agua destilada hasta la marca.

Con una pipeta volumétrica transfiera 20 mL de la disolución a un matraz de iodo, adicione 30 mL de la disolución de bromo 0.1 N previamente estandarizada, 5 mL de ácido clorhídrico diluido (10%) y tape inmediatamente. Agite frecuentemente el contenido del matraz durante 30 minutos y posteriormente deje reposar durante 15 minutos. Adicione rápidamente 5 mL de una disolución de ioduro de potasio al 30% evitando escapen los vapores de iodo. Agite vigorosamente, quite el tapón enjuagándolo, lo mismo que el cuello de matraz con un poco de agua destilada. Adicione 5 mL de cloroformo, agite la mezcla y titule el iodo liberado con la disolución de tiosulfato de sodio 0.1 N previamente estandarizada, agregando 3 mL de almidón SI en la proximidad del punto de equivalencia. Realice la determinación por triplicado.

Resultados

Los indicados en los puntos del Informe.

Referencias Bibliográficas

1. Budevsky, O. Foundations of Chemical Analysis. England: Ellis Horwood Limited, 1979.
2. Charlot G. Química analítica general, soluciones acuosas y no acuosas. Barcelona, España: Toray-Masson, S. A.; 1971.
3. Christian GD, et al. Analytical Chemistry. 7th ed. USA. Wiley International Edition. 2013.
4. Connors, K. A. A textbook of pharmaceutical Analysis. 2ed. New York: John Wiley & Sons, Inc.; 1975.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	65/81

5. Farmacopea de Los Estados Unidos Mexicanos. Undécima Edición. México: 2014.
6. Harris DC. Análisis Químico Cuantitativo. 3a. ed. España. Editorial Reverté, S.A. 2006.
7. Harris DC. Quantitative Chemical Analysis. 8th ed. New York, USA. W.H. Freeman and Co Ltd.; 2010.
8. Knevel AM, Digangi FF. Jenkin's quantitative pharmaceutical chemistry 7ed. New York: McGrawHill; 1967.
9. Pérez V., Velásquez V. Fundamentos del Análisis Farmacéutico Equilibrio Químico. México. Facultad de Estudios Superiores Zaragoza, Universidad Nacional Autónoma de México. 2003.
10. Skoog Douglas A. Fundamentos de Química Analítica. Novena edición. USA. CENGAGE Learning; 2014.
11. United States Pharmacopeia National Formulary. USP 36th ed NF 31th ed. Washington: United States Pharmacopeial Convection, Inc.; 2013.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	66/81

8 Anexos

8.1 Anexo 1. Cronograma general de las actividades de laboratorio de AFMP I

Semestre: _____

Grupo: _____

SEMANA	PROYECTO
1	Introducción y Organización del Trabajo en el Laboratorio
2	S E M I N A R I O S
3	S E M I N A R I O S
4	Titulación de Ácido con Base Fuerte (Directa)
5	Titulación de Base con Ácido Fuerte (Directa)
6	Titulación de Ácido o Base (Retroceso)
7	Titulación de Poliácido o Polibase
8	Titulación Ácido Base No Acuosa
9	Titulación Ácido Base No Acuosa
10	Titulación de Complejos (Preparación y Estandarización)
11	Titulación de Complejos (Cation Metálico)
12	Titulación por Precipitación (Preparación y Estandarización)
13	Titulación por Precipitación (Potenciometrica)
14	Titulación Redox (Directa: Ce^{4+} , MnO_4 , etc.)
15	Titulación Redox con Br_2
16	C A L I F I C A C I O N E S



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	68/81

8.2 Anexo 2. Proyectos

Las siguientes tablas contienen una lista de sustancias de los proyectos a realizar en el módulo de AFMP I, y que representan los diferentes equilibrios químicos para las **titulaciones** del curso. Cada profesor tiene la opción de escoger el proyecto requerido.

Las sustancias incluyen fármacos, aditivos, medicamentos, etc.

Cuadro A2.1. Lista de Proyectos Ácido-Base en Agua			
1	Acetato de amonio	20	Bicarbonato de sodio (vial)
2	Ácido acetil salicílico	21	Carbonato de calcio
3	Ácido acetil salicílico (tabletas)	22	Carbonato de litio
4	Ácido acético	23	Carbonato de sodio
5	Ácido acético (vinagre)	24	Citrato de sodio
6	Ácido ascórbico	25	Clorhidrato de lidocaína
7	Ácido benzoico	26	Cloruro de amonio
8	Ácido bórico	27	Fosfato dibásico de potasio
9	Ácido cítrico	28	Fosfato monobásico de amonio
10	Ácido fosfórico	29	Fosfato monobásico de potasio
11	Ácido láctico	30	Glicina
12	Ácido málico	31	Hidróxido de amonio
13	Ácido salicílico	32	Hidróxido de magnesio
14	Ácido succínico	33	Hidróxido de magnesio (leche de magnesia)
15	Ácido tartárico	34	Oxalato de sodio
16	Antiácidos	35	Sacarina ácida
17	Arginina	36	Sacarina básica
18	Bicarbonato de potasio	37	Tetraborato de sodio
19	Bicarbonato de sodio	38	Trometamina



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	69/81

Cuadro A 2.2. Lista de Proyectos Ácido-Base en Medios no Acuosos

1	Acetaminofén	15	Metionina
2	Acetato de sodio	16	Metronidazol (tabletas)
3	Ácido acetil salicílico	17	Nitrato de potasio
4	Ácido ascórbico	18	Oxalato de amonio
5	Ácido benzoico	19	Oxalato de sodio
6	Ácido nalidíxico	20	Piperazina
7	Ácido salicílico	21	Quinina
8	Ácido succínico	22	Sacarina sódica
9	Alanina	23	Salicilato de sodio
10	Cafeína	24	Sulfadiacina
11	Cimetidina	25	Sulfametoxazol
12	Citrato de potasio	26	Sulfametoxazol (tabletas)
13	Glicina	27	Teobromina
14	Mebendazol	28	Vainillina

Cuadro A 2.3. Lista de Proyectos para Complejometría

1	Acetato de zinc	8	Estearato de zinc
2	Ácido ascórbico	9	Gluconato de calcio
3	Aluminio y magnesio (suspensión)	10	Gluconato de calcio (vial)
4	Cloruro de magnesio	11	Gluconato de magnesio
5	EDTA	12	Lauril sulfato de sodio
6	Estearato de calcio	13	Sulfato de magnesio
7	Estearato de magnesio	14	Sulfato de magnesio (vial)



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	70/81

Cuadro A 2.4. Lista de Proyectos para Precipitación

1	Bromuro de potasio	7	Ioduro de potasio
2	Bromuro de sodio	8	Ioduro de sodio
3	Cloruro de potasio (vial)	9	Sulfadiazina de plata
4	Cloruro de sodio (en sol. enterales)	10	Sulfatos en orina
5	Cloruro de sodio (en sol. parenterales)	11	Teobromina
6	Cloruro de sodio (vial)	12	Tiourea

Cuadro A 2.5. Lista de Proyectos para Óxido Reducción

1	Ácido ascórbico	10	Ioduro de sodio
2	Ácido oxálico	11	Resorcinol
3	Agua oxigenada	12	Sulfato ferroso
4	Fenol	13	Sulfato ferroso (solución)
5	Fumarato ferroso (tabletas)	14	Sulfato ferroso (tabletas)
6	Hidroquinona	15	Timol
7	Hipoclorito de sodio	16	Tintura de Iodo
8	Iodo	17	Vainillina
9	Ioduro de potasio		



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	71/81

8.3 Anexo 3. Cuestionario

1. ¿Ha utilizado alguna vez la Balanza Analítica y qué pudiera recomendar para su buen uso y cuidado?
2. Antes de pesar, ¿verifica que la Balanza Analítica esté nivelada? ¿Cómo lo verifica?
3. Antes de pesar, ¿verifica que la Balanza Analítica esté limpia?
Si la balanza no estuviera limpia, ¿cómo la limpiaría?
4. ¿Cuál es el área ideal para instalar una Balanza Analítica?
 - a) En cualquier mesa disponible del laboratorio.
 - b) En la mesa de un cuarto separado, bien iluminado y en donde no esté expuesta a la luz solar y a corrientes de aire y vibraciones.
 - c) En una mesa con ruedas para poder acercarla a mi área de trabajo, y así evitar errores.
5. ¿Qué sustancias sólidas pesaría y qué sustancias sólidas no pesaría en una Balanza Analítica?
 - a) Sólidos inertes
 - b) Sólidos corrosivos
 - c) Sustancias higroscópicas
 - d) Sólidos que subliman
 - e) Sustancias anhidras
 - f) Sustancias calcinadas
6. ¿Qué sustancias líquidas pesaría y qué sustancias líquidas no pesaría en una Balanza Analítica?
 - a) Ácidos fuertes
 - b) Líquidos inertes
 - c) Líquidos humeantes
 - d) Líquidos calientes



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	72/81

e) Bases Fuertes

7. ¿Ha pesado alguna vez algún reactivo sólido directamente sobre el platillo de la Balanza Analítica? Y mencione sobre qué se pesan los sólidos en la Balanza Analítica.
8. ¿Ha pesado alguna vez reactivos líquidos en la Balanza Analítica? Y mencione cómo se pesan los reactivos líquidos en la Balanza Analítica.
9. ¿Cuál es la masa mínima y máxima que pesa una Balanza Analítica?
10. ¿Considera que usted sabría pesar y manejar cualquier modelo de Balanza Analítica? ¿Por qué?
11. ¿Ha utilizado alguna vez la Balanza Granataria? ¿Cómo es y cómo se utiliza?
12. ¿Cuál es la masa mínima y máxima que puede pesar una Balanza Granataria?
13. ¿Conoce algún otro tipo de balanza? Menciónelas o investiguelas.
14. ¿En dónde anota usted la cantidad que pesó?
15. En dónde se deben de anotar todos los datos referentes a las pesadas y/o al experimento. ¿Por qué?
16. ¿Conoce el potenciómetro? Mencione sus usos y cuidados.
17. ¿Cuáles son los electrodos de referencia?
18. ¿Cuáles son los electrodos indicadores?
19. ¿Qué significa electrodo combinado?
20. ¿Cuáles son los electrodos que se utilizan para medir el pH
 - a) Plata
 - b) Calomel
 - c) Platino
 - d) Vidrio
 - e) Vidrio y Calomel
 - f) No sé
21. El potenciómetro se calibra con:



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	73/81

- a) Una disolución buffer
b) Dos disoluciones buffer
c) Tres disoluciones buffer
¿Por qué?
22. ¿Cuándo se calibra el potenciómetro?
a) Siempre
b) En las valoraciones de pH y/o potencial= f(vol.)
c) Cuando necesito saber el pH exacto en estudio
¿Por qué?
23. ¿Es fácil o complicado instalar un diseño potenciométrico para una valoración volumétrica y qué hay que cuidar en la instalación del diseño?
24. Cuando estoy valorando potenciométricamente una muestra, ¿en qué momento interrumpo la valoración para terminar la práctica y desmontar el equipo o sistema que estoy utilizando?
25. Relacione las siguientes columnas:
- | | |
|------------------------|-----------------------------|
| Normalidad () | a) gramos/ # de equivalente |
| Molaridad () | b) Equivalentes/Litro |
| No. de Equivalentes() | c) Moles/Litro |
| Peso Equivalente () | d) gramos/Peso Equivalente |
26. Una disolución al 10% masa/volumen es:
a) Hay 1 g de soluto en 10 ml de solución
b) Hay 1 g de soluto en 100 ml de solución
c) Hay 1 g de soluto y 9 ml de solución
27. Una disolución al 10 % v/v significa que:
a) Hay 1 ml de soluto en 100 ml de solución
b) Hay 1 ml de soluto en 10 ml de solución
c) Hay 1 g de soluto y 10 ml de solución



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	74/81

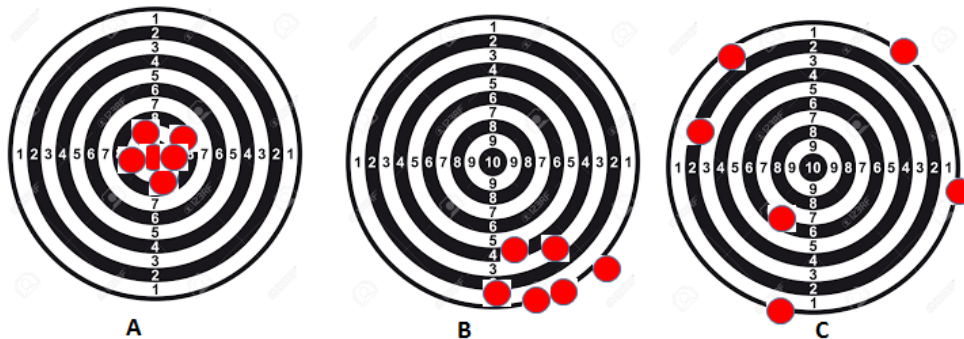
28. Relacione las siguientes columnas:

Precisión () a) La concordancia de datos entre sí.

Exactitud () b) La concordancia de datos con respecto a un valor real o nominal.

29. Indique cuál de las siguientes figuras representa:

a) Precisión () b) Exactitud () c) Precisión y Exactitud ()



30. El Error aleatorio es:

Ejemplos en el laboratorio y en los experimentos.

31. El Error sistemático es:

Ejemplos en el laboratorio y en los experimentos.

32. La exactitud se ve afectada por:

- a) Errores aleatorios
- b)) Errores Sistemáticos
- c) Ambos
- d) Ninguno

33. La precisión se ve afectada por:

- a) Errores aleatorios
- b) Errores Sistemáticos
- c) Ambos
- d) Ninguno

34. El material de vidrio volumétrico que mide o contiene volúmenes con exactitud son:

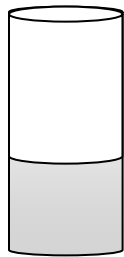


SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	75/81

- a) Pipeta volumétrica
 - b) Pipeta graduada
 - c) Matraz Erlenmeyer
 - d) Bureta
 - e) Probeta
 - f) Vaso de precipitados
 - g) Matraz volumétrico
 - h) Matraz lodométrico
35. El material volumétrico suele tener grabadas las iniciales en inglés o español respectivamente de: **TD (PE)** o **TC (PC)** ¿qué significan y qué utilidad tienen?
36. Para medir **con exactitud** 12.5 ml de un líquido utilizaría:
- a) Bureta de 25 ml
 - b) Probeta de 25 ml
 - c) Pipeta volumétrica de 25 ml
 - d) Pipeta graduada de 10 ml
37. Dibuje la forma correcta de tomar la lectura del menisco, formado por líquidos en materiales volumétricos cuando se trata de:



A) Soluciones
incoloras
transparentes



B) Soluciones
coloridas
No transparentes



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	76/81

38. De las siguientes aseveraciones marcar con una (V) si es verdadera y con una (F) si es falsa:

- a) El material volumétrico se puede secar en una estufa a 80°C durante 10 minutos. ()
- b) El utilizar acetona o alcohol comerciales para secar el material no afecta las determinaciones. ()
- c) Es conveniente expulsar el líquido de una pipeta con ayuda de una perilla o jeringa. ()
- d) El material volumétrico se seca a temperatura ambiente. ()

39. ¿Cómo se clasifican los Reactivos para su uso y mencione algunos ejemplos?

40.Cuál de los siguientes grados de reactivos es más puro.

- a) Grado Industrial
- b) Grado Farmacéutico
- c) Grado Analítico
- d) Químicamente Puro (QP)
- e) Mercantil

41. ¿Cómo clasifican los reactivos para almacenarlos y localizarlos de manera fácil y rápida en el Laboratorio de Analítica?

42. ¿Qué son los patrones primarios o estándares? ¿Son costosos y por qué?

43. Marca las características de un patrón primario.

- a) Bajo Costo
- b) Elevado Peso Molecular
- c) 100% de pureza
- d) Estable
- e) Higroscópico
- f) Fácil de adquirir

44. ¿Cuáles son los patrones secundarios y terciarios y menciones algunos ejemplos?



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	77/81

45. Para que se utilizan los patrones o estándares primarios, secundarios y terciarios.

- Para preparar soluciones
- Para valorar principios activos
- Para estandarizar o titular soluciones titulantes

46. ¿En dónde se pesan los patrones primarios y las muestras problema sólidas?

47. ¿Cómo se miden las muestras problema líquidas para valorarlas?

48. ¿En dónde se pesan los patrones secundarios sólidos para ser preparados? ¿Por qué?

49. ¿Con qué se miden los patrones secundarios líquidos para ser preparados? ¿Por qué?

50. Mencione reglas para el uso adecuado de Reactivos líquidos, sólidos, etc. analíticos.

51. Mencione reglas para el uso adecuado de Reactivos líquidos, sólidos, etc. Preparados en el laboratorio.

52. ¿Qué utiliza para tomar un reactivo sólido analítico de su recipiente original?

53. ¿Qué utiliza para tomar una porción de un reactivo líquido analítico de su frasco original?

- Introduce una pipeta directamente al frasco original.
- Coloca una porción relacionada a lo que necesita en un vaso de precipitados y de éste toma su porción.
- Del frasco original, lo vierte directamente a su reacción.

54. Qué deben hacer con los reactivos sobrantes sólidos o líquidos comerciales:

- Lo desecha
- Regresa al frasco
- Lo tira
- Guarda en otro frasco



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	78/81

55. ¿Existen similitudes y diferencias entre Estandarización y Valoración? ¿Cuáles son?

56. Subraye las reglas básicas de seguridad en el manejo de material de laboratorio:

- a) Verificar su limpieza
- b) Utilizarlo de acuerdo con sus características
- c) Usarlos para comer o beber
- d) Etiquetarlos de acuerdo con la sustancia que contienen
- e) Pipetear con la boca
- f) Mezclar los reactivos con un tapón adecuado

57. Mencione los aditamentos de seguridad básicos para el uso personal en el laboratorio.

58. Mencione el equipamiento de seguridad adecuado con el que debe de contar un Laboratorio de Análisis Analítico.

59. Marque con un **X** las Reglas Básicas de seguridad en el Laboratorio:

- a) () No correr
- b) () Hacer bromas durante la sesión para amenizar el momento
- c) () Usar lentes de seguridad y bata
- d) () No comer o beber en el material de laboratorio
- e) () Identificar los reactivos mediante el olfato, gusto o tacto
- f) () No mezclar reactivos si se desconocen sus propiedades
- g) () Comer en el laboratorio
- h) () No portar guantes ni lentes de protección mientras se trabaja en la campana
- i) () No salirse del laboratorio durante las horas de trabajo y vigilar todo el proceso de trabajo
- j) () Es necesario concentrarse para llevar a buen término el trabajo de laboratorio



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	79/81

¿Qué indicaciones le faltan a estos incisos que incluyan reglas permitidas y aquellas que no lo son?

60. ¿Ha consultado alguna vez la Farmacopea? ¿Para qué?

61. Definición de la Farmacopea.

62. Para qué sirve una Farmacopea.

63. ¿Cuáles son las partes de una Farmacopea?

64. ¿Qué es una Monografía?

65. ¿De qué está formada una monografía?

66. ¿Cuáles son los puntos de interés de la monografía para este curso?

67. ¿Cada país tiene su propia Farmacopea? ¿Por qué?

68. En caso de que la FEUM no cuente con la información que se requiere, ¿qué otras Farmacopeas serán sugeridas para consultar?

69. Traer las copias de la Farmacopea Mexicana 5ª Edición de las páginas: Monografía págs. **781 y 782**, MGA pág. **151**, Soluciones Volumétricas pág. **281**, Soluciones Indicadoras (SI) pág. **248 (Indispensable)**.

70. Marque si ha consultado la siguiente información:

- a) Revistas científicas de contenido Analítico
- b) Revistas científicas de contenido Orgánico
- c) Libros de Contenido Analítico
- d) Memorias de Congresos y Simposios en referencia a la Química Analítica
- e) Consultas al Sistema Bibliotecario de la UNAM. Dirección General de Bibliotecas
- f) Información Científica en línea

71. De la siguiente lista marque los textos que ha consultado:

- a) Skoog, D.A. y West D.M. "Fundamentos de Química Analítica"
- b) Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos
- c) Farmacopea de los Estados Unidos y el National Formulary



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	80/81

- d) Farmacopea Británica
 - e) Knevel, A.M. "Jenkin's, Quantitative Pharmaceutical Chemistry"
 - f) Connors, K.A. "Curso de Análisis Farmacéutico"
 - g) Dick, J.G. "Química Analítica"
 - h) Ayres, G.H. "Análisis Químico Cuantitativo"
 - i) Day, P.A. "Quantitative Analysis"
 - j) Florey, Klaus. "Analytical Profiles of drugs substances"
 - k) Clarke, E.G.C. "Isolation and Identification of drugs". The Pharmaceutical Press. Gran Bretaña, 1969
 - l) Clarke. "Analysis of drugs poisons in pharmaceutical, body fluids and postmortem material". The Pharmaceutical Press. 2004. 1ª Edition. 1590.
 - m) Index Merck.
 - n) Harris, D.C. "Análisis Químico Cuantitativo"
72. Es importante recordarles que deben de registrarse y darse de alta en el servicio médico que esta institución educativa les brinda. Es de suma trascendencia este trámite, no lo dejen para después.



SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD
MANUAL DE LABORATORIO DE ANÁLISIS DE
FÁRMACOS Y MATERIAS PRIMAS I



Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-QFB-ML06	13/01/2023	2	81/81

8.4 Anexo 4. Material y lavado

Para obtener resultados de mediciones confiables, es recomendable realizar la selección adecuada del material de vidrio a utilizar, de acuerdo con la metodología a emplear, al proceso de medición que será sometido y a la exactitud que se requiera.

El material de vidrio debe estar limpio y seco antes de empezar el experimento.

La limpieza del material de laboratorio es un proceso que implica la eliminación de impurezas. La adecuada limpieza del material de laboratorio es de gran importancia para no tener problemas de contaminación, obtención de datos erróneos, originar accidentes (explosiones, envenenamientos, etc.).

Las soluciones químicas más utilizadas en la limpieza son:

- Agua y jabón (para limpieza simple)
- Mezclas químicas (limpieza química)⁴

El lavado simple con agua y jabón es un tipo de limpieza que se logra lavando perfectamente el material de vidrio con agua corriente y jabón (no detergente, puesto que es un contaminante muy activo de azufre, además de que si no se enjuaga correctamente deja residuos).

Técnica de lavado:

- a. Lavar con agua y jabón, tallando con un escobillón u otros utensilios de limpieza que no rayen el vidrio, debido a que si se raya, ahí se alojan los residuos.
- b. Enjuagar bien con agua corriente, hasta eliminar totalmente el jabón.
- c. Los últimos tres enjuagues, serán con agua destilada.
- d. Secar el material colocándolo vertical o inclinado, boca abajo.

Al finalizar la práctica, el material se entrega **limpio y seco**.

El material limpio debe guardarse invirtiéndolo sobre papel secante en un área libre de polvo.

⁴ Esta no se utiliza para el laboratorio de analítica.