

Obtención de Sulfato de Hierro (II) Heptahidratado con Calidad Farmacéutica a Partir de Residuales Metálicos de la Industria Mecánica.

MC. Jesús Rafael Rodríguez Amado¹, Lic. Ariadna Lafourcade Prada².

1 Departamento de farmacia, Facultad de Ciencias Naturales, Universidad de Oriente, Santiago de Cuba.

2 Especialista farmacéutica. Laboratorio biológico farmacéutico. Santiago de Cuba

Dirección: Calle 4 # 263 Entre Alfredo Sayas y Bravo Correo. Reparto Santa Bárbara: Santiago de Cuba. Cuba. Teléfono: 652529, fax 65 2529; jimmy@jar.uo.edu.cu

RESUMEN: En este trabajo se sintetizó sulfato de hierro (II) heptahidratado a partir de virutas de acero y ácido sulfúrico comercial, obteniéndose un producto de gran calidad que cumple con las especificaciones de la USP XXIV como materia prima y como reactivo para la industria farmacéutica. Se obtiene una sal con un 103 por ciento de sulfato de hierro (II) heptahidratado y se determinan las impurezas metálicas insolubles por espectrometría de emisión con acoplamiento inductivo al plasma (ICP). Los valores de las mismas se encuentran en niveles similares a los comercializados por las firmas BDH de Inglaterra y la Merck de Alemania, y los mismos se encuentran por debajo de las concentraciones máximas admisibles para que se consideren tóxicos en formulaciones farmacéuticas.

ABSTRACT: In this work ferrous sulfate heptahydrate was synthesized starting from steel chips and commercial sulphuric acid; obtain a product of great quality that fulfills the specifications of the USP XXIV as raw material and like reagent for the pharmaceutical industry. A salt is obtained with 103 percent of ferrous sulfate heptahydrate. Insoluble metallic impurities are determined by inductive plasma coupling (ICP); the values of these elements are in similar concentrations as those marketed by the firms BDH of England and Merck of Germany, and the same ones are below the acceptable maximum concentrations so that they are considered toxic in pharmaceutical formulations.

Palabras claves: sulfato ferroso, vitriolo verde, residuales metálicos, síntesis

Keywords: ferrous sulfate. green vitriol, residual metallic, synthesis

INTRODUCCIÓN

Uno de los sectores más afectados por la situación económica actual del país es la industria médico-farmacéutica. A raíz del periodo especial se ha visto muy deteriorado en Cuba el suministro de medicamentos, actividad que realiza la empresa de medicamentos en unión con la red de farmacias

Esta situación crítica ha traído como consecuencia en Cuba que se haya desarrollado un programa encaminado al aprovechamiento integral de los recursos para suplir gran número de principios activos que forman parte de diversas preparaciones que en la actualidad no pueden ser distribuidos por la Empresa de Medicamentos y que son de amplio consumo por la población

Por otra parte la búsqueda de solución a estos problemas ha hecho que en cada centro de investigación y en cada una de las instituciones que tienen que ver con la esfera de la salud, se haya seguido una política de apoyo a la investigación sobre la base de la solución de problemas concretos y fundamentalmente en el sentido de la preparación y la síntesis de diversos principios activos para su utilización en formulaciones farmacéuticas

Dado que en Cuba se tiene una lucha sin cuartel para mantener en los valores mínimos las tasas de mortalidad infantil y materna el programa con las madres embarazadas incluye un suplemento dietético, en el que está incluido la administración de vitaminas y sales minerales que son esenciales en el periodo de gestación y entre estas se encuentra el sulfato de hierro (II) que se utiliza como agente profiláctico contra la anemia ferripriva que normalmente produce este periodo en la mujer. Al ser esta sal un importante fármaco a consumir durante este periodo y ser además un producto de importación, que muchas veces esta en falta en la red de farmacias, este trabajo persigue el objetivo de sintetizar y caracterizar químicamente el sulfato de hierro (II) heptahidratado obtenido a partir del aprovechamiento de residuos metálicos de la industria mecánica y

ácido sulfúrico comercial producido en el país.

MATERIALES Y MÉTODOS

Reactivos

1. Etanol A comercial 98 %. Cuba
2. Ácido sulfúrico concentrado P.A. Merck Alemania
3. Cloruro de bario P.A. Merck Alemania
4. Ácido clorhídrico. P.A. BDH Inglaterra
5. Ácido nítrico. P.A. Merck Alemania
6. Acetato de plomo P.A. Merck Alemania.
7. Ferrocianuro de potasio. P.A. BDH Inglaterra
8. Hidróxido de sodio. P.A. BDH Inglaterra
9. Paratungstato de sodio. P.A. Merck Alemania
10. Permanganato de potasio. P.A. BDH Inglaterra.
11. Nitrato de plata. P.A. Merck Alemania.
12. Hierro metálico. BDH. Inglaterra.
13. Tiocianato de amonio BDH Inglaterra.
14. Cloruro de estaño P.A. Merck Alemania.
15. Sulfuro de hidrógeno (generado)
16. Cloruro de mercurio (II) P.A. BDH Inglaterra.
17. Bicromato de potasio. P.A. Merck Alemania

Materiales para la síntesis

Se utilizan virutas de acero residuos del proceso de fresado y torneado de piezas de acero de tipo B, con garantía de sus propiedades químicas según norma GOST 308-71 de la marca MCT3, que posee una composición química aproximada: carbono 0,22 % máximo, manganeso 0,65 % máximo, azufre 0,045 % y fósforo 0,055 %.³ El ácido sulfúrico empleado procede de la empresa del níquel de Moa

Soluciones

1. Etanol 45-50 %: Se prepara diluyendo 100 ml de etanol clase A al 98 % en igual volumen de agua destilada. Solución de concentración aproximada.
2. Ácido sulfúrico al 10 %: se disuelven 10 ml del ácido sulfúrico concentrado en agua destilada hasta completar 100 ml de solución.
3. Solución de ácido sulfúrico al 5 %: se disuelven 5 ml del ácido sulfúrico concentrado en agua destilada hasta completar 100 ml de solución
4. Cloruro de bario 0,1 mol/L: Disolver 12 g de esta sal en agua destilada hasta completar 100 ml.
5. Ácido clorhídrico al 10 %: Disolver 10 ml de ácido clorhídrico concentrado en suficientes cantidades de agua destilada hasta completar 100 ml.
6. Ácido nítrico al 10 %: Disolver 10 ml de ácido nítrico concentrado en suficientes cantidades de agua destilada hasta completar 100 ml.
7. Acetato de plomo al 10 %: Disolver 10 g de acetato de plomo en suficientes cantidades de agua destilada hasta completar 100 ml.
8. Ferrocianuro de potasio al 10%: Disolver 10 g de esta sal en suficiente agua destilada para completar 100 ml de solución.
9. Hidróxido de sodio al 10 %: Disolver 10 g de perlas de esta sal en suficiente agua destilada para completar 100 ml de solución.
10. Nitrato de plata al 10%: Disolver 10g de esta sal en suficiente agua destilada para completar 100 ml de solución.
11. Tiocianato de amonio 0.1 mol/l: Disolver 8 g de esta sal en suficiente agua destilada para completar 1000 ml de solución.
12. Cloruro de estaño al 10%: Disolver 10 g de esta sal en suficiente agua destilada para completar 100 ml de solución.
13. Solución saturada de sulfuro de hidrógeno: Hacer pasar una corriente de H₂S preparada en un generador de gases por agua destilada fría, hasta que el agua tenga olor fuerte a sulfuro (se utiliza recién preparada)
14. Cloruro de estaño 0,1 mol/l: Disolver 9,4805 g de esta sal en suficiente agua destilada para completar 1000 ml de solución.
15. Solución concentrada de cloruro de mercurio: Disolver 13,57 g de esta sal en suficiente agua destilada para completar 100 ml de solución.

16. Solución de bicromato de potasio 0.1 mol/l: Disolver 29,421 g de esta sal en suficiente agua destilada para completar 1000 ml de solución.

Cristalería

- Buretras de 25 y 50 ml
- Pipetas de 1, 5, y 10 ml
- Probetas de 10, 50 y 100 ml
- Volumétricos de 10 y 100 ml
- Cápsula de porcelana
- Cristalizadota
- Vasos de precipitado de 350 y 500 ml
- Erlenmeyer de 250 ml
- Balones de 500 ml
- Condensadores
- Generador de gases
- Tubos de Nesler

Equipamiento

- Balanza analítica Nagema. Alemania
- Estufa Min. Rusia
- Plancha de calentamiento
- Desecadoras
- Pinzas
- Soporte universal

Metodología de trabajo para las síntesis

Para la síntesis del sulfato de hierro (II) heptahidratado se procede de la siguiente forma: Se pesan 50 g de virutas de acero y se depositan en un vaso de precipitado de 500 ml. Se procede a lavar estas con 50 ml de solución de ácido sulfúrico al 5 %, sobre la plancha de calentamiento durante 10 minutos agitando con movimientos circulares. Al cabo de ese tiempo se separa por decantación la solución sobrenadante, y se lava las virutas dos veces con más solución caliente del ácido sulfúrico para evitar que queden impurezas mecánicas o grasas sobre la superficie de las virutas y en el fondo del vaso. Posteriormente se lava con abundante agua destilada caliente y a continuación se le añade la solución de síntesis compuesta por 75 ml de ácido sulfúrico concentrado disueltos en 250 ml de agua destilada

Se deja reaccionar sobre la plancha de calentamiento, con un calor suave, reponiendo constantemente el volumen que se pierde por evaporación con agua destilada caliente hasta que ya no reaccione más. Se filtra la solución caliente para eliminar las impurezas mecánicas y suciedades que pudieran existir en la solución en ese momento. La solución filtrada se concentra hasta 170 – 180 ml, se deja enfriar un poco y se vierte tibia a la cristalizadota, la cual se le añadió previamente 150 ml de etanol al 98 %. Se deja cristalizar y se separa por decantación el sólido obtenido. Este se procede a disolverlo en 150 ml de agua destilada ligeramente acidulada con 3 ml de ácido sulfúrico concentrado y se deja enfriar dejando que cristalice por 12 horas, al cabo de este tiempo se separan los cristales del líquido sobrenadante por filtración al vacío, se lavan los cristales con solución de etanol al 45 - 50 % y luego con agua destilada ligeramente acidulada. Se secan los cristales primero por expresión con papel de filtro y luego en una desecadora, sobre sílica gel durante 12 horas. Al cabo de este tiempo se pesa hasta masa constante.¹

Determinación de agua de cristalización

Se toma una cápsula de porcelana y se tara. Se mezclan perfectamente en un mortero 3 g de la sal obtenida, previamente secada durante 12 horas sobre sílica gel y un gramo de paratungstato de sodio, la cápsula con este contenido se somete a la estufa durante una hora a la temperatura de 300° C, al cabo de este tiempo se retira de la estufa y se coloca en la desecadora sobre sílica gel durante una hora, y se pesa hasta masa constante.

El por ciento de agua de cristalización (% AC) se calcula dividiendo la masa final obtenida entre la masa inicial y el resultado se multiplica por 100.

Identificación.²

Hierro (II): Ensayo con ferrocianuro de potasio: la solución de 1 g de la sal obtenida en 10 ml de agua, se trata con unas gotas de solución de ferrocianuro de potasio. El ensayo positivo origina un precipitado de color azul intenso, de hexacianoferrato (III) de hierro (II). El precipitado es insoluble en ácido clorhídrico concentrado y forma precipitado blanco con solución de hidróxido de sodio al 10 % que se torna rojo pardo en pocos minutos.²

Sulfatos: La solución de 1 g de la sal obtenida en 10 ml de agua, se trata con unas gotas de cloruro de bario al 10 %, la formación de un precipitado blanco pulverulento es prueba positiva de sulfatos.²

Ensayo para cloruros y arsénico²

Cloruros: Se disuelven 2 g de la sal obtenida en 25 ml de agua destilada, se añaden lentamente 4 ml de ácido nítrico concentrado y se agita hasta que cesan los vapores rojizos de óxido nítrico. Se divide el líquido en dos porciones:

Solución A: se le añaden 0,5 ml de solución de nitrato de plata al 10 %

Solución B: se le añaden 2,5 ml de agua destilada.

Ambas soluciones se agitan y se dejan reposar un minuto, al cabo de este tiempo ambas soluciones deben estar igualmente claras.²

Arsénico: Se disuelve 1 g de la sal obtenida en 10 ml de ácido clorhídrico al 10 %. Se añaden 10 ml de una solución de cloruro de estaño al 10 % y se deja reposar una hora. Cualquier color producido no será más oscuro que el que se produce por una solución idéntica preparada en el momento de la comparación.²

Determinación de pH: Se realiza preparando una disolución de 1 g de la sal obtenida en 10 ml de agua destilada y midiendo el valor directamente con el pHmetro.²

Sustancias insolubles: Se disuelven 10 g de la sal obtenida en 100 ml de agua destilada y se le añaden 3 ml de ácido sulfúrico concentrado. Si queda residuo de la disolución fíltrese y lave el residuo con agua destilada. Secar el residuo a la estufa a 105 ° C por una hora, enfriar en la desecadora por 30 minutos y luego pesar hasta masa constante. La masa residual no debe exceder de 0,003 g.²

Determinación cuantitativa de sulfato de hierro (II): Se disuelven 2 g de la sal obtenida en 25 ml de agua destilada a la que previamente se le añadió 2 ml de ácido sulfúrico, y se procede a valorar con solución de bicromato de potasio 0,1 mol/l, utilizando como indicador externo ferrocianuro de potasio. La cantidad de sulfato de hierro (II) en por ciento, presente en la muestra se determina multiplicando el volumen consumido de bicromato por 1,675.²

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Rendimiento de la síntesis: el rendimiento de la síntesis de sulfato de hierro (II) heptahidratado obtenido en este experimento resultó de un 94%, lo cual indica que el procedimiento empleado, así como las cantidades de los reactivos son correctos, y se encuentra acorde con lo reportado en la literatura.¹

Determinación de agua de cristalización

La determinación de agua de cristalización en el producto obtenido, realizada para corroborar la cantidad de agua que cristalizó en estructura, arrojó como resultado un valor de 45,51 %, valor que se encuentra por encima del valor teórico (45,32 %) en 0,19 %, esto se debe a que siempre cristaliza una pequeña cantidad de agua que no forma parte del estructura y que aparece humedeciendo la muestra de forma imperceptible durante el proceso de secado.

Identificación: Al ser tratada una solución del producto obtenido con la solución de ferrocianuro de potasio se obtuvo una coloración azul intenso, evidencia positiva de la presencia de los iones hierro (II). De igual modo al añadir una solución de cloruro de bario a la solución del producto obtenido se observó un precipitado blanco lo cual resultó un evidencia positiva de la presencia de iones sulfato. Estos resultados confirman que la sal obtenida se corresponde con el sulfato de hierro (II)

Ensayo para cloruros: al comparar las soluciones de ensayo se observó que ambas se mantenía igualmente claras después del tiempo indicado, lo cual constituye la prueba positiva de que el producto obtenido cumple con las exigencias de la U. S. P. 24 para este elemento.

Ensayo para arsénico: de igual forma cuando se realizó la comparación del patrón de referencia con la muestra ensayar se observó que no se produjo ningún color en esta última, y que se mantuvo igualmente clara que el patrón, lo que constituye la prueba positiva de que el producto de síntesis cumple con las exigencias de la U. S. P. 24 para este elemento.

Determinación de pH: la determinación de pH a una solución al 10% del producto obtenido mostró un valor promedio de 3,87, valor que se encuentra en el límite que exige la U. S. P. 24 la cual establece valores de pH no mayores de 4.

Sustancias insolubles: la determinación de las sustancias insolubles en las muestras que fueron sintetizadas arrojaron un valor promedio de 0,0025 g, valor que se encuentran por debajo del estándar que plantea la farmacopea que es 0,005 g

Pureza. Determinación cuantitativa de sulfato de hierro (II): la determinación de la pureza del compuesto obtenido arrojó un valor de 55,75 % de sulfato de hierro (II), valor que se encuentra entre los límites que

establece la farmacopea (54,36 a 57,07 %), lo cual indica la gran calidad del producto sintetizado.

CONCLUSIONES

Se logró sintetizar sulfato de hierro (II) heptahidratado a partir de residuales metálicos de la industria mecánica y ácido sulfúrico comercial de producción nacional con calidad óptima como materia prima y como reactivo para la industria química y farmacéutica según U.S.P. 24.

BIBLIOGRAFÍA.

1. Giral P, Rojal L. Productos químicos y farmacéuticos. Editora Atlante, México, T II, 825, 1986.
2. United State Pharmacopeia. Edición 24. N.J., 245, 2002.