

PRUEBAS LIMITE

Que es una Prueba Limite?



Los Métodos Generales de Análisis (*MGA*) establecen la metodología analítica para identificar y valorar sustancias, *así como pruebas limite* y análisis oficiales, sobre los cuales se basan las monografías contenidas en la FEUM.

Podemos definir a una prueba limite como:

Un ensayo semicuantitativo en el que se verifica que La concentración de una especie no es mayor al valor Limite expresado en La monografía.

Listado de MGA's pruebas limite:

MGA 0111. Prueba Limite de arsénico

MGA 0161. Límite de cloruros

MGA 0451. Prueba limite de hierro.

MGA 0456. Limite de fluoruros

MGA 0461. Prueba limite de fosfatos

MGA 0499. Prueba limite de impurezas
alcalinas en aceite

MGA 0551. Prueba limite de mercurio

MGA 0561. Metales pesados

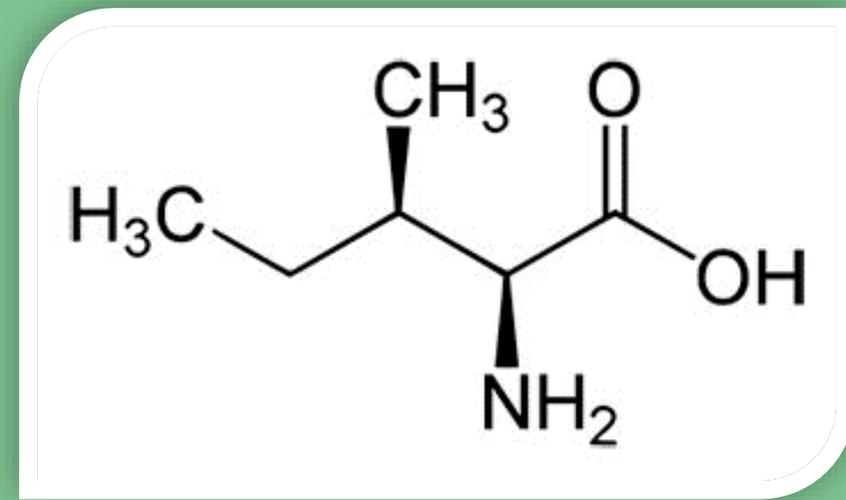
MGA 0721. Prueba limite de plomo

MGA 0801. Prueba limite de selenio

MGA 0811. Pruebas limite de sodio, potasio y
calcio

MGA 0861. Prueba limite de sulfatos

ISOLEUCINA (FEUM 11°Ed. P.1122)



CLORUROS. *MGA 0161.* No mas de 0.05 % .730 mg de la muestra no contiene mas cloruros que los correspondientes a 0.5 mL de SV de acido clorídrico 0.02 N.

SULFATOS. *MGA 0861.* No mas de 0.03 % .330 mg de la muestra no contiene mas sulfatos que los correspondientes a 0.1 mL de SV de acido sulfúrico 0.02 N.

HIERRO. *MGA 0451.* No mas de 30 ppm.

MGA 0161. LIMITE DE CLORUROS.

Esta prueba se basa en la reacción de precipitación de los cloruros presentes en una muestra dada con una solución de nitrato de plata, produciendo un precipitado de color blanco de cloruro de plata, el cual se compara visualmente contra el precipitado producido por una cantidad conocida de cloruros.



Recomendaciones especiales. Utilizar los mismos volúmenes y reactivos, tanto para la solución de la muestra como para la solución de referencia que contiene la cantidad especificada de cloruros.

Adicionar el volumen requerido de SR de nitrato de plata, a las soluciones de la muestra y referencia para efectuar la precipitación del cloruro de plata.

MISMOS VOLUMENES EN MUESTRA Y REFERENCIA

Cuando la monografía individual señala efectuar la prueba a un volumen especificado de solución o de sustancia y el límite para cloruros corresponde a 0.2 mL o menos de solución de ácido clorhídrico 0.02 N, la prueba se realiza con la solución sin diluir. En tales casos se debe mantener la misma relación de volumen, tanto para la solución de referencia como para la solución de la muestra.

Utilizar tubos Nessler del mismo diámetro.

Procedimiento. En un tubo Nessler disolver la cantidad de muestra especificada en la monografía respectiva, con 30 mL o 40 mL de agua y si la sustancia es una solución, se le agrega el agua necesaria para obtener dichos volúmenes. Neutralizar la solución con ácido nítrico, utilizando PI tornasol como indicador.

En otro tubo Nessler se prepara la solución de referencia que sirve de comparación, con la cantidad de solución de ácido clorhídrico 0.02 N especificada en la monografía respectiva y se le adiciona agua a un volumen de 30 mL o 40 mL.



Agregar 1 mL de ácido nítrico y 1 mL de SR de nitrato de plata, tanto al tubo de la muestra como al de referencia y enseguida agua hasta 50 mL. Mezclar y dejar reposar durante 5 min, protegidos de la luz. Observar y comparar que la turbiedad producida por la muestra no sea mayor que la de la *solución de referencia* especificada en la monografía.

Cantidad Soluto
m

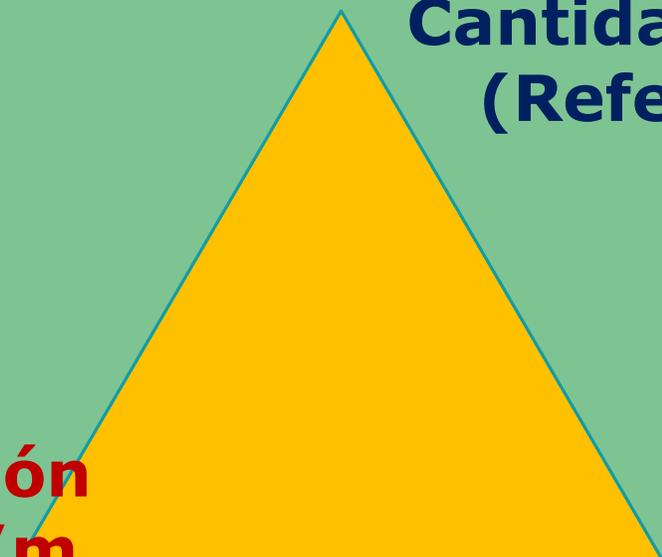
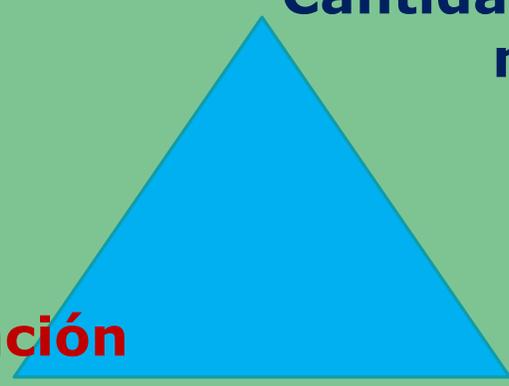
Concentración
% m/m

Cantidad solvente
m

Cantidad de Analito
(Referencia, m)

Concentración
limite %m/m

Cantidad de
Muestra m



Se necesita elaborar dos disoluciones:

- Una es la disolución de referencia y contiene una cantidad (**concentración**) conocida de Cloruros (Analito)
- Y la segunda que contiene la muestra con la condición de que el analito de interés (Cloruros) esta presente en una **concentración** parecida a la disolución de referencia.

Ambas disoluciones serán comparadas.

Solución Referencia \cong Solución Muestra

Concentración Cl en Ref. \cong Concentración Cl en Mta

$$\frac{\text{Cantidad de Cl en Ref.}}{\text{Vol de Ref.}} \cong \frac{\text{Cantidad de Cl en Mta}}{\text{Vol de Mta}}$$

Las condiciones del MGA son emplear el mismo volumen de ambas soluciones.

Entonces si verificamos las cantidades, será suficiente.

Solución de referencia.

Recapitulando la información tenemos:

MGA. En otro tubo Nessler se prepara la solución de referencia que sirve de comparación, con la cantidad de solución de ácido clorhídrico 0.02 N especificada en la monografía respectiva y se le adiciona agua a un volumen de 30 mL o 40 mL.

CLORUROS. *MGA 0161.* No mas de 0.05 %.730 mg de la muestra no contiene mas cloruros que los correspondientes a 0.5 mL de SV de acido clorhídrico 0.02 N.

Esta solución se prepara con 0.5 ml de HCl 0.02N. Calculemos la cantidad de Cl en este volumen de HCl.

$$\begin{aligned} \text{mgCl} &= 0.5 \text{ mlHCl} \times 0.02 \frac{\text{meqHCl}}{\text{ml}} \times \\ &\frac{36.46 \text{ mgHCl}}{1 \text{ meqHCl}} \times \frac{35.46 \text{ mgCl}}{36.46 \text{ mgHCl}} = \mathbf{0.355 \text{ mgCl}} \end{aligned}$$

Solución Muestra:

Esta se prepara de acuerdo al MGA con la cantidad indicada en la monografía:

Procedimiento. En un tubo Nessler disolver la cantidad de muestra especificada en la monografía respectiva,

CLORUROS. No mas de 0.05 % *.730 mg de la muestra* no contiene mas cloruros...

Calculemos la cantidad de Cl que representan el 0.05% de 730 mg:

$$730 \text{ mgMta} \times \frac{0.05 \text{ mgCl}}{100 \text{ mgMta}} = 0.365 \text{ mgCl}$$

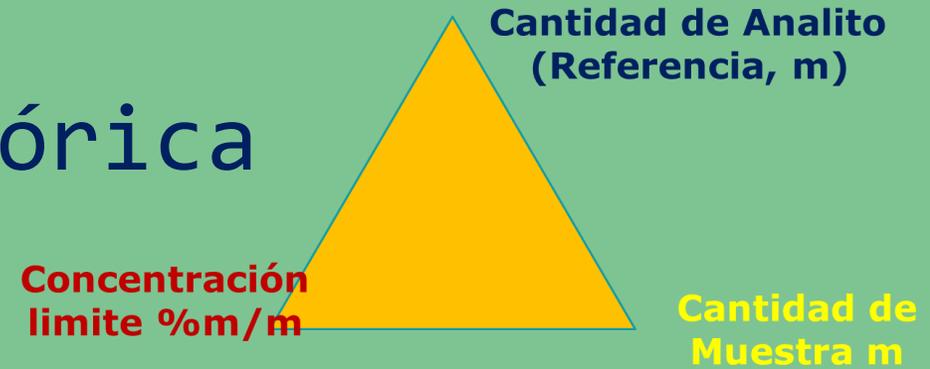
0.355 mg de Cl(ref) \neq 0.365 mg de Cl(Mta)

No se cumple la condición Teórica

Para ajustar las condiciones Analíticas, es mas sencillo corregir el peso de muestra que la cantidad de referencia.

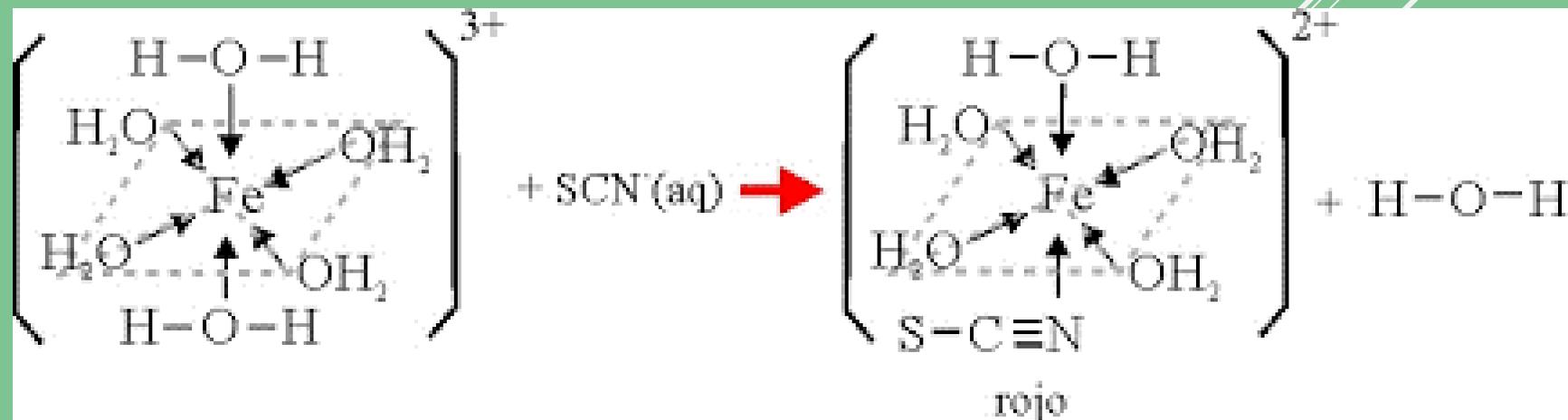
Y Tenemos:

$$0.355 \text{ mg Cl} \times \frac{100 \text{ mg Mta}}{0.05 \text{ mg Cl}} = 710 \text{ mg Mta}$$



MGA 0451. PRUEBA LIMITE DE HIERRO.

Esta prueba esta diseñada para demostrar el contenido de hierro tanto en su forma férrica ... Se basa en la reacción química colorida que ocurre, entre el hierro contenido en la sustancia que se analiza y una solución de tiocianato de amonio, bajo condiciones establecidas. La determinación se realiza por comparación visual de la preparación de la muestra con una solución de control preparada a partir de una solución de referencia de hierro.



Si no se especifica otra cosa en la monografía individual usar el metodo A.

METODO A

Preparacion de referencia de hierro concentrada.

Disolver 863.4 mg de sulfato férrico de amonio $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ en agua, agregar 10 mL de solución de acido sulfúrico 2 N y diluir con agua a 100 mL. Tomar una alícuota de 10 mL de esta solución, colocar en un matraz volumétrico de 1 000 mL, agregar 10 mL de solución de acido sulfúrico 2 N, diluir con agua hasta llevar al aforo y mezclar. Esta solución contiene el equivalente a 0.01 mg (10 μg)/mL de hierro.

Verifiquemos la concentración de Hierro:

$$\text{Conc. Fe} = \frac{863.4 \text{ mg SF e Am}}{100 \text{ ml}} \times \frac{55.85 \text{ mg Fe}}{482.2 \text{ mg SF e Am}}$$

$$\times \frac{10 \text{ ml}}{100 \text{ ml}} = 0.01 \text{ mg Fe/ml}$$

Solución de tiocianato de amonio. Pesar 30 g de tiocianato de amonio, pasar a un matraz volumétrico de 100 ml y llevar al aforo con agua.

Preparación de referencia de hierro diluida. Pasar una alícuota de 1.0 mL de la preparación de referencia de hierro (10 μg de Fe), a un tubo Nessler de 50 mL, diluir con agua a 45 mL, agregar 2 mL de ácido clorhídrico y mezclar.

Preparación de la muestra. Usar la solución preparada como se indica en la prueba para hierro en la monografía individual, o calcular la cantidad, en gramos, de la muestra en análisis por medio de la formula:

$$1.0/(1000 L)$$

Donde:

L = Limite de hierro en por ciento para la muestra en análisis.

Disolver y diluir con agua hasta 45 mL en un tubo Nessler.

Agregar 2 mL de acido clorhídrico y mezclar.

Procedimiento. Agregar a cada uno de los tubos de muestra y de referencia 50 mg de cristales de persulfato de amonio, 3 mL de solución de tiocianato de amonio y mezclar, el color desarrollado en la preparación de la muestra no es mas intenso que el desarrollado en la preparación de referencia



