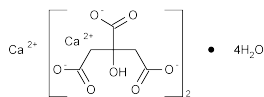


Citrato de Calcio



$C_{12}H_{10}Ca_3O_{14} \cdot 4H_2O$ 570,49
 1,2,3-Propanetricarboxylic acid, 2-hydroxy-, calcium salt
 (2:3), tetrahydrate;
 Citrato de calcio (2:3), tetrahidrato [5785-44-4].

DEFINICIÓN

El Citrato de Calcio contiene cuatro moléculas de agua de hidratación. Cuando se seca a 150° hasta peso constante, contiene no menos de 97,5% y no más de 100,5% de $Ca_3(C_6H_5O_7)_2$.

IDENTIFICACIÓN

• A.

Análisis: Disolver 0,5 g en una mezcla de 10 mL de agua y 2,5 mL de ácido nítrico 2 N. Agregar 1 mL de sulfato mercúrico SR, calentar a ebullición y agregar 1 mL de permanganato de potasio SR.

Criterios de aceptación: Se forma un precipitado blanco.

• B.

Muestra: 0,5 g de Citrato de Calcio

Análisis: Incinerar completamente la *Muestra* a la temperatura más baja posible, enfriar y disolver el residuo en ácido acético glacial diluido (1:10). Filtrar y agregar 10 mL de oxalato de amonio SR al filtrado.

Criterios de aceptación: Se forma un precipitado blanco y voluminoso que es soluble en ácido clorhídrico.

VALORACIÓN

• PROCEDIMIENTO

Solución muestra: Disolver 350 mg de Citrato de Calcio, previamente secado a 150° hasta peso constante, en 12 mL de ácido clorhídrico 0,5 M y diluir con agua hasta aproximadamente 100 mL.

Análisis: Mientras se mezcla la *Solución muestra*, agregar 30 mL de edetato disódico 0,05 M SV desde una bureta de 50 mL. Agregar 15 mL de hidróxido de sodio 1 N y 300 mg de azul de hidroxinaftol y continuar la valoración hasta un punto final azul. Cada mL de edetato disódico 0,05 M equivale a 8,307 mg de citrato de calcio ($Ca_3(C_6H_5O_7)_2$).

Criterios de aceptación: 97,5%–100,5% con respecto a la sustancia seca

IMPUREZAS

• ARSÉNICO, Método I (211)

Preparación de prueba: Disolver 1 g de Citrato de Calcio en 5 mL de ácido clorhídrico 3 N y diluir con agua hasta 35 mL.

Criterios de aceptación: No más de 3 ppm

Eliminar lo siguiente:

• METALES PESADOS, Método I (231)

Preparación de prueba: Disolver 1 g de Citrato de Calcio en una mezcla de ácido clorhídrico y agua (2:20). Agregar 1,5 mL de hidróxido de amonio y diluir con agua hasta 25 mL.

Criterios de aceptación: No más de 20 ppm • (Oficial 01-ene-2018)

• PLOMO (251)

Preparación de prueba: Disolver 0,5 g de Citrato de Calcio en 20 mL de ácido clorhídrico 3 N. Evaporar esta solución en un baño de vapor hasta 10 mL, diluir con

agua hasta 20 mL y enfriar. Usar 5 mL de *Solución Estándar de Plomo Diluida* (5 µg de Pb) para la prueba.

Criterios de aceptación: No más de 10 ppm

• LÍMITE DE FLUORURO

[NOTA—Preparar y almacenar todas las soluciones en envases de plástico.]

Solución madre del estándar: 1000 µg/mL de ión fluoruro, a partir de ER Fluoruro de Sodio USP en agua

Solución estándar: 5 µg/mL de ión fluoruro, a partir de *Solución madre del estándar*. [NOTA—Preparar en el día de su uso.]

Solución de linealidad A: Transferir 1,0 mL de la *Solución estándar* a un vaso de precipitados de plástico de 250 mL. Agregar 50 mL de agua, 5 mL de ácido clorhídrico 1 N, 10 mL de citrato de sodio 1,0 M y 10 mL de edetato disódico 0,2 M. Si fuera necesario, ajustar con hidróxido de sodio 1 N o ácido clorhídrico 1 N a un pH de 5,5. Transferir a un matraz volumétrico de 100 mL y diluir con agua a volumen. Esta solución contiene 0,05 µg/mL de fluoruro.

Solución de linealidad B: Transferir 5,0 mL de *Solución estándar* a un vaso de precipitados de plástico de 250 mL y proceder según se indica en *Solución de linealidad A* comenzando con "Agregar 50 mL de agua,". Esta solución contiene 0,25 µg/mL de fluoruro.

Solución de linealidad C: Transferir 10,0 mL de la *Solución estándar* a un vaso de precipitados de plástico de 250 mL y proceder según se indica en *Solución de linealidad A* comenzando con "Agregar 50 mL de agua,". Esta solución contiene 0,50 µg/mL de fluoruro.

Solución muestra: Transferir 1,0 g de Citrato de Calcio a un vaso de precipitados de 100 mL. Agregar 10 mL de agua y, mientras se mezcla, agregar 10 mL de ácido clorhídrico 1 N. Cuando se disuelva, calentar a ebullición rápidamente durante 1 minuto, transferir la solución a un vaso de precipitados de plástico de 250 mL y enfriar en agua helada. Agregar 15 mL de citrato de sodio 1,0 M y 10 mL de edetato disódico 0,2 M, y ajustar con hidróxido de sodio 1 N o ácido clorhídrico 1 N a un pH de 5,5. Transferir esta solución a un matraz volumétrico de 100 mL y diluir con agua a volumen.

Sistema de electrodos: Usar un electrodo específico indicador de ión fluoruro y un electrodo de referencia de plata-cloruro de plata conectados a un medidor de pH capaz de medir potenciales con una reproducibilidad mínima de ±0,2 mV (ver pH (791)).

Análisis

Muestras: *Solución de linealidad A*, *Solución de linealidad B*, *Solución de linealidad C* y *Solución muestra*

Transferir 50 mL de *Solución de linealidad A*, de *Solución de linealidad B* y de *Solución de linealidad C* a sendos vasos de precipitados de plástico de 250 mL y medir el potencial de cada solución con el *Sistema de electrodos*. Entre cada lectura, lavar los electrodos con agua y absorber el agua residual secando los electrodos con papel secante. Graficar los logaritmos de las concentraciones de fluoruro (0,05; 0,25; y 0,50 µg/mL, respectivamente) en función del potencial para obtener una Línea de respuesta estándar.

Transferir 50 mL de *Solución muestra* a un vaso de precipitados de plástico de 250 mL y medir el potencial con el *Sistema de electrodos*. A partir del potencial medido y de la Línea de respuesta estándar, determinar la concentración, *C*, en µg/mL, del ión fluoruro en la *Solución muestra*. Calcular el porcentaje de fluoruro en la muestra tomada, multiplicando *C* por 0,01.

Criterios de aceptación: No más de 0,003%

• LÍMITE DE SUSTANCIAS INSOLUBLES EN ÁCIDO

Solución muestra: Disolver 5 g de Citrato de Calcio calentando con una mezcla de ácido clorhídrico y agua (10:50) durante 30 minutos.

Análisis: Filtrar, lavar y secar a 105° durante 2 horas el residuo así obtenido.

Criterios de aceptación: El peso del residuo es no más de 10 mg (0,2%).

PRUEBAS ESPECÍFICAS

- **PÉRDIDA POR SECADO** <731>: Secar una muestra a 150° durante 4 horas: pierde entre 10,0% y 13,3% de su peso.

REQUISITOS ADICIONALES

- **ENVASADO Y ALMACENAMIENTO:** Conservar en envases bien cerrados.

- **ESTÁNDARES DE REFERENCIA USP** <11>
ER Fluoruro de Sodio USP