

Pruebas Básicas 2025

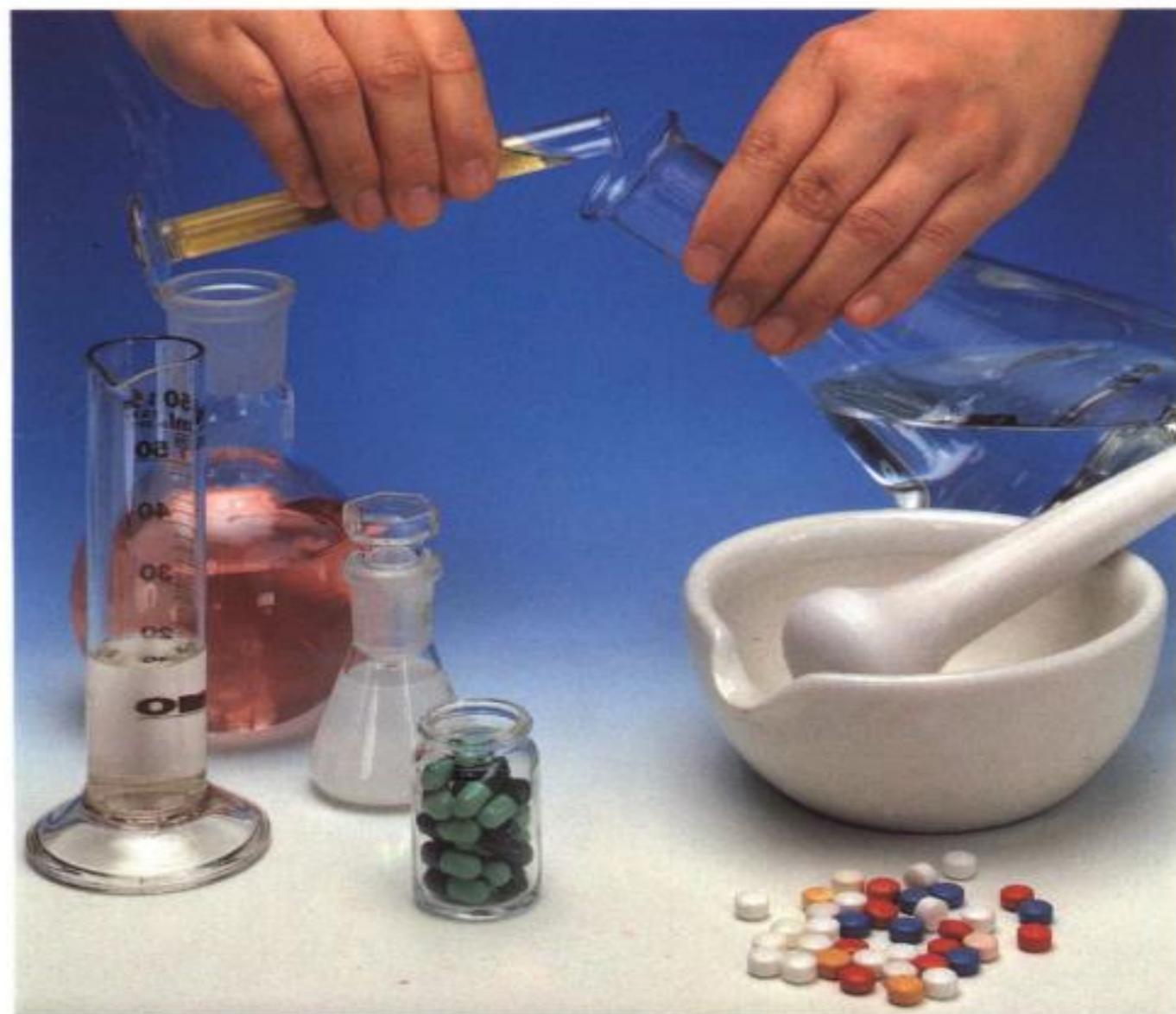
**Garantía de Calidad de
Medicamentos**

**Área Análisis de
Medicamentos FCBYF-UNR**

**Preparado por:
Dr. Rubén M. Maggio**

PRUEBAS BÁSICAS PARA MEDICAMENTOS

Sustancias farmacéuticas,
plantas medicinales
y formas farmacéuticas



Organización Mundial de la Salud
Ginebra

PRUEBAS BÁSICAS

HISTORIA

Pruebas básicas para sustancias farmacéuticas
(OMS, 1986)

Pruebas básicas para formas farmacéuticas
(OMS, 1992, monografías para 150 formas)

Pruebas básicas para medicamentos. Sustancias farmacéuticas, plantas medicinales y formas farmacéuticas (OMS, 1999)

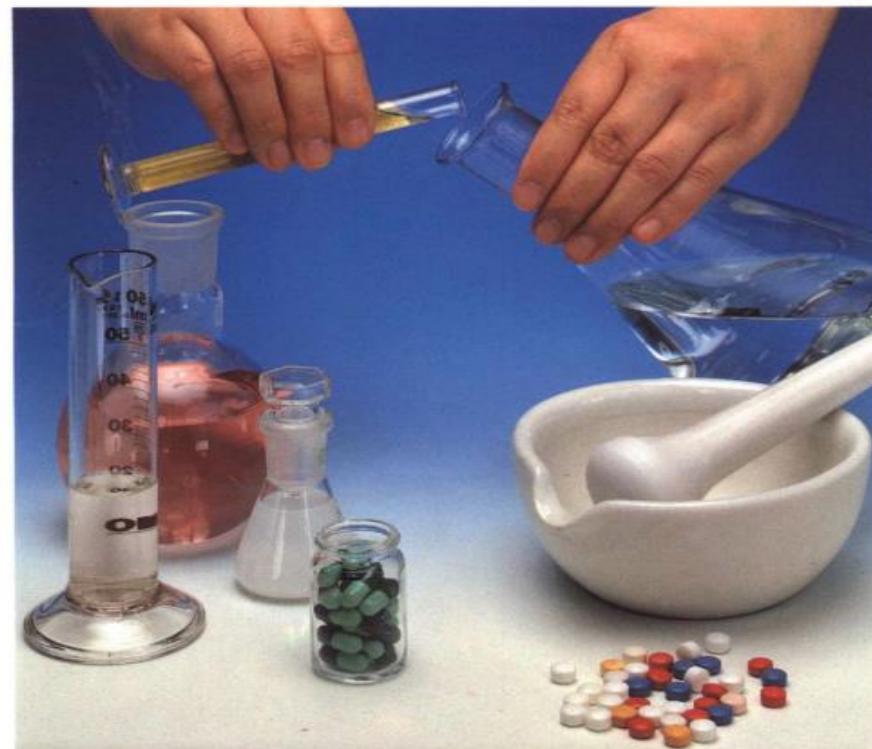
PRUEBAS BÁSICAS

- *Desarrolladas por OMS para aplicarse países en vías de desarrollo*
- *Condiciones de transporte y almacenamientos no del todo controladas*
- *Condiciones climáticas adversas*
- *Puntos de dispensación lejanos a laboratorios de control de calidad*
- *Factibilidad de adulteración*

PRUEBAS BÁSICAS

PRUEBAS BÁSICAS PARA MEDICAMENTOS

Sustancias farmacéuticas,
plantas medicinales
y formas farmacéuticas



Mas de 550 Pruebas para

- IFAs

- Productos Formulados

- 4 productos medicinales de origen
vegetal

OBJETIVOS

- Proporcionar métodos sencillos y fácilmente aplicables para comprobar la identidad de una sustancia medicamentosa
 - cuando la rotulación o las características físicas del producto dan lugar a dudas.
 - cuando no se dispone de un laboratorio totalmente equipado.
 - “utilizando un número limitado de reactivos fáciles de obtener”.
- Advertir la presencia de un deterioro importante en el caso de ciertas sustancias conocidas que en condiciones adversas se descomponen con facilidad.



En climas tropicales con temperaturas elevadas y de alta humedad, las condiciones de estabilidad no son las estipuladas.

Pueden ocurrir degradaciones groseras que atenten contra la seguridad del paciente aun dentro de la fecha de vencimiento.

En que consisten

- **Inspección**

- Se aprovechan las características organolépticas para la evaluación inicial; atributos como el color o cualquier olor característico de la muestra.

- **Determinación de las características de fusión**

- Se describen con especial detalle pues asientan una base sobre la cual no solo se puede confirmar la identidad de una sustancia sino también detectar su posible contaminación (de cualquier origen).

- Punto de Fusión, Comportamiento de Fusión , Determinación de la temperatura eutéctica, Punto Mixto de Fusión y Comportamiento al Calor.

- **Reacciones con desarrollo de Color/Precipitación**

- Técnicas químicas clásicas como reacciones de color, formación de precipitados con reactivos específicos, desprendimiento de gases y su identificación, y comportamiento de la sustancia al calentamiento.

- Puede ser útil para detectar productos de degradación y la presencia de algunas otras impurezas.

Consideraciones

- Para la mayor parte de las sustancias se describen varias pruebas, pero no es preciso aplicarlas todas a una determinada muestra. En la mayor parte de los casos bastara con una prueba relativa a las características de fusión junto con dos reacciones en tubo de ensayo.
- No es imprescindible que las pruebas básicas las pongan en práctica farmacéuticos o químicos graduados sino que pueden quedar a cargo de personas con conocimientos básicos de química analítica, como los que pueden adquirirse en los cursos para auxiliares de farmacia.
- **Existen Otras pruebas Simplificadas como:**
- Técnicas de Cromatografía en Capa Delgada para el análisis de sustancias farmacéuticas desarrolladas por países como EEUU, Japón, Francia, Alemania
- Pruebas de identificación y análisis desarrolladas en Francia, Bélgica para identificación y valoración.

Para Sustancias Farmacéuticas

- Prueba Identidad
- Prueba de Degradación

Para Formas Farmacéuticas

- Descripción
- Preparación de la muestra
- Prueba Identidad
- Prueba de Degradación

Para Plantas Medicinales

- Composición
- Prueba Identidad
 - Descripción
 - Características Macroscópicas
 - Reacciones cromáticas
 - Prueba de Degradación

INSTALACIONES RECOMENDADAS

Un primer paso para crear un laboratorio de este tipo consistiría en establecer las instalaciones adecuadas para realizar pruebas básicas.

Debe contar con las instalaciones mínimas de cualquier laboratorio.

- Infraestructura
- Mobiliario
- Servicios
- Instrumental
- Reactivos

INSTALACIONES RECOMENDADAS

Requisitos generales

- Debe estar bien iluminado, de preferencia con luz natural
- Disponer de aire acondicionado o calefacción en función de las condiciones climáticas
- Las puertas deben abrirse hacia afuera y hay que respetar todas las normas sobre seguridad e incendios
- El suelo debe tener un revestimiento continuo, incombustible y fácil de lavar
- Deben ser lavables las paredes, los muebles y los marcos de ventanas y puertas
- Todos los elementos deben ser de color neutro (blanco o crema muy claro) para facilitar la visualización de las reacciones cromáticas

INSTALACIONES RECOMENDADAS

Mobiliario

- Mesadas contra la pared y resistente a los ácidos, altura que permita utilizarlas tanto de pie como sentado, disponer de cajones y estantes
- Las sillas deben ser resistentes y estables
- Campana de extracción
- Armarios y vitrinas fáciles de mantener y limpiar, resistente a los productos químicos
- Los solventes inflamables y los ácidos minerales concentrados deben guardarse en envases muy bien cerrados de dos litros como máximo. Cantidades mayores deben guardarse en una habitación aparte que se ajuste a los reglamentos locales contra incendios
- Las soluciones de ácidos y amoníaco han de almacenarse por separado y de preferencia en una campana de humos, revestida de azulejos y provista de una puerta de cristal con marco de plástico resistente a ácidos

INSTALACIONES RECOMENDADAS

Servicios

- Todos los circuitos y las instalaciones de agua y gas deben ajustarse a las normas locales de seguridad
- La iluminación artificial no debe proyectar sombras y todos los accesorios eléctricos deben tener una cubierta resistente a los ácidos y solventes
- Si no se dispone de gas, pueden utilizarse hornillos eléctricos equipados con termostatos. La resistencia debe estar perfectamente aislada. Líquidos inflamables deben calentarse al baño María
- Las mesadas deben disponer de toma de agua corriente y fregadero. Las tomas deben tener tres grifos, uno de ellos conectado con la bomba de agua. Las cañerías de desagüe deben ser resistentes a ácidos y solventes.
- El equipo de destilación y el intercambiador de iones deben estar ubicados lejos de la zona de trabajo
- Buena ventilación

REACTIVOS

Los reactivos y el equipo necesarios para las pruebas básicas se han reducido al mínimo, habiendo excluido todo reactivo que pueda ser inestable, corrosivo, costoso, **difícil de obtener**.

Soluciones reactivas y soluciones volumétricas que se mencionan en las pruebas básicas. Los reactivos se distinguen por la abreviatura (R), las soluciones reactivas, por la abreviatura (SR) y las soluciones volumétricas, por la abreviatura (SV).

- Reactivos R
- Soluciones Reactivas SR
- Soluciones Volumétricas SV
(CC: g/L diluyente en general Agua destilada)

**DESARROLLO DE LA
PRUEBAS BÁSICAS**

METODOLOGÍAS

INSPECCIÓN

- La inspección visual debe preceder a cualquier prueba
- En primer lugar se examinan paquetes o envases por si hubieran sufrido algún daño
La etiqueta deba aportar la siguiente información:

Nombre del medicamento	
Potencia, actividad o concentración	
Nombre del fabricante	
Número de lote	Fecha de caducidad

En caso que se haya envasado de nuevo debe figurar el número de control del laboratorio analítico responsable

- Características del contenido, apariencia, color, olor, “sabor”, otros.

INSPECCIÓN

■ Los productos mal envasados, sin etiqueta, con etiqueta estropeada o incompleta deben enviarse a un laboratorio de **X** inspección perfectamente equipado.

■ Defectos más frecuentes:

En tabletas: exceso de polvo, grietas o melladuras, coloración anormal, manchas, presencia de cristales en las paredes del envase o en las propias tabletas

En cápsulas: endurecimiento o reblandecimiento, grietas, aumento del volumen, manchas o coloración anormal de la cubierta.

Producto a granel: Cambio de aspecto (grumos, bloques, cristales muy grandes, humedecimiento), color (oscurecimiento, otro color), olor (S, Acético, Cl, NH₃, otros)

DETERMINACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE FUSIÓN

Determinación del punto de fusión

Definición

El punto de fusión se determina en capilar. “Funde aproximadamente a...” → temperatura a la cual la sustancia se habrá fundido totalmente, indicada por la **desaparición del cuerpo sólido**, se situará en $\pm 4^{\circ}\text{C}$ del valor fijado.

Procedimiento

Se trituran 50 mg de la sustancia. Se coloca en un desecador de vacío y se deja secar durante 24 horas. Se pone en un capilar y se calienta el aparato por debajo de 5 o 10 °C por debajo de la temperatura de fusión y se ajusta de forma que la temperatura en la cámara ascienda a razón de 1°C por minuto. El tubo capilar se pone en la cámara caliente y se anota la temperatura cuando la sustancia se hace totalmente transparente.

DETERMINACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE FUSIÓN

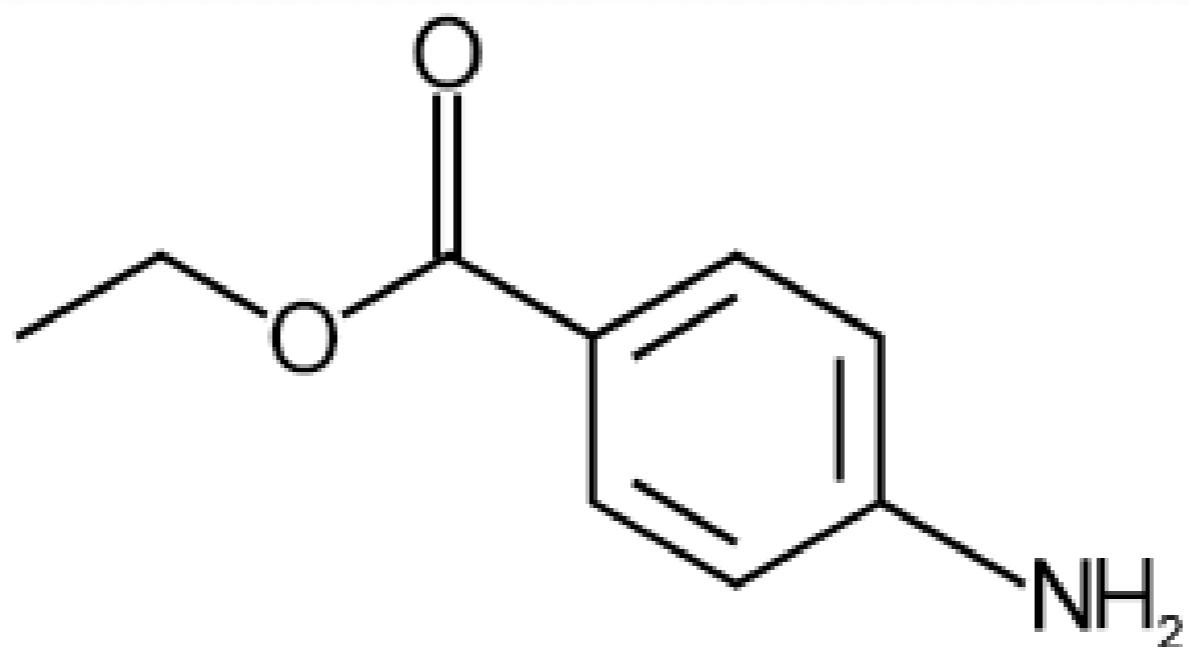
Determinación del punto de fusión

BENZOCAINA

Pruebas de identidad

Descripción. Cristales incoloros o polvo cristalino blanco; inodoro.

Punto de fusión. Aproximadamente 90 °C.



DETERMINACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE FUSIÓN

Comportamiento de fusión

Definición

La expresión “comportamiento de fusión” hace referencia al punto de fusión de sustancias que funden con descomposición. Se utiliza para puntos de fusión de más de 250°C con el fin de indicar que la reproducibilidad del valor puede ser baja

Comentario

Es evidente que la temperatura de descomposición no se puede considerar como una propiedad física de una sustancia pues la cantidad de productos de descomposición y la temperatura de descomposición dependen de la duración del periodo de calentamiento y, por lo tanto, tienen escasa reproducibilidad aún cuando se emplee un procedimiento normalizado

DETERMINACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE FUSIÓN

Comportamiento de fusión

CALCICO, FOLINATO

Descripción. Polvo blanco o blanco cremoso; inodoro.

Nota. Esta sustancia es muy tóxica y se debe manejar con cuidado.

Comportamiento de fusión. Se descompone por encima de 280 °C (vira a marrón) pero no se funde a menos de 320 °C.

BUPIVACAINA, CLORHIDRATO

Descripción. Polvo cristalino blanco; inodoro.

Comportamiento de fusión. Aproximadamente 255 °C, con descomposición.

DETERMINACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE FUSIÓN

Determinación de la temperatura eutéctica

Definición

La temperatura eutéctica se da como un solo valor y designa el comienzo de la fusión.

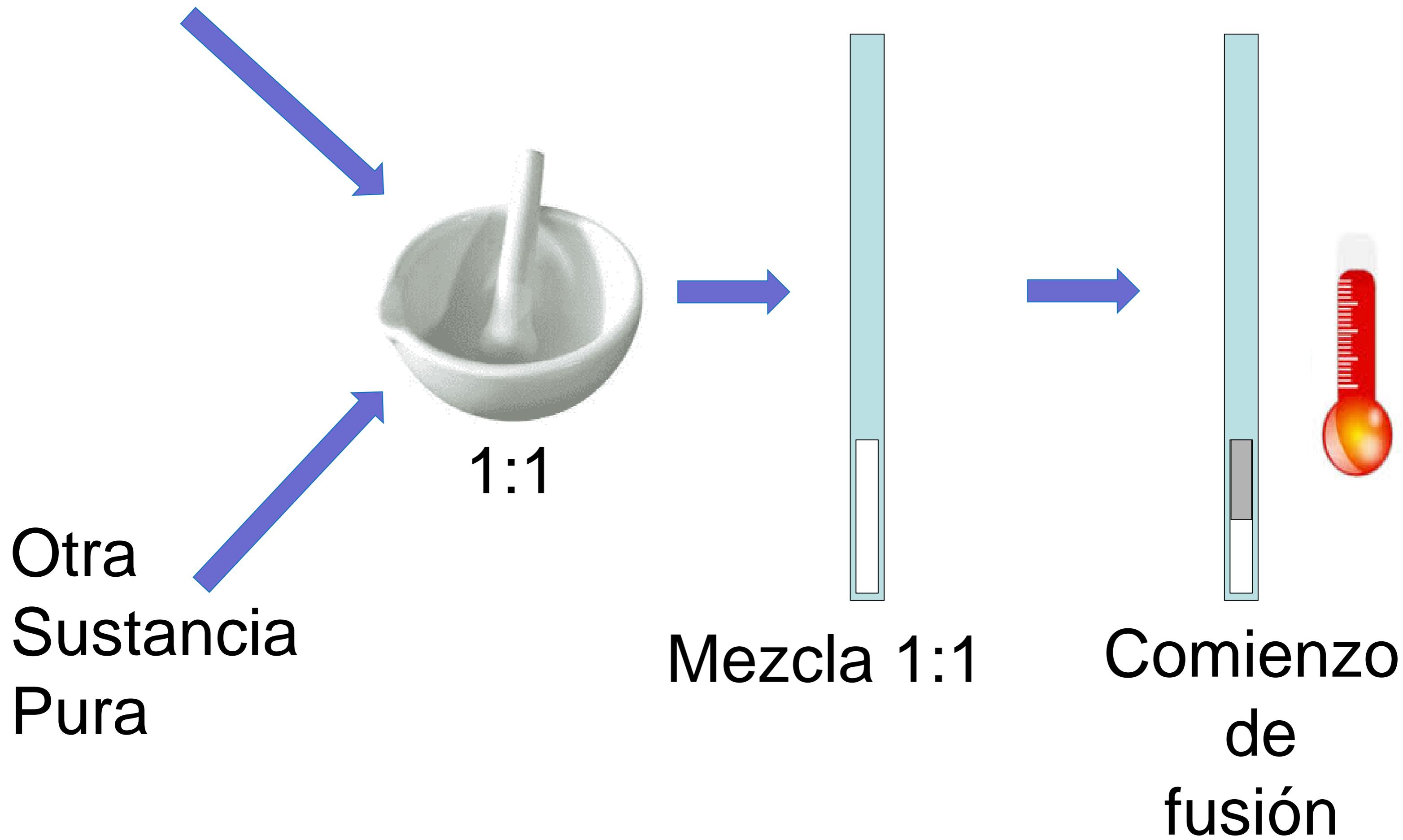
Procedimiento

Se trituran y mezclas partes iguales de las sustancias previamente desecadas luego se procede de igual forma que para la determinación del punto de fusión

Comentario

Se introduce como criterio adicional de identidad. Para las pruebas básicas la determinación se realiza en una proporción constante de 1:1. Durante la determinación de la temperatura eutéctica se observa el comienzo de la fusión, mientras que en la determinación del punto de fusión lo que se observa es el final del proceso

Muestra



DETERMINACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE FUSIÓN

Determinación de la temperatura eutéctica

CALCICO, FOLINATO

Temperatura eutéctica. Con diciandiamida R, aproximadamente 194 °C, con descomposición.

BUPIVACAINA, CLORHIDRATO

Temperatura eutéctica. Con fenolftaleína R, aproximadamente 153 °C.

CINC, UNDECILENATO

Temperatura eutéctica. Con acetanilida R, 101 °C.

DETERMINACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE FUSIÓN

Punto mixto de fusión

Procedimiento

Se llenan tres capilares, uno con la sustancia problema, otro con la sustancia auténtica y el tercero con cantidades iguales de ambas sustancias. Los tres capilares se calientan simultáneamente en el aparato de fusión. El punto de fusión de la mezcla no ha de diferir en más de $\pm 4^{\circ}\text{C}$ de los puntos de fusión de las sustancias aisladas

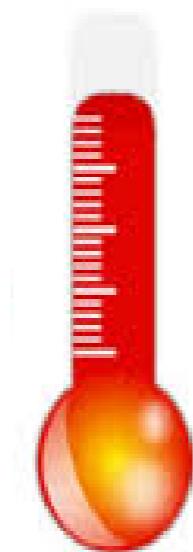
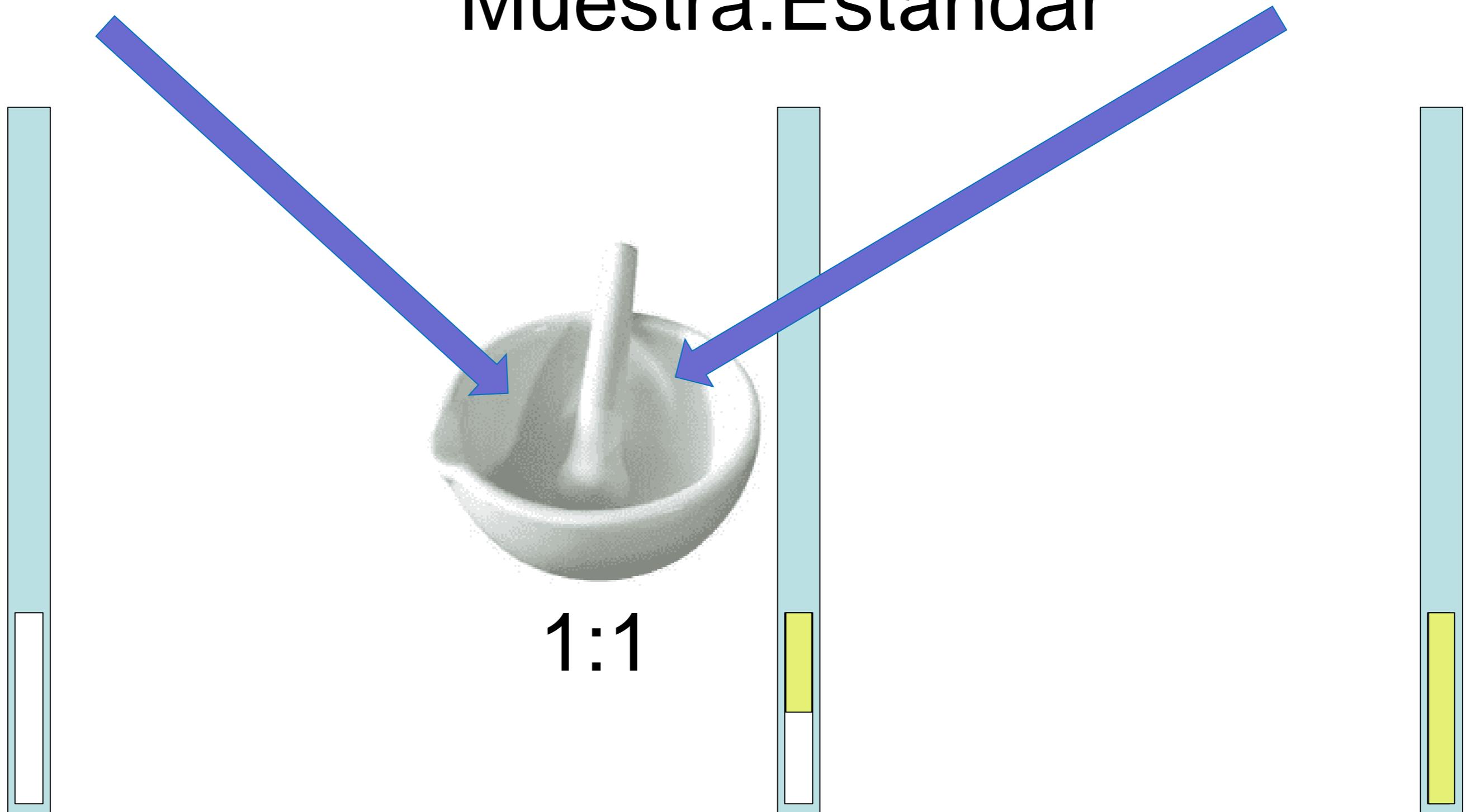
Comentario

Exige la disponibilidad de sustancias de referencia adecuadas
Esta una prueba básica incluido en las Pruebas básicas

Muestra

Mezcla 1:1
Muestra:Estándar

Estándar



Fusión completa
diferencia < 4°C

DETERMINACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE FUSIÓN

Aparato medidor del punto de fusión

Tipos de aparatos

Se puede utilizar cualquier aparato de fusión disponible en el mercado

Calibración de los termómetros

Emplear un termómetro certificado o calibrado frente a otro certificado. También puede comprobarse la exactitud del termómetro midiendo los puntos de fusión de una serie de sustancias de referencia.

Conviene utilizar termómetros que tengan límites estrechos de temperaturas, como 0-100°C, 110-210°C o 200-300°C, si esto no es posible se aplicará un factor de corrección según la fórmula que se da en la Farmacopea Internacional

DETERMINACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE FUSIÓN

Comportamiento con el calor

La expresión se refiere a los fenómenos que se observan en la sustancia (como cambios de color o desprendimiento de gas) cuando, introducida en un tubo de ensayo abierto, se calienta a la llama o en un calentador eléctrico



DETERMINACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE FUSIÓN

Comportamiento con el calor

BENZOCAINA

Comportamiento con el calor. Con una espátula, colóquense algunos mg en una llama no luminosa; se inflama dejando un residuo negro parduzco que desaparece con la combustión prolongada.

ACETAZOLAMIDA

Descripción. Polvo cristalino blanco o casi blanco; inodoro.

Comportamiento de fusión. Aproximadamente 255 °C, sin descomposición.

AMILORIDA, CLORHIDRATO

Comportamiento de fusión. Aproximadamente 292 °C, con descomposición (vira a negro pardusco).

ASCORBICO, ACIDO

Comportamiento con el calor. Caliéntese una pequeña cantidad en un tubo de ensayo; se funde y adquiere un color marrón. El producto fundido tiene un olor semejante al caramelo. Expuesto a la llama, se hincha y arde.

Reacciones con desarrollo de Color

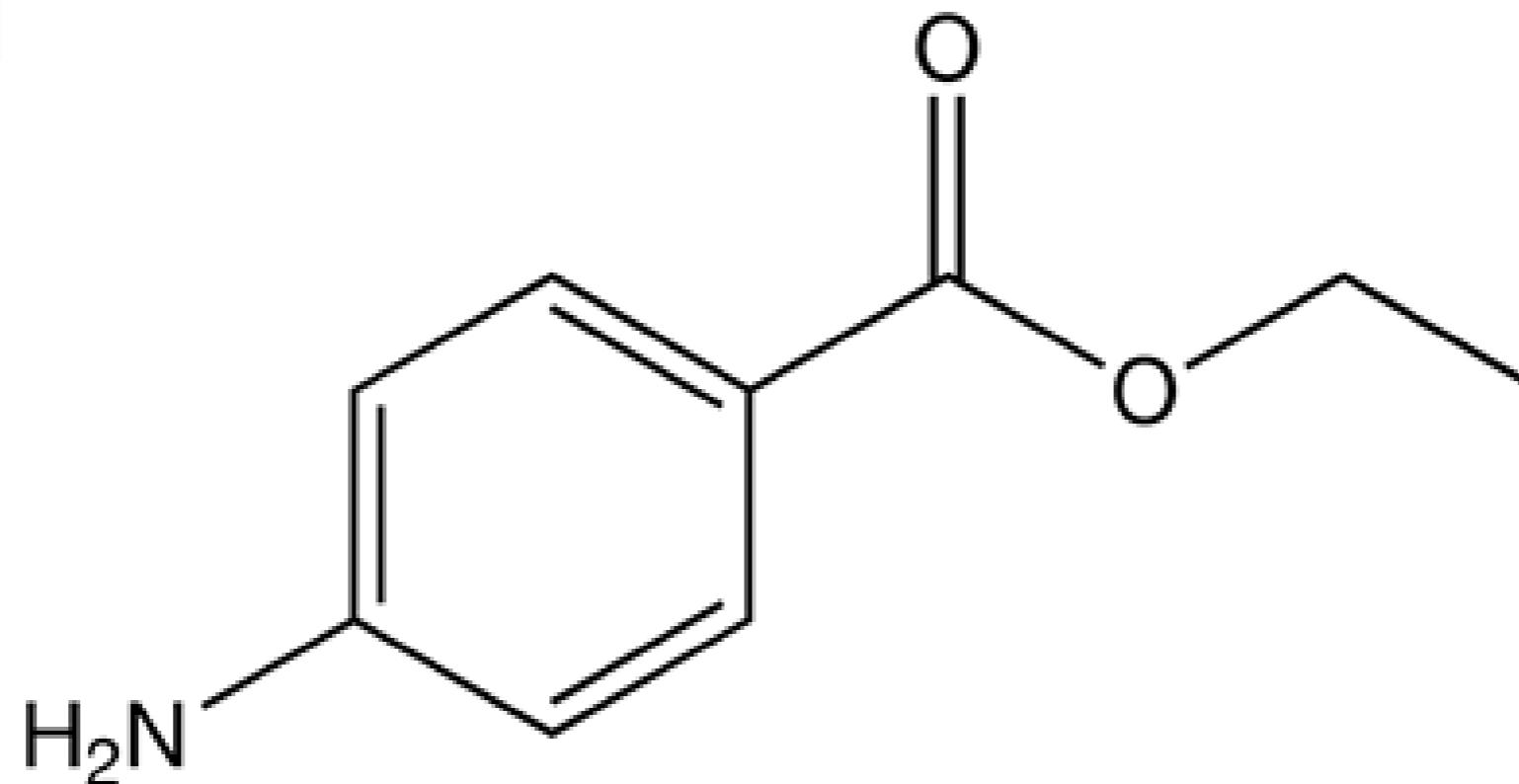
Complejo-Fe	OH Fenol AAS	Fe ³⁺	Rojo-Verde- Azul-Violeta
	2 x OH Fenol ADRENALINA	Fe ²⁺	
Nitrosación	Fenol PARACETAMOL	NaNO ₂ (½ HCl)	400-500 nm (½ alcalino)
Formación de Indofenol Copulación	Fenoles Arilaminas	p-diamino-benceno (½ OH y Cond. Oxidantes)	
Formación de iminas (Bases de Schiff) Adición-eliminación	Arilaminas	p-nitrobenzaldehído u otro Aldehído aromático (½ H ⁺ regulado)	
Diazotación-Copulación	Arilaminas	NaNO ₂ (½ HCl + 5°C) α/β-naftol (pH 5-7)	Rojo-Amarillo
Formación de ácido hidroxámico + Compl- Fe ³⁺	Carboxilo	NH ₂ OH Fe ³⁺	
RedOx con sales de tetrazolio	Esteroides α-cetol lateral	Sal de tetrazolio (½ alcalino, 35°C, atm N ₂ y protegidos de la luz)	485 nm
REACCIÓN DE LA ISONIACIDA	Esteroides 3-ceto	ISONIACIDA	400 nm
REACCIÓN DE ZWIKKER	BARBITÚRICOS	sales de cobalto + ligando neutro	30

Reacciones con desarrollo de Color

BENZOCAINA

Color y otras reacciones

1. Disuélvanse 10 mg en 1,0 ml de ácido clorhídrico (~ 70 g/l) SR y agréguense 2-3 gotas de nitrito sódico recién preparado (10 g/l) SR y una solución de 10 mg de 2-naftol R en 2,0 ml de hidróxido sódico (~ 80 g/l) SR; aparece un color rojo. Gota a gota, agréguese ácido clorhídrico (~ 70 g/l) SR; se separa un precipitado rojo.
2. A 0,05 g agréguense 1-2 gotas de ácido clorhídrico (~ 70 g/l) SR y a continuación disuélvase en 1,0 ml de agua. Agréguense 1-2 gotas de ioduro potásico mercúrico SR; no se produce turbiedad ni precipitado.
3. Disuélvanse 20 mg en 2-3 ml de hidróxido sódico (~ 80 g/l) SR y hiérvase; no se percibe ningún olor.



ÁCIDO ACETILSALICÍLICO

Pruebas de identidad

Descripción. Cristales incoloros o polvo cristalino blanco; inodoro o casi inodoro.

Temperatura eutéctica. Con acetanilida R, aproximadamente 85 °C.

Comportamiento con el calor. Caliéntese una pequeña cantidad en un tubo de ensayo; se funde rápidamente. El producto fundido desprende un fuerte olor a ácido acético. Si se sigue calentando, el color del fundido cambia de amarillo a marrón, y finalmente a negro.

Color y otras reacciones

Caliéntense 0,05 g en 2,0 ml de agua durante varios minutos, enfriese y añádanse 1-2 gotas de cloruro férrico (25 g/l) SR; aparece un color rojo violado, que no se modifica al añadir etanol (~ 750 g/l) SR.

Prueba de degradación

Una degradación importante se pone generalmente de manifiesto por un fuerte olor a ácido acético al abrir el recipiente de la sustancia problema o porque ésta no satisface la siguiente prueba:

Disuélvanse 0,10 g en un volumen de etanol (~ 750 g/l) SR suficiente para obtener 50 ml, y transfíranse 5 ml a un tubo de comparación. Para utilizarlo como referencia, disuélvanse por separado 10 mg de ácido salicílico R en un volumen de etanol (~ 750 g/l) SR suficiente para obtener 100 ml. Transfiérase 1,0 ml de esta solución a un segundo tubo de comparación y añádanse 4 ml de etanol (~ 750 g/l) SR. Añádanse 15 ml de agua a ambos tubos. Dilúyase por separado 1,0 ml de cloruro férrico (25 g/l) SR a 5 ml y transfíranse a ambos tubos 0,05 ml de esta solución de reactivo. A continuación se mezcla y se deja reposar durante 1 minuto. El color violeta de la solución de la sustancia problema no ha de ser más intenso que el obtenido con la solución de referencia.

ACETILSALICILICO, ACIDO (TABLETAS)

Descripción. En general, cada tableta contiene 100-500 mg de ácido acetilsalicílico.

Preparación de la muestra

1. Pésese 1 tableta y calcúlese la cantidad equivalente a 20 mg de ácido acetilsalicílico.
2. Tritúrense las tabletas necesarias, pésese la cantidad equivalente antes calculada de material pulverizado y utilícese directamente como sustancia problema.

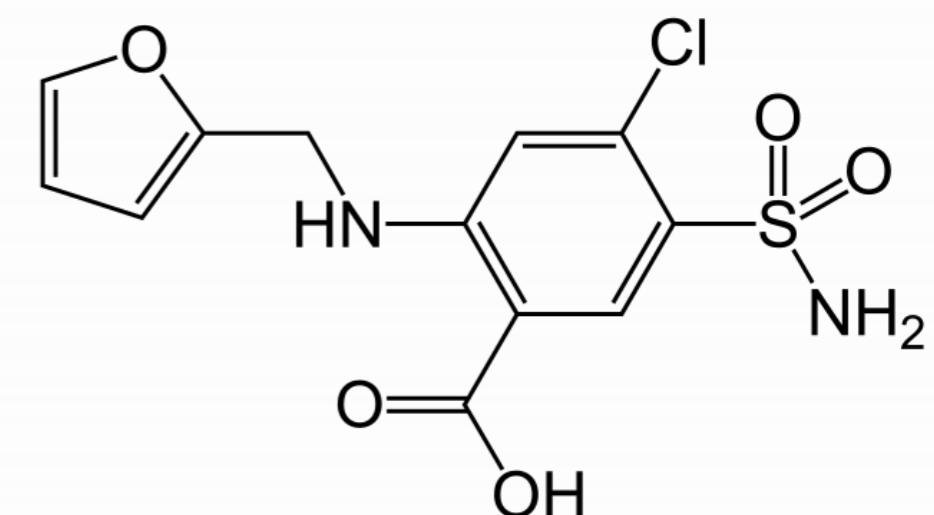
Pruebas de identidad

Comportamiento con el calor. Caliéntese una pequeña cantidad de la sustancia problema en un tubo de ensayo; el producto fundido desprende un fuerte olor a ácido acético. Si se sigue calentando, su color vira de amarillo a marrón, y luego a negro.

Reacciones cromáticas y de otro tipo

1. Transfiérase la mitad de la sustancia problema restante después de la prueba de calentamiento a una placa blanca de prueba o a un vidrio de reloj colocado sobre fondo blanco y añádase 1 gota de cloruro férrico (25 g/l) SR; no aparece color violeta.
2. Colóquese la mitad de la sustancia problema restante después de la prueba de calentamiento sobre una placa blanca de prueba o un vidrio de reloj colocado sobre fondo blanco y añádase 1 gota de hidróxido potásico/etanol SR. Después de 1 minuto añádase 1 gota de cloruro férrico (25 g/l) SR; aparece un color violeta.

FUROSEMIDA



Pruebas de identidad

Descripción. Polvo cristalino blanco o casi blanco; inodoro.

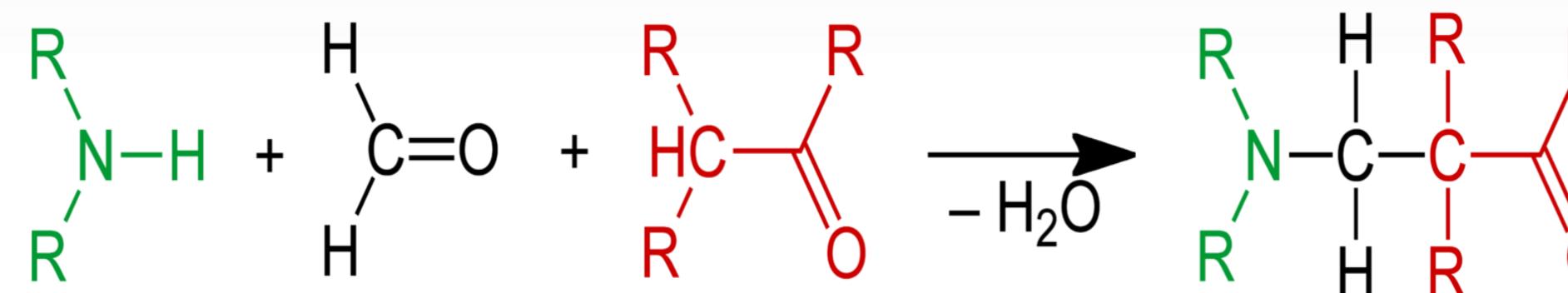
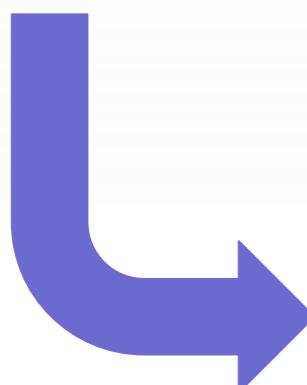
Temperatura eutéctica. Con diciandiamida R, aproximadamente 174 °C, con ligera descomposición.

Color y otras reacciones

1. Disuélvanse 25 mg en 2,5 ml de etanol (~ 750 g/l) SR y agréguense unos 2 ml de 4-dimetilaminobenzaldehído SR, gota a gota; aparece una coloración verde transitoria que vira a rojo intenso.

2. a) Agréguense unos 5 mg a una solución de 5 mg de paraformaldehído R en 1 ml de ácido sulfúrico (~ 1760 g/l) SR; se forma una suspensión de color amarillo intenso.

b) Caliéntese la suspensión de la prueba 2 a) en baño de María durante 5 minutos; aparece un color marrón rojizo.



FUROSEMIDA (INYECTABLE)

Descripción. El inyectable es una solución estéril que contiene generalmente 10 mg de furosemida en 1,0 ml de un vehículo adecuado.

Preparación de la muestra. Reúnase el contenido de varias ampollas para obtener el equivalente de 40 mg de furosemida, evapórese hasta sequedad en baño María, agréguese al residuo 10 ml de acetona R sin dejar de agitar, y filtrese. Evapórese hasta sequedad el filtrado en baño María y utilícese el residuo como sustancia problema.

Pruebas de identidad

Reacciones cromáticas y de otro tipo

1. Añádanse 25 mg de la sustancia problema 5 ml de etanol (~750 g/l) SR, caliéntese en baño María durante 2 ó 3 minutos y agréguese 3,0 ml de 4-dimetilaminobenzaldehido SR sin agitar; aparece un color verde amarillo que vira a rojo en sentido ascendente desde el fondo del tubo de ensayo.
2. Disuélvanse 5 mg de paraformaldehido R en aproximadamente 1 ml de ácido sulfúrico (~1760 g/l) SR y agréguese 5 mg de la sustancia problema; aparece un color amarillo (consérvese esta solución para la prueba 3).
3. Caliéntese la solución que quedó de la prueba 2 en baño María durante 5 minutos; el color vira a marrón rojizo. Añádanse cuidadosamente 10 ml de agua; el color vira a verde claro.

FUROSEMIDA (TABLETAS)

Descripción. En general, cada tableta contiene 40 mg de furosemida.

Preparación de la muestra

1. Pésese 1 tableta y calcúlense las cantidades equivalentes a 40 mg y 5 mg de furosemida.
2. Tritúrense las tabletas necesarias, pésense las cantidades equivalentes antes calculadas de material pulverizado y utilícese directamente 40 mg como sustancia problema 1 y 5 mg como sustancia problema 2.
3. Agítese la sustancia problema 1 con 10 ml de etanol (~750 g/l) SR, filtrese y utilícese el filtrado como solución problema.

Pruebas de identidad

Reacciones cromáticas y de otro tipo

1. Añádanse a 5 ml de la solución problema 2,0 ml de 4-dimetilaminobenzaldehido SR; aparece un color rojo intenso.
2. Disuélvanse 5 mg de paraformaldehído R en 1 ml de ácido sulfúrico (~1760 g/l) SR y agréguese la sustancia problema 2; aparece un color amarillo intenso con un tinte parduzco (consérvese esta solución para la prueba 3).
3. Caliéntese en baño María durante 5 minutos la solución obtenida en la prueba 2; el color vira a marrón rojizo.

IPECACUANA (RAÍZ)

Composición. Se llama raíz de ipecacuana a los rizomas y raíces desecados del arbusto *Cephaelis ipecacuanha* (Brotero) A. Richard (familia *Rubiaceae*) o *C. acuminata* Karsten, o una mezcla de ambas especies. Sus principales alcaloides son la emetina y la cefaelina.

Pruebas de identidad

Descripción: olor suave; sabor amargo, acre y nauseabundo.

Características macroscópicas

C. ipecacuanha. Color entre rojo ladrillo oscuro y pardo muy oscuro. Es una raíz ligeramente tortuosa, que rara vez mide más de 15 cm de longitud y 6 mm de diámetro; la raíz presenta una apretada anulación externa, con una serie de cordoncillos circulares que la ciñen por completo. La fractura es seca en la corteza y astillada en la madera central; en el corte transversal se aprecia una gruesa corteza grisácea y una pequeña porción central de madera densa y uniforme. Los rizomas, unidos a las raíces, son cortos, de forma cilíndrica y hasta 2 mm de diámetro, con finas arrugas longitudinales; la médula ocupa alrededor de la sexta parte del diámetro total.

C. acuminata. Su aspecto general es muy parecido al de la raíz de *C. ipecacuanha*, pero difiere en los siguientes puntos: mide con frecuencia hasta 9 mm de diámetro; su superficie exterior es de color pardo grisáceo o pardo rojizo, con cordoncillos transversales más separados entre sí (1-3 mm). Estos cordoncillos miden entre 0,5 y 1 mm de ancho y apenas rodean la mitad de la circunferencia, ocultándose sus extremos entre el resto de la superficie.

Reacciones cromáticas y de otro tipo

1. Redúzcase la raíz a polvo grueso, mézclense 0,05 g con unos 2 ml de ácido clorhídrico (~420 g/l) SR y una gota de peróxido de hidrógeno (~330 g/l) SR, y caliéntese la mezcla; aparece un color anaranjado (rubremetina).
2. Redúzcase la raíz a polvo grueso, mézclense unos 0,2 g con unas dos gotas de amoniaco (~260 g/l) SR y 2 ml de diclorometano R, agítense y filtrese. Evapórese hasta sequedad aproximadamente 1 ml del filtrado (el resto se reserva para la tercera prueba), disuélvase el residuo en unos 0,2 ml de agua, y agréguese tres gotas de yodobismutato potásico/ácido acético SR; se forma un precipitado anaranjado.

3. Agréguese 0,5 ml de etanol (~750 g/l) SR al filtrado sobrante de la segunda prueba, y transfírase a un tubo de ensayo pequeño (100 x 10 mm). Introdúzcase verticalmente en el tubo de ensayo una tira de papel de filtro (100 x 6 mm), y déjese que la disolución ascienda 70 mm. Séquese al aire la tira de papel, expóngase a vapores de yodo durante 30 segundos y obsérvese después con luz ultravioleta a 365 nm; aparece una fluorescencia azulada.

Prueba de degradación

Cualquier cambio de color de la sustancia problema suele ser indicativo de degradación importante.

PRUEBAS BÁSICAS

Plantas Medicinales

PRUEBAS BÁSICAS

Plantas Medicinales

SEN (FRUTO)

Composición. El llamado sen de Alejandría o sen español es el fruto maduro desecado de *Cassia senna* L. (*C. acutifolia* Delile); el llamado sen de la India es el fruto maduro desecado de *C. angustifolia* Vahl.

Pruebas de identidad

Descripción: olor, ligero; gusto, primero mucilaginoso y dulce, después ligeramente amargo.

Características macroscópicas

Vainas muy finas y planas, de forma oblonga o arriñonada y color entre verde amarillento y pardo amarillento, con una zona central castaño oscuro.

Fruto del sen de Alejandría. De color entre verde claro y verde grisáceo; las vainas, que miden de 35 a 60 mm de longitud y de 20 a 25 mm de ancho, presentan un saliente puntiagudo en un extremo, contienen 6 ó 7 semillas obovadas de color verde o castaño claro, con crestas longitudinales muy marcadas en la testa o cubierta externa del tegumento.

Fruto del sen de la India. De color entre castaño y negro grisáceo; las vainas, que miden de 40 a 50 mm de longitud y de 14 a 18 mm de ancho, presentan un saliente puntiagudo en un extremo, contienen hasta 10 semillas obovadas de color verde o castaño claro, con crestas transversales poco marcadas en la testa o cubierta externa del tegumento.

Reacciones cromáticas y de otro tipo

Antes de efectuar las pruebas, reduzcanse los frutos de sen a polvo fino.

1. Mézclense unos 0,2 g del fruto pulverizado con 5 ml de ácido clorhídrico (~250 g/l) SR, y caliéntese la mezcla durante 2 minutos. Enfríese y filtrese, agítense el filtrado con 5 ml de tolueno R, y evapórese hasta sequedad 1 ml del extracto amarillento de tolueno. Disuélvase el residuo en 0,5 ml de amoniaco (~100 g/l) SR, y caliéntese la disolución; aparece un color entre rosado y violeta rojizo.
2. Sin agitar, espárzanse 10 mg del fruto pulverizado sobre la superficie de aproximadamente 1 ml de ácido sulfúrico (~1760 g/l) SR; al cabo de 5 minutos aparece un color parduzco (la aparición de otros colores, como el rojo, indica la presencia de otras especies: *C. auriculata* L., *C. goratensis* Fres.).

Prueba de degradación

Cualquier cambio de color de la sustancia problema suele ser indicativo de degradación importante.

SEN (HOJAS)

Composición. Hojas desecadas de *Cassia senna* L. (*C. acutifolia* Delile; sen de Alejandría o sen español), *C. angustifolia* Vahl (sen de la India) o ambas especies.

Pruebas de identidad

Descripción: olor, ligero; gusto, primero mucilaginoso y dulce, después ligeramente amargo.

Características macroscópicas

Hojas del sen de Alejandría. Hojitas finas y frágiles de color verde grisáceo y forma lanceolada, con un pequeño mucus en su extremo, de 20 a 40 mm de longitud y de 5 a 15 mm de anchura; su anchura máxima se alcanza en un punto situado ligeramente por debajo del centro; su limbo es ligeramente ondulante; ambas superficies se hallan cubiertas de tricomas cortos y finos; hojas pinatinervias, con un nervio central ligeramente prominente y nervios laterales que salen de él con un ángulo aproximado de 60° y se anastomosan para formar una cresta paralela al borde.

Hojas del sen de la India. Hojitas de color verde amarillento, alargadas y lanceoladas, de 25 a 50 mm de longitud y de 7 a 20 mm de anchura en el centro; su lámina es plana; ambas superficies son suaves, con muy pocos tricomas, y presentan líneas impresas oblicuas o transversales.

Reacciones cromáticas y de otro tipo

Antes de efectuar las pruebas, redúzcanse las hojas de sen a polvo fino que pueda atravesar un tamiz del nº 45 (0,045 mm).

1. Agréguese 10 ml de etanol (~375 g/l) SR a 0,5 g de las hojas pulverizadas, caliéntese al baño de María durante 5 minutos y fíltrese todavía caliente. Agréguese al filtrado aproximadamente 1 ml de ácido clorhídrico (~420 g/l) SR, caliéntese al baño de María durante 10 minutos y enfríese. Mézclese con 5 ml de acetato de etilo R, agítense y déjese reposar. Sepárese la capa de acetato de etilo, agréguese 2 ml de bicarbonato sódico (40 g/l) SR, y agítense; en la capa acuosa aparece un color amarillo rojizo. Extráigase la capa de acetato de etilo, agréguese una gota de peróxido de hidrógeno (~330 g/l) SR y caliéntese al baño de María; el color de la disolución vira a rojo.
2. Caliéntense 0,10 g de las hojas pulverizadas con 10 ml de agua al baño de María durante 30 minutos, y fíltrese. Agréguese al filtrado una gota de ácido clorhídrico (~420 g/l) SR, agítese con dos cantidades (de 5 ml cada una) de diclorometano R, y deséchese la capa de diclorometano. Agréguese carbonato sódico (50 g/l) SR para ajustar el pH de la capa acuosa, con ayuda del papel indicador, entre 7 y 8. Agréguese 10 ml de una disolución de 4 ml de cloruro férrico (25 g/l) SR en 6 ml de agua, mézclese y caliéntese al baño de María durante 20 minutos. Agréguese aproximadamente 1 ml de ácido clorhídrico (~420 g/l) SR, y sígase calentando durante 20 minutos más, agitando el frasco con frecuencia. Fíltrese, extráigase el filtrado con 10 ml de diclorometano R, evapórese hasta sequedad el extracto de diclorometano sobre un baño de María, y disuélvase el residuo en 2 ml de hidróxido potásico (~55 g/l) SR; aparece un color rojo anaranjado.
3. Sin agitar, espárzanse 10 mg de las hojas pulverizadas sobre la superficie de aproximadamente 1 ml de ácido sulfúrico (~1760 g/l) SR; al cabo de 5 minutos

PRUEBAS BÁSICAS

Plantas Medicinales