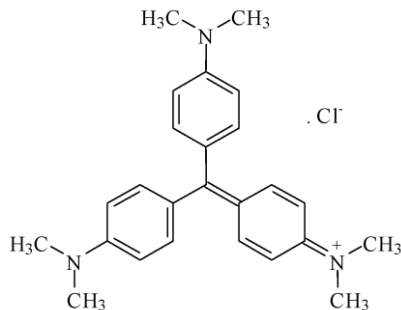


1
2
3 **VIOLETA DE GENCIANA**
4



7 $C_{25}H_{30}ClN_3$ PM: 408,0
8 548629

9 **Definición** - Violeta de Genciana es
10 Cloruro de *N*-[4-[bis[4(dimetilamino)-
11 fenil]metileno]-2,5-ciclohexadien-1-ilideno]-
12 *N*-metil-metanamonio. Debe contener no
13 menos de 96,0 por ciento y no más de 100,5 por
14 ciento de $C_{25}H_{30}ClN_3$, calculado sobre la
15 sustancia anhidra y debe cumplir con las
16 siguientes especificaciones.

17 **Caracteres generales** - Polvo verde oscuro
18 o verdusco. Presenta brillo metálico.
19 Moderadamente soluble en agua; soluble en
20 alcohol, glicerina y cloroformo; insoluble en
21 éter.

22 **Precaución** - Irritante de la piel y de los
23 ojos. No ingerir.

24 **CONSERVACIÓN**

25 En envases bien cerrados.

26 **ENSAYOS**

27 **Identificación**

28 **A** - Espolvorear alrededor de 1 mg de
29 Violeta de Genciana en 1 mL de ácido
30 sulfúrico: se debe disolver en el ácido
31 produciendo un color anaranjado o rojo
32 pardusco. Cuando esta solución se diluye
33 cuidadosamente en agua, se debe tornar color
34 marrón, luego verde y finalmente azul.

35 **B** - Disolver alrededor de 20 mg de Violeta
36 de Genciana en 10 mL de agua y agregar
37 5 gotas de ácido clorhídrico. A 5 mL de esta
38 solución agregar ácido tánico (SR) gota a gota:
39 se debe producir un precipitado azul profundo.

40 **C** - Al resto de la solución preparada para
41 el ensayo de *Identificación B*, agregar alrededor

42 de 500 mg de zinc en polvo y calentar la
43 mezcla: se debe producir una rápida
44 decoloración. Colocar una gota de la solución
45 decolorada al lado de una gota de hidróxido de
46 amonio 6 N en un papel de filtro: se debe
47 producir una coloración azul en la zona de
48 contacto.

49 **Determinación de agua** <120>

50 *Titulación volumétrica directa* - No más de
51 7,5 %.

52 **Determinación del residuo de ignición**

53 <270>

54 No más de 1,5 %.

55 **Sustancias insolubles en alcohol**

56 Pesar exactamente alrededor de 1,0 g de
57 Violeta de Genciana, calentar a ebullición con
58 50 mL de alcohol bajo un condensador de
59 reflujo durante 15 minutos, filtrar a través de un
60 crisol filtrante previamente pesado, lavando el
61 residuo en el filtro con alcohol caliente hasta
62 que el último lavado no sea de color violeta y
63 secar el crisol a 105 °C durante 1 hora: no se
64 debe obtener más de 1,0 % de residuo insoluble.

65 **Límite de arsénico** <540>

66 *Método I* - Mezclar 300 mg de Violeta de
67 Genciana con aproximadamente 2,5 g de nitrato
68 de potasio y 2,5 g de carbonato de sodio anhidro
69 pulverizado y calentar la mezcla en un crisol
70 hasta que la sustancia orgánica se oxide
71 completamente. Disolver el residuo enfriado en
72 15 mL de ácido sulfúrico 2 N y evaporar la
73 solución mediante calentamiento hasta que
74 comience a desprender abundante humo blanco.
75 Disolver el residuo en 35 mL de agua. El límite
76 es 0,001 %.

77 **Límite de plomo** <600>

78 Transferir 1,0 g de Violeta de Genciana a un
79 matraz de Kjeldahl, agregar 5 mL de ácido
80 sulfúrico e insertar un embudo pequeño en el
81 matraz. Rotar suavemente el matraz hasta que
82 el ácido sulfúrico haya humedecido
83 completamente el Violeta de Genciana, luego
84 calentar suavemente hasta que se produzca una
85 total carbonización. Dejar enfriar y agregar en
86 cantidades pequeñas 5 mL de ácido nítrico.
87 Calentar suavemente hasta que se desprenda
88 abundante humo blanco. Dejar enfriar, agregar
89 5 mL más de ácido nítrico y calentar
90 nuevamente hasta que se produzca humo
91 blanco. Dejar enfriar, agregar con cuidado
92 aproximadamente 25 mL de agua y calentar a
93 ebullición durante unos pocos minutos. Enfriar,
94 neutralizar frente al papel tornasol con

95 hidróxido de amonio y agregar 5 mL de ácido
96 nítrico. Transferir la solución a un matraz
97 aforado de 100 mL, completar a volumen con
98 agua y mezclar. Emplear 20 mL de esta
99 solución en el ensayo de *Límite de plomo*.
100 Realizar una determinación con un blanco y
101 hacer las correcciones necesarias. El límite es
102 0,003 %.

103 **Zinc**

104 *Solución madre del estándar* - Pesar
105 exactamente alrededor de 1,0 g de zinc,
106 transferir a un matraz aforado de 1 litro, agregar
107 50 mL de ácido nítrico y mezclar hasta disolver.
108 Completar a volumen con agua y mezclar.

109 *Solución estándar* - Diluir la *Solución*
110 *madre del estándar* con agua hasta obtener una
111 solución de aproximadamente 0,5 µg de zinc
112 por mL.

113 *Solución muestra* - Pesar exactamente
114 alrededor de 0,5 g de Violeta de Genciana en un
115 crisol previamente pesado. Colocar en un
116 aparato de incineración de plasma a baja
117 temperatura e incinerar hasta lograr un peso
118 constante. Transferir 10 mL de ácido nítrico
119 6 N a un crisol y calentar hasta disolver las
120 cenizas. Transferir la solución a un matraz
121 aforado de 500 mL, completar a volumen con
122 agua y mezclar.

123 *Blanco de reactivos* - Proceder según se
124 indica para *Solución muestra*, excepto que no
125 debe emplearse Violeta de Genciana.

126 *Procedimiento* - Determinar las
127 absorbancias de la *Solución estándar*, la
128 *Solución muestra* y el *Blanco de reactivos* en la
129 línea de emisión de zinc a 213,9 nm, con un
130 espectrofotómetro de absorción atómica (ver
131 440. *Espectrofotometría de absorción y emisión*
132 *atómica*), equipado con una lámpara de zinc y
133 una llama de aire-acetileno empleando agua
134 como blanco. La absorbancia obtenida a partir
135 de la *Solución muestra*, corregida por la del
136 *Blanco de reactivos*, no debe ser mayor que la
137 obtenida con la *Solución estándar*, corregida de
138 modo similar (0,05 %).

139 **Pureza cromatográfica**

140 *Fase estacionaria* - Emplear una placa para
141 cromatografía en capa delgada (ver 100.
142 *Cromatografía*) recubierta con gel de sílice para
143 cromatografía con indicador de fluorescencia,
144 de 0,25 mm de espesor.

145 *Fase móvil* - Agua, alcohol butílico y ácido
146 acético glacial (100:80:20). Agitar, separar y
147 emplear la capa superior de la mezcla.

148 *Solución muestra* - Disolver 10 mg de
149 Violeta de Genciana en 10 mL de metanol.

150 *Solución muestra diluida* - Transferir
151 1,0 mL de *Solución muestra* a un matraz
152 aforado de 100 mL, completar a volumen con
153 metanol y mezclar.

154 *Procedimiento* - Aplicar por separado sobre
155 la placa 5 µL de la *Solución muestra* y 5 µL de
156 la *Solución muestra diluida*. Dejar secar las
157 aplicaciones y desarrollar los cromatogramas
158 hasta que el frente del solvente haya recorrido
159 aproximadamente tres cuartas partes de la
160 longitud de la placa. Retirar la placa de la
161 cámara, marcar el frente del solvente y dejar
162 secar al aire. Examinar la placa visualmente: el
163 cromatograma obtenido a partir de la *Solución*
164 *muestra* debe presentar una mancha principal y
165 no más de una mancha secundaria que no debe
166 ser mayor en intensidad a la mancha principal
167 obtenida con la *Solución muestra diluida*
168 (1,0 %).

169 **Límite de N,N-dimetilanilina**

170 *Sistema cromatográfico* - Emplear un
171 equipo para cromatografía de gases con un
172 detector de ionización a la llama y una columna
173 de 25 m x 0,32 mm de diámetro interno rellena
174 con una fase líquida constituida por 50 % de
175 fenilsilicona y 50 % de metilpolisiloxano
176 (espesor de la película 0,52 µm). Mantener la
177 columna a 150 °C durante 5 minutos, luego
178 aumentar la temperatura a razón de 20 °C por
179 minuto hasta 275 °C y mantenerla durante 3
180 minutos. Mantener la temperatura del detector
181 a 300 °C y la del inyector a 220 °C. Emplear
182 helio como gas transportador con flujo dividido
183 en la proporción 1:20, a una presión de 50 kPa.

184 *Solución del estándar interno* - Disolver 50
185 mg de N,N-dietilanilina en 4 mL de ácido
186 clorhídrico 0,1 M y diluir a 50,0 mL con agua.
187 Diluir 1 mL de esta solución a 100 mL con
188 agua.

189 *Solución estándar* - Disolver 50,0 mg de
190 N,N-dimetilanilina en 4,0 mL de ácido
191 clorhídrico 0,1 M y diluir hasta 50,0 mL con
192 agua. Diluir 1,0 mL de esta solución hasta 100,0
193 mL con agua. Agregar 5,0 mL de esta solución
194 a 0,50 g de Violeta de Genciana y diluir a 30,0
195 mL con agua. Agregar 1,0 mL de *Solución del*
196 *estándar interno* y 1,0 mL de solución de
197 hidróxido de sodio fuerte. Agregar 2,0 mL de
198 2,2,4-trimetilpentano, agitar durante 2 minutos
199 y centrifugar. Emplear la fase superior.

200 *Solución muestra* - Transferir 0,50 g de
201 Violeta de Genciana a un tubo con tapón

202 esmerilado y disolver en 30,0 mL de agua.
203 Agregar 1,0 mL de *Solución del estándar*
204 *interno* y mantener la temperatura de la
205 solución entre 26 °C y 28 °C. Agregar 1,0 mL
206 de solución de hidróxido de sodio fuerte y agitar
207 durante 2 minutos. Agregar 2,0 mL de 2,2,4-
208 trimetilpentano y centrifugar. Emplear la fase
209 superior.

210 *Aptitud del sistema* (ver 100.
211 *Cromatografía*) - Cromatografiar la *Solución*
212 *estándar* según se indica en *Procedimiento*: los
213 tiempos de retención deben ser
214 aproximadamente 3,6 minutos para *N,N*-
215 dimetilanilina y 5,0 minutos para *N,N*-
216 dietilanilina. Cromatografiar la *Solución*
217 *muestra* según se indica en *Procedimiento*: la
218 relación entre la respuesta del pico de *N,N*-
219 dimetilanilina y el pico de *N,N*-dietilanilina no
220 debe ser mayor que 0,5.

221 *Procedimiento* - Inyectar por separado en el
222 cromatógrafo volúmenes iguales
223 (aproximadamente 1 µL) de la *Solución*
224 *estándar* y la *Solución muestra*, registrar los
225 cromatogramas y medir las respuestas de todos
226 los picos. Calcular la relación entre la respuesta
227 del pico de *N,N*-dimetilanilina y el pico de *N,N*-
228 dietilanilina obtenidos en los cromatogramas de
229 la *Solución muestra* y la *Solución estándar*: no
230 debe contener más de 100 ppm de *N,N*-
231 dimetilanilina.

232
233

VALORACIÓN

234 Pesar exactamente alrededor de 400 mg de
235 Violeta de Genciana, transferir a un erlenmeyer
236 de 300 mL, agregar 25 mL de agua y 10 mL de
237 ácido clorhídrico, desplazar el aire en el matraz
238 con dióxido de carbono y pasar una corriente de
239 dióxido de carbono a través del matraz durante
240 la *Valoración*. Agregar 50 mL de tricloruro de
241 titanio 0,1 M (SV), calentar a ebullición y
242 mantener suavemente durante 10 minutos,
243 agitando ocasionalmente por rotación. Enfriar
244 la solución, agregar 5 mL de tiocianato de
245 amonio 1 en 10 y titular con sulfato férrico
246 amónico 0,1 N (SV) hasta que se produzca un
247 ligero color rojo. Realizar una determinación
248 con un blanco y hacer las correcciones
249 necesarias (ver 780. *Volumetría*). Cada mL de
250 tricloruro de titanio 0,1 M equivale a 20,40 mg
251 de C₂₅H₃₀ClN₃.