

Instituto Español de Fisiología y Bioquímica
Sección de Fisiología de Valencia
(Prof. J. García-Blanco)

Un nuevo procedimiento para la determinación yodométrica del azufre en las aguas minero-medicinales

por A. VENTURA

(Recibido para publicar el día 30 de Mayo de 1947)

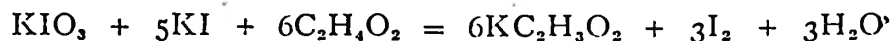
Para realizar estas determinaciones se aconseja la yodometría utilizando una solución valorada de yodo. La preparación de tal solución es engorrosa y su uso ofrece también inconvenientes, principalmente su inestabilidad que obliga, aun a pesar de conservarla en frasco bien cerrado y al abrigo de la luz, a titularla cada vez que se ha de utilizar, lo que exige disponer de una solución exactamente valorada de hiposulfito sódico y supone duplicar las yodometrías cada vez que interesa realizarlas en el agua minero-medicinal.

Estos inconvenientes, dignos ya de ser tenidos en cuenta cuando se trabaja en un medio medianamente dotado, crecen en importancia cuando las determinaciones se han de realizar al pie del manantial y con la frecuencia que exige una buena vigilancia de las aguas minero-medicinales.

El método que proponemos en el presente trabajo, permite el ahorro de tiempo y material y está relacionado con procedimientos que se utilizan en análisis clínicos para la determinación de la glucemia (método de HAGEDORN y sus modificaciones), con los que estamos familiarizados los médicos.

Se trata también de una yodometría, con la ventaja fundamental de que la solución de yodo exactamente valorada se obtiene en el momento en que se va a utilizar. Sólo exige poseer una solución valorada de yodato potásico que es de fácil preparación y conservación.

Se funda en la siguiente reacción :



El yodato y el yoduro que no reaccionan en solución neutra, lo hacen en solución muy ligeramente ácida, tanto que es despreciable el error debido a la acción del oxígeno del aire sobre el yoduro ; además la reacción es casi instantánea y el yodato forma un producto de reducción incoloro (WILLARD y FURMAN).

SOLUCIONES NECESARIAS ;

1.^a Solución 1/200 N de yodato potásico que se prepara pesando exactamente 0,1783 gr. del producto purísimo para análisis y disolviéndolos en agua destilada hasta completar 1 litro. Esta solución en frasco de vidrio coloreado se conserva inalterada durante mucho tiempo.

2.^a Solución de yoduro potásico al 50 %. Es necesario que esté desprovista de yodo libre ; para ello lo mejor es prepararla en el momento de su utilización, lo que no resulta enojoso, ya que no exige una gran exactitud. El yoduro potásico ha de estar exento de yodato ; para ensayarlo se disuelve 1 gr. aproximadamente en 20 c. c. de agua destilada, se añade un poco de solución de almidón y dos o tres gotas de ácido sulfúrico diluído ; el líquido no debe colorearse en azul inmediatamente (CASARES).

3.^a Solución de ácido acético al 3 %. No exige una gran exactitud en su preparación y se conserva bien durante mucho tiempo.

4.^a Solución de almidón. La preparamos con almidón soluble a la concentración del 1 % en una solución saturada de cloruro sódico.

MODO DE OPERAR :

En un pequeño matraz de Erlenmeyer ponemos 2 c. c. de la solución de yodato exactamente medidos, 2 c. c. de la solución de yoduro y cuatro o cinco gotas de la solución de ácido acético. Inmediatamente después de añadir ésta, el líquido toma color amarillo debido al yodo liberado. Sobre esta solución se deja caer gota a gota el agua problema hasta que el

color amarillo se debilite y casi desaparezca, añadiéndose entonces la solución de almidón, con lo que se produce una coloración azul que va aclarándose a medida que se añade el agua problema, hasta desaparecer, momento que se aprecia con claridad.

Cada c. c. de la solución 1/200 N de yodato equivale a 0,08 miligramos de azufre de los compuestos que nos interesan. Mediante un sencillo cálculo obtenemos la concentración de esta substancia en el agua que se ensaya.

La cantidad de almidón conveniente para apreciar mejor el viraje es 2 c. c. de la solución al 1 % en 100 c. c. de la solución a valorar. Por tal motivo la cantidad de reactivo que se ha de utilizar depende del volumen que alcance la mezcla de reactivo y agua problema, y si se quiere añadir a gotas su número se calculará teniendo en cuenta que cada c. c. tiene 16 gotas aproximadamente.

En las reacciones yodométricas, de no añadir yoduro potásico la cantidad de yodo necesaria para producir la coloración azul es directamente proporcional a la dilución (TREADWELL). En la solución con almidón ha de haber cuando menos 1 gr. de yoduro potásico por 100 c. c. para obtener un color conveniente con el yodo, ya que el compuesto de absorción azul contiene yoduro así como yodo (WILLARD y FURMAN). Este hecho hay que tenerlo en cuenta cuando se ensayan aguas en las que por la poca concentración de azufre no oxidado se consume en la valoración una cantidad relativamente elevada de agua, en cuyo caso cuando el volumen del problema se aproxima a los 100 c. c. es necesario añadir 2 c. c. más de la solución de yoduro potásico.

Todas las reacciones yodométricas se llevan a cabo bien en solución neutro o ácida (WILLIAM y FURMAN). FRESSENIUS en la determinación del hidrógeno sulfurado por yodometría con la solución valorada de yodo, aconseja acidular el agua con ácido acético si ésta es alcalina. Si la solución es alcalina el yodo reacciona con el ion OH existente para formar un yoduro y un hipoyodito. Con ciertos agentes reductores débiles la reacción no se realiza completamente en medio ácido (WILLIARD y FURMAN). Conviene tener esto en cuenta por si el pH del problema se modificara por ser el agua que se ensaya muy alcalina, en cuyo caso se aumentará la cantidad de ácido acético hasta conseguir que el pH sea inferior a 7. No con-

viene aumentar demasiado la concentración ácida de la solución por la posibilidad de que se hidrolice el almidón.

Resumen

El autor describe un método para la valoración del azufre de las aguas minero-medicinales por yodometría en el cual en lugar de utilizarse la solución de yodo como se hace corrientemente y que tiene el inconveniente de la inestabilidad, se recomienda el uso de una solución de yodato que libera el yodo en medio ácido análogamente a como se practica la titulación del tiosulfato en el método de HAGEDORN-JENSEN para valorar glucemia.

Summary

The author describes a method for the evaluation of the sulphur in mineral-medicinal waters by means of iodometry, in which, instead of employing an iodine solutions as is ordinarily done and which has the inconvenience of instability, he recommends the use of a solution of iodate, which sets the iodine free in an acid medium, in an analogous way to how the titling of the thiosulphate is effected in the HAGEDORN-JENSEN method for evaluating the glucemie.