

ARS PHARMACEUTICA

REVISTA DE LA FACULTAD DE FARMACIA
UNIVERSIDAD DE GRANADA

Tomo XVIII - Núm. 1

1977

Consejo de Redacción

Director:

Prof. Dr. D. Jesús Cabo Torres

Director Ejecutivo:

Prof. Dr. D. José Luis Valverde

Vocales:

Prof. Dr. D. Alberto
Cormenzana

Prof. Dr. D. Fermín Sánchez
de Medina Contreras

Prof. Dr. D. Antonio Cerezo
Galán

Prof. Dra. Maria A. López

Secretario de Redacción:

Prof. Dr. D. Luis Bravo Díaz

Redacción y Administración:

Facultad de Farmacia,
Granada - España.

Dep. Legal. GR: núm. 17-1960

Imprime:

Gráficas del Sur, S. A.
Boquerón, 6

Granada 1976.

1.000 ejemplares

Sumario

PAG.

Memoria de Actividades de la Facultad de Farmacia 3

TRABAJOS ORIGINALES DE LA FACULTAD

- Método abreviado de determinación de nitratos en aguas ácido cromotrópico. Por F. Bosch Serrat, P. López Fernández y M. Martos Padilla... .. 101
- Microflora aerobia lítica en suelos; su distribución, número y acción lítica. Por F. Congregado, M.^a Dolores Simón y A. Ramos-Cormenzana 113
- El laboratorio químico de la Real Botica (1693-1700). Por José Luis Valverde y M.^a Carmen S. Tellez 121
- Crítica de libros 153

TRABAJOS ORIGINALES DE LA FACULTAD

DEPARTAMENTO DE BROMATOLOGIA, TOXICOLOGIA Y ANALISIS
QUIMICO DE LA FACULTAD DE FARMACIA DE LA
UNIVERSIDAD DE GRANADA

“METODO ABREVIADO DE DETERMINACION DE NITRATOS EN AGUAS ACIDO CROMOTROPICO”

F.

RESUMEN

El método espectrofotométrico que se propone para la determinación de nitratos con ácido cromotrópico, es menos selectivo que la mayoría de los métodos “standard” actualmente utilizados, pero puede ofrecer la ventaja de una mayor sencillez y suficiente reproducibilidad, exactitud y sensibilidad para la determinación del ión nitrato en aguas naturales en muchas ocasiones.

RÉSUMÉ

Le méthode spectrophotométrique proposé pour la détermination de nitrates à acide cromotropique, il est moins sélectif que la majorité des méthodes “standard” actuellement utilisés, mais il peut offrir l'avantage d'une plus facile réalisation et suffisante reproductivité exactitude et sensibilité pour la détermination de l'ion nitrate dans eaux naturelles en plusieurs occasions.

SUMMARY

A spectroprotometric method for the determination of nitrate ion in natural water, with chromotropic acid, is proposed. It is less selective than most of the Standard method, but can offer the advantage of a greater simplicity, and enough reproducibility, precision and sensibility in a lot of occasions.

INTRODUCCION

La pre
normal,

nitrito y amoníaco que
la mayoría de
centr
son conside
me
ducción de

Es obvio por lo tanto,
la potabilidad de
exacta de
la mayor pre
te

Los métodos es
más utilizados en
utilizan el
nicas con es
boradore
cromotrópico y el
gando a la propue
la le
rea
concre
de
do "standard" (5)

La finalidad de
pida y se
barse es
nica pue
tos en

PARTE EXPERIMENTAL

En los ens
y ninguna forma de
por lo
tura ambiente
ácido sulfúrico.

I. Ensayos con ácido sulfúrico conc.

I. 1. *Disolución patrón de sulfúrico 10 N.*

Disolución patrón de
" de
do sulfúrico 10 N.

Disolución de
sul
Acido sulfúrico conc.

I. 2. *Se plución de a gota, agitando y en bos en enfría y se*

Se
plución de
a gota, agitando y en
bos en
enfría y se

I. 3. Re

I. 3. Con 2 ml de sulfúrico conc y ácido cromotrópico al 0,

nm	10	25	50	75	100
370	0,	0,	0,35	0,	1,
380	0,	0,	0,	0,	1,
390	0,075	0,	0,	0,	1,
400	0,	0,15	0,	0,54	1,

I. Con 4 ml sulfúrico conc y ácido cromotrópico al 0,

nm	10	25	50	75	100
370	0,	0,	0,	0,	1,
380	0,	0,	0,	1,	1,
390	0,	0,	0,	1,	1,
400	0,15	0,	0,74	1,2	1,

I. Con 6 ml de sulfúrico conc y ácido cromotrópico al 0,5%

nm	10	25	50	75	100
370	0,11	0,28	0,50	0,74	0,80
380	0,09	0,25	0,48	0,72	0,80
390	0,09	0,26	0,50	0,73	0,83
400	0,09	0,26	0,50	0,74	0,83

I. Con 8 ml de sulfúrico conc y ácido cromotrópico al 0,

nm	10	25	50	75	100
370	—	0,11	0,28	0,38	0,46
380	—	0,08	0,24	0,34	0,43
390	—	0,08	0,24	0,34	0,44
400	—	0,09	0,25	0,35	0,45

I. Con 2 ml de sulfúrico conc y ácido cromotrópico al 2%.

nm	10	25	50	75	100
370	0,14	0,39	0,52	0,76	0,88
380	0,14	0,40	0,54	0,82	1,00
390	0,14	0,40	0,54	0,82	1,00
400	0,14	0,39	0,51	0,76	0,94

I. Con 4 ml de sulfúrico conc y ácido cromotrópico al 2%.

nm	10	25	50	75	100
370	0,16	0,36	0,6	0,82	0,98
380	0,17	0,38	0,6	0,88	1,10
390	0,18	0,40	0,72	0,	1,20
400	0,18	0,40	0,70	0,90	1,10

I. 3. Con 6 ml de y ácido cromotrópico al 2%.

nm	10	25	50	75	100
370	0,08	0,22	0,45	0,52	0,6
380	0,0	0,19	0,45	0,52	0,6
390	0,07	0,18	0,42	0,47	0,57
400	0,07	0,18	0,42	0,45	0,54

I. Con 8 ml de 2%.

nm	10	25	50	75	100
370	0,03	0,17	0,33	0,46	0,52
380	0,02	0,14	0,29	0,38	0,43
390	0,02	0,10	0,22	0,34	0,38
400	0,02	0,10	0,19	0,34	0,36

II.

II.

Disolución patrón de
" de
sulfúrico 10 N.

Disolución de
sulfúrico 10 N.

Disolución de
me

II. Técnica.—
zado ex

II. 3.

II. 1. Con la disolución de

nm	10	25	50	75	100 ppm
370	0,03	0,07	0,	0,29	0,44
380	0,04	0,07	0,11	0,26	0,44
390	0,03	0,07	0,11	0,26	0,46
400	0,03	0,06	0,11	0,26	0,48

II. Con la disolución de

nm	10	25	50	75	100 ppm
370	0,08	0,18	0,38	0,55	0,70
380	0,08	0,18	0,38	0,55	0,71
390	0,08	0,18	0,37	0,54	0,
40	0,07	0,17	0,36	0,52	0,6

III. Ensayos de
rico.

III.

Disolución patrón de
" de

fúrico 10

Disolucióne

25,5 N--

III. Técnica.—

za

ácido sulfúrico y ácido cromotrópico

III.

III. Con ácido

III. 3. Con ácido sulfúrico 15 N.

III. 3. Con ácido sulfúrico 20 N.

III. 3. Con ácido sulfúrico 23 N.

nm	10	25	50	75	100 ppm
370	0	0,	0,	0,	0,
380	0,	0,	0,	0,	0,
390	0,	0,	0,	0,	0,1
400	0,	0,	0,	0,	0,

III. 3. Con ácido sulfúrico 24 N.

nm	10	25	50	75	100 ppm
370	0,	0,	0,	0,	0,
380	0,	0,	0,	0,1	0,
390	0,	0,	0,	0,	0,
400	0,	0,	0,	0,	0,20

III. 3. Con ácido sulfúrico 25,

nm	10	25	50	75	100 ppm
370	0,	0,	0,	0,	0,
380	0,	0,	0,	0,	0,
390	0,	0,	0,	0,	0,3
400	0,	0,	0,	0,	0,

III. 3. Con ácido sulfúrico 27,

nm	10	25	50	75	100 ppm
370	0,	0,	0,	0,	0,
380	0,	0,	0,	0,	0,
390	0,	0,	0,	0,	0,74
400	0,	0,	0,	0,	0,

III. Con ácido sulfúrico 28,5 N.

nm	10	25	50	75	100 ppm
370	0,10	0,23	0,46	0,63	0,74
380	0,10	0,24	0,48	0,68	0,82
390	0,10	0,25	0,49	0,70	0,84
400	0,10	0,24	0,46	0,66	0,78

III. 9. Con ácido sulfúrico 30,5 N.

nm	10	25	50	75	100 ppm
370	0,12	0,29	0,5	0,69	0,78
380	0,13	0,31	0,58	0,78	0,92
390	0,13	0,31	0,58	0,80	0,96
400	0,13	0,31	0,56	0,75	0,89

IV. METODO DEFINITIVO

IV.

Disolución de NO

" de sal disódica del ácido cromotrópico al 4% en H₂SO₄
10 N.

Disolución de ácido sulfúrico 28-28,5 N.

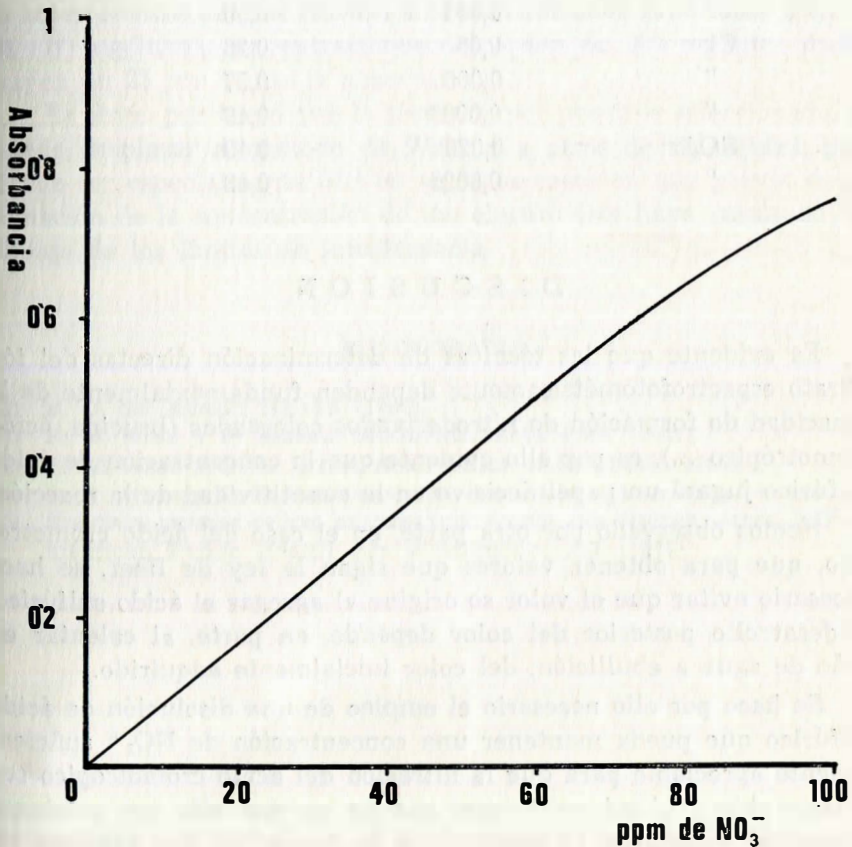
a 3 volúmenes de agua 7 volúmenes de ácido sulfúrico de densidad
1,84.

IV. 0,1 - 0,2 - 0,4 - 0,6 - 0,8 - 1,0 - 1,2 - 1,4 - 1,6 ml
de la disolución patrón le NO
del problema en otro tubo,
después agregar 0,5 ml
te gota a gota y enfriando
a 10-20°C 5 ml
a
bancía a 390 nm.

IV. 3. REPRODUCIBILIDAD a

	10 ppm	25 ppm	30 ppm	75 ppm	100 ppm
1.	0,09	0,21	0,41	0,61	0,76
2.º "	0,09	0,22	0,42	0,62	0,77
3.º "	0,08	0,23	0,43	0,63	0,78
4.º "	0,08	0,20	0,40	0,59	0,75
5.º "	0,10	0,23	0,41	0,60	0,75

IV.



IV. 5. ENSAYOS DE POSIBLES INTERFERENCIAS a 390 nm

Todos los ensaños se realizaron con 50 ppm de NO_2^- (absorbancia).

ION	CONCENTRACION	
	MOLAR	ABSORBANCIA
Na ⁺	0,05	0,48
"	0,005	0,48
K ⁻	0,05	0,48
"	0,005	0,49
Mg ²⁺	0,05	0,52
"	0,005	0,49
Ca ²⁺	0,010	0,50
"	0,001	0,50
Cl ⁻	0,05	0,26
"	0,005	0,37
"	0,0005	0,49
SO ₄ ²⁻	0,025	0,49
"	0,0025	0,48

DISCUSION

Es evidente que las técnicas de determinación directas del ión nitrato espectrofotométricamente dependen fundamentalmente de la capacidad de formación de nitroderivados coloreados (brucina, ácido cromotrópico ...), es por ello evidente que la concentración de ácido sulfúrico jugará un papel decisivo en la cantidad de la reacción.

Hemos observado por otra parte, en el caso del ácido cromotrópico, que para obtener valores que sigan la ley de Beer, se hace necesario evitar que el color se origine al agregar el ácido sulfúrico, el desarrollo posterior del color depende, en parte, al calentar en baño de agua a ebullición, del color inicialmente adquirido.

Se sulfúrico que pueda mantener una concentración de NO_2^- temente apreciable para que la nitración del ácido cromotrópico sea considerable y al mismo tiempo que no sea tan alta que produzca coloración anticipada al agregarlo a la disolución que contiene ya

el ión nitrato y ácido cromotrópico, colaborando para ello con un enfriamiento, mediante agua a 10-20°C, para contrarrestar la exotermia de la reacción. Todo ello puede conseguirse con un ácido sulfúrico de concentración 28-29 N.

Los resultados obtenidos con la técnica que se propone permiten deducir que la reproducibilidad es buena, que la ley de Beer se sigue hasta valores de 60-70 ppm, lo cual no representa un inconveniente, puesto que cifras más elevadas son muy poco frecuentes en agua naturales.

La sensibilidad del método es sólo ligeramente inferior a la del método de WES

la *máxima concentración*, 20 ppm, de la escala propuesta en su método (4), mientras que en la técnica propuesta por nosotros la absorbancia correspondiente a esta misma concentración es de 0,20-0,19.

El mayor inconveniente de la técnica que proponemos radica en la interferencia del ión cloruro a concentraciones superiores a 0,0005 M (20 mg/litro),

nuyen un 25 por ciento la absorbancia.

Es obvio por tanto que la técnicas, por nosotros seleccionada, puede desplazar al método de WES

puede ser especialmente útil en aquellos casos en que pr

minación de la concentración

debajo de los límites de interferencia.

BIBLIOGRAFIA

- (1) B. O. del Estado 248 - 53 (1967).
- (2) P. W. WEST y P. SANSMA, Mikrochim. Acta 4.506 (1957)
- (3) P. W. WEST y G. L. LYLES, Anal. Chim. Acta 23.227 (1960).
- (4) P. W. WEST y T. P. RAMACHANDRAN, Anal. Chim Acta 35.317 (1966).
- (5) STANDARD BETHODS OF THE EXAMINATION WATER AND WASTER WATER. XII ed. American Public Health Ass Washington, 233 (1971).