

DETERMINACION VOLUMETRICA DE ION PLATA A ESCALA
 SEMIMICRO MEDIANTE SULFATIAZOL

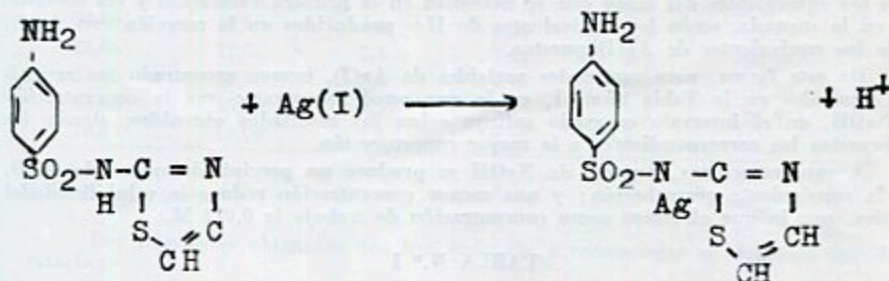
por

F. CAPITAN F. SALINAS

Ars. Pharm. X, 391 (1969)

INTRODUCCION

Con el catión $Ag(I)$ el sulfatiazol —que posee un débil carácter ácido— (1,2), reacciona según la ecuación precipitando el compuesto de plata y liberándose iones H^+ .



Este hecho ha originado, además de un método gravimétrico para la determinación de sulfatiazol (3), una serie de trabajos en los que se exponen diferentes métodos volumétricos para la determinación de sulfatiazol, entre los que podemos señalar:

a) Acidimétricos: en los que se valoran los H^+ liberados en el proceso anteriormente señalado (4,5).

b) De precipitación: utilizando indicadores de adsorción (6) o indicadores de precipitación, en un método similar al de Mohr para la valoración de Cl^- , en el que se utiliza CrO_4Na_2 como indicador del punto final (7), o por valoración del exceso de $Ag(I)$ sin reaccionar, previa filtración, según el método de Volhard (8).

A la vista de los datos citados, y habiendo adquirido experiencia en la valoración acidimétrica antes apuntada, pensamos establecer un método volumétrico sencillo y rápido de valoración de $Ag(I)$, en escala semimicro, utilizando como reactivo una disolución de sulfatiazol. El inconveniente que presenta la escasa solubilidad del sulfatiazol en agua, problema solucionado en otros trabajos utilizando disolventes distintos del agua (1) (5-16), nosotros lo salvamos preparando la disolución del reactivo en medio alcalino.

La reacción que tiene lugar con el catión $Ag(I)$ en medio débilmente alcalino es: Sulfatiazol- $H + OH^- + Ag(I) \rightarrow$ Sulfatiazol- $Ag \downarrow + H_2O$ (ácido débil) reacción que produce una disminución de la basicidad del medio alcalino en que se encuentra disuelto el sulfatiazol.

La determinación acidimétrica de esa disminución es el fundamento del método que proponemos.

PARTE EXPERIMENTAL Y DISCUSION DE LOS RESULTADOS

Productos empleados

Sulfatiazol, Schuchardt

NO_2Ag R.A. Merck: disolución 0,0074 M.

NaOH Q. P. Probus.

Anaranjado de metilo: disolución alcohólica al 0,1 %

NO_2H 0,01N.

Efecto de la concentración de hidróxido sódico

Con el fin de establecerlo hemos realizado la siguiente experiencia: Preparamos disoluciones de sulfatiazol en NaOH 0,008, 0,010 y 0,012 M, todas ellas con un contenido en sulfatiazol de 1,985 g/l. (0,0078 M).

En diferentes experiencias tomamos 50 cc. de cada una de estas disoluciones y valoramos con NO_2H 0,01 M utilizando anaranjado de metilo como indicador. A continuación tomamos nuevas porciones de 50 cc. de cada una de las disoluciones de sulfatiazol y les agregamos una determinada cantidad de la disolución de Ag(I) -0,0074 M, valorando seguidamente con el mismo NO_2H 0,01 M, utilizado anteriormente. La diferencia entre los equivalentes del ácido que se necesitan en la primera valoración y los necesarios en la segunda, serán los equivalentes de H^+ producidos en la reacción con Ag(I) , o sea los equivalentes de Ag(I) puestos.

De esta forma, para cantidades variables de Ag(I) , hemos encontrado los resultados agrupados en la Tabla núm. 1, en la que puede observarse que la concentración de NaOH, en el intervalo ensayado influye sobre los resultados obtenidos, siendo los más exactos los correspondientes a la mayor concentración.

A concentraciones mayores de NaOH se produce un precipitado negro de Ag_2O , con la consiguiente perturbación; y una menor concentración reduce la solubilidad del reactivo, por lo que elegimos como concentración de trabajo la 0,012 M.

TABLA N.º 1

		Concentración de NaOH					
		0,008 M		0,010 M		0,012 M	
Ag(I) mg Puesto	Ag(I) mg Encontrado	Error %	Ag(I) mg Encontrado	Error %	Ag(I) mg Encontrado	Error %	
1,60	1,48	7,5	1,52	5,0	1,50	6,2	
4,01	3,85	4,0	3,86	3,7	3,88	3,2	
8,03	7,79	3,0	7,76	3,4	7,78	3,1	
12,02	11,73	2,4	11,74	2,3	11,83	1,6	
16,03	15,64	2,4	15,68	2,2	15,66	2,3	
20,03	19,56	2,3	19,60	2,1	19,72	1,5	
24,04	23,52	2,1	23,48	2,3	23,50	2,2	
28,05	27,40	2,3	27,42	2,2	27,36	2,5	
32,06	31,42	2,0	31,40	2,1	31,42	2,0	
36,06	35,16	2,5	35,12	2,6	35,10	2,7	
40,07	38,94	2,6	39,10	2,4	38,96	2,8	

Influencia de la concentración de reactivo

Para conocer esta influencia realizamos experiencias con disoluciones de sulfatiazol de concentración diversa. En la Tabla núm. 2 se resumen los resultados obtenidos con tres de las disoluciones empleadas, cuya concentración 0,0077, 0,0036 y 0,0096 M, en NaOH 0,012 M.

Los resultados obtenidos parecen indicar como más recomendable la disolución 0,0096 M., es decir, una disolución aproximadamente centésimo molar.

TABLA N.º 2

		Concentración de sulfatiazol					
		0,0077 M		0,0036 M		0,0096 M	
Ag(I) mg Puesto	Ag(I) mg Encontrado	Error %	Ag(I) mg Encontrado	Error %	Ag(I) mg Encontrado	Error %	
1,60	1,50	6,2	1,51	5,6	1,52	5,0	
4,01	3,88	3,2	3,90	2,7	3,88	3,2	
8,03	7,78	3,1	7,85	2,2	7,84	2,3	
12,02	11,83	1,6	11,78	2,0	11,83	1,6	
16,03	15,66	2,3	15,78	1,5	15,81	1,5	
20,03	19,72	1,5	19,77	1,3	19,70	1,6	
24,04	23,50	2,2	23,46	2,4	23,52	2,2	
28,05	27,36	2,5	27,34	2,5	27,40	2,3	
32,06	31,42	2,0	31,36	2,2	31,38	2,1	
36,06	35,10	2,7	35,02	2,9	35,07	2,7	
40,07	38,96	2,8	38,86	3,0	38,98	2,7	

Método operatorio

Los resultados obtenidos nos han inducido a recomendar el siguiente método operatorio:

En un erlenmeyer se introducen 50 cc. de la disolución 0,0096 M. de sulfatiazol en NaOH 0,012 M y se valoran con NO_2H 0,01 M, utilizando anaranjado de metilo como indicador.

En otro erlenmeyer se introduce una cantidad medida de la disolución de Ag(I) a valorar con un contenido en Ag(I) entre 15 y 35 mg., se agregan 5 ó 6 gotas del indicador anaranjado de metilo y si fuera ácida se la neutraliza añadiendo lentamente y con agitación una disolución de NaOH muy diluida (por ejemplo 0,01 M), hasta viraje del indicador. Seguidamente se agrega a esta disolución, 50 cc. de reactivo y se valora con NO_2H 0,01 M.

La diferencia entre los equivalentes de ácido gastados en una y otra determinación corresponde con el número de equivalentes de Ag(I) en el volumen medido.

Error y reproducibilidad

Para establecerlos hemos determinado las cantidades de Ag(I) contenidas en 15 muestras, según el método operatorio antes descrito. Todas las muestras analizadas contenían 20 mg. de Ag(I).

Los resultados obtenidos, así como los datos necesarios para el cálculo estadístico, están agrupados en la Tabla núm. 3, de la que se deduce que la desviación típica, σ , es 0,03, para una probabilidad del 95%, y que el error del método, sobre el valor medio, es del 0,5 %.

TABLA N.º 3

N	X	(x - \bar{x}) 10 ³		(x-x) ² 10 ⁶
		+	-	
1	19,72	8		64
2	19,60		112	12.544
3	19,78	68		4.624
4	19,64		72	5.184
5	19,73	18		324
6	19,75	38		1.444
7	19,78	68		4.624
8	19,62		92	8.464
9	19,80	88		7.744
10	19,76	48		2.304
11	19,62		62	3.844
12	19,82	108		11.664
13	19,58		32	17.424
14	19,70		12	144
15	19,78	68		4.624
Σ	295,68	512	512	89.640
\bar{x}	19,712			

x = mg. de Ag(I) encontrados

Interferencias

La presencia de alguno de los iones siguientes: Pb(II), Hg₂(II), Hg(II), Cu(II), Cd(II), Sb(III), Sb(V), Bi(III), Zn(II), Ni(II) y Co(II) conduce a resultados erróneos, por exceso, al determinar Ag(I) por el método propuesto, por lo que será preciso proceder a su previa eliminación.

Resumen

Se establece un nuevo método volumétrico, en escala semimicro, para la determinación del catión Ag(I), precipitándolo con sulfatiazol en medio débilmente alcalino y valorando acidimétricamente el exceso de alcali.

El error del método —que se recomienda para cantidades de ión Ag comprendidas entre 15 y 35 mg.— sobre el valor medio es del 0,5 %.

BIBLIOGRAFIA

- (1).—A. N. KURTEVA y A. K. RUZHENTSEVA. Zhur Anal. Khim. 2, 285-93 (1947). (C.A. 1949).
- (2).—M. YOSHIOKA y K. HAMAMOTO. Yakusugaku Zasshi 84, 90-3 (1964). (C. A. 1964).
- (3).—E. SZABOLES. Acta Pharm. Hung. 25, 17-20 (1965). (C. A. 1958).
- (4).—F. VIEBÖCK. Scientia Pharm. 21, 312-18 (1953).
- (5).—H. ABDINE y W. S. ABDEL SAYED. Egyptian Pharm. Bull. 44 (4) 453-63 (1962). (C. A. 1966).

- (6).—C. G. MACAROVICI y D. CENSESCU. *Analele Acad. Rep. Populare Române Ser.: Mat., Fis., Chim.* 3, Mem. 21, 1-10 (1950). (C. A. 1951).
- (7).—LEE KIM-TATT. *Analyst* 82, 155-8 (1957).
- (8).—C. G. MACAROVICI y A. DOMTIN. (*Studio Univ. Babes-Bolyai Ser. 1 núm. 2*, 115-25 (1959). (C. A. 1961).
- (9).—J. C. CHIARINO y J. FERRER JR. *Ph.* 1941 núm. 2, 10-16 (C. A. 1942).
- (10).—H. S. CONWAY. *J. Assoc. Official Agr. Chem.* 25, 791-6 (1942).
- (11).—J. A. CALAMARI, R. HURATA y P. B. ROTH. *Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.* 14, 534-5 (1942).
- (12).—M. W. GREEN. *J. Am. Pharm. Assoc. Sci. Ed.* 37, 240-2 (1948). (C. A. 1948).
- (13).—C. G. MACAROVICI y D. CEAUSESCU. *Analele Acad. Rep. Populare Române Sect. Stinte Geol. Geograf. Biol. Ser. A. 2*, Mem. núm. 33, 1-50 (1949).
- (14).—C. G. VAN ARKEI y A. WHITE. *Pharm. Weekblad* 86, 426-9 (1951). (C. A. 1952).
- (15).—J. S. FABER. *J. Pharm. and Pharmacol.* 6, 187-90 (1954). (C. A. 1954).
- (16).—N. FALCONI DE LA TORRE. *U. Rev. Fac. Farm. Bioquim. Univ. Nacl. Mayor S. Marcos (Lima)* 15 (93-94) 23-32 (1963).