

ARTICULOS CIENTIFICOS INVITADOS (ESTUDIANTES)**ELABORACION DE UN JUEGO DE REACTIVOS PARA LA SEMICUANTIFICACION DE YODO COMO YODATO DE POTASIO EN SAL SOLAR Y REFINADA.**Véliz Fuentes, Ricardo¹
León Gross, Adolfo²**I. SUMARIO**

Con el objeto de elaborar un juego de reactivos de semicuantificación de yodo en sal solar y refinada para el control de calidad de la sal expendida en Guatemala, se analizaron y se experimentaron cuatro métodos son titrimétricos (yoduro-yodato; HCl) y los otros dos son colorimétricos (pirogalol, paminofenol). Evaluando la sensibilidad y confiabilidad, se determinó que los cuatro métodos son adecuados para la semicuantificación de yodato en la sal. Pero en la cuantificación directa, los métodos titrimétricos son más sensibles que los métodos colorimétricos. No se determinó el método para implementarlo como juego de reactivos. En la prueba realizada con sal solar y refinada expendida en la ciudad capital demostró deficiencia de yodo (debajo del límite mínimo permitido por COGUANOR).

II. METODOLOGIA

Método Oficial: Se disuelven 50 gramos de muestra en agua destilada, se diluyen a 250 ml en un matraz aforado y se filtra la solución hasta que este completamente limpia. Se transfiere 25 ml de la solución preparada anteriormente a un erlenmeyer de 200 ml, se neutraliza la solución con ácido sulfúrico 2N usando naranja de metilo como indicador. Se agrega 20 mg de bromo, se deja reposar esta mezcla durante 10 minutos. Se destruye el exceso de bromo, mediante la adición de sulfito de sodio al 1% hasta que quede una ligera coloración amarilla. Se lavan las paredes del cuello y las laterales del erlenmeyer con agua destilada y se adiciona 1 ó 2 gotas de fenol al 5%. Después de agregar 1 ml de ácido sulfúrico 2 N y 0.5 g de yoduro de potasio, se deja en reposo en la oscuridad durante 10 minutos, titulando entonces el yodo liberado con solución de tiosulfato de sodio 0.001 N, agregando 1 ml de solución indicadora de almidón cuando se acerque al punto final.

Preparación de la muestra de Referencia: Se construye una curva de calibración de 0 a 120 ppm de yodo con sal solar exenta de yoduro o yodato de potasio ni otro compuesto que sea fuente de yodo. **Método A:** Se prepara una solución al 20% de la sal problema. Se transfieren 50 ml de la solución preparada a un erlenmeyer de 250 ml. Después de haber agregado 1 ml de ácido sulfúrico 2 N y 0.5 g de yoduro de potasio se deja en reposo en la oscuridad durante 10 minutos, titulando entonces el yodo liberado con solución de tiosulfato de sodio 0.02 N, agregando 1 ml de la solución indicadora (almidón al 1%), cuando se acerque al punto final. **Método B:** Se prepara una solución al 20% de la sal problema. Se transfieren 25 ml de la solución preparada a un erlenmeyer de 125 ml, se neutraliza la solución con HCl 0.005 N hasta que el indicador cambie de color. **Método C:** Se disuelven aprox. 5 g de sal problema en 20 ml de agua (Sol 1). En 90 ml de una solución etanólica al 60% se disuelve 5 gramos de acetaminofén y se le agregan 10 ml de HCl conc. Se agita por 10 minutos y se adiciona 1 gramo de almidón (Sol 2). Se adiciona 5 ml de la solución 2 a la solución 1; se determina la intensidad de color comparándola con los estándares antes preparados. **Método D:** Se disuelven 5 gramos de la sal problema en 20 ml de una solución de pirogalol al 5% y 2 ml de una solución de ácido oxálico también al 1%. Se determina la intensidad de color en los primeros 60 segundos después de haber adicionado el pirogalol. Compare con un comparador previamente establecido.

¹Estudiante Licenciatura en Química²Licenciado en Química, Escuela de Química. Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia.

TABLA I

Estándares Método Of	Método A		Método B	Método C		Método D
	Conc.	No. Gotas	Conc.	Conc.	Color	
17.6	4	18	N.E.	N.D.	N.D.	+
35.1	8	36	N.E.	Pan. 263U	36.7	++
53.0	12	54	54	Pan. 272U	32.9	+++
95.8	22	98	N.E.	Pan. 273U	27.0	+++++
120.1	28	25	N.E.	Pan. 275U	21.5	+++++

Comparación entre los métodos desarrollados y el método oficial utilizando la sal de referencia o estándar. Conc, Concentración en ppm de yodo; N E., no ensayado; N.D. No detectable; Pan, Pantone (código internacional de color).

TABLA II

Lugar de recolección de muestra	Método A	Método B	Método C	Método D	Método Oficial
C. Aguilar B.	14	No. E.	No detec	Produce Coloración pero de menor intensidad	13.4
C. San Juan	23	No. E.	No detec		18.6
Roosevelt	23	20	No detec		20.2
Periférico	14	No. E.	No detec		12.1
Av. Petapa	14	10	No detec		12.6

Resultados de la determinación de yodo (en ppm de I) en sal expendida en el comercio de la ciudad capital. No. E., No ensayado; No detec, No detectable. Para el método D, existe coloración pero de menor intensidad que el menor estándar trabajado.

DISCUSION Y CONCLUSIONES: El método A es derivado del método oficial, así que no resulta sorprendente obtener valores muy similares a los que el método oficial presenta. La inconveniencia del método radica en la inestabilidad de la solución de tiosulfato de sodio y almidón por efecto microbiológico. El método B utiliza como valorante una solución de HCl estandarizado, el principal problema que se observó es la dificultad para determinar el punto final de la reacción; es importante tener un blanco para comparar o simplemente un comparador, porque la intensidad de color varía después de haber llegado al punto final. El método C fue el más estudiado, debido a que no solo es un método colorimétrico sino que también puede ser cinético. Se utilizó acetaminofén como fuente de p-aminofenol, el cual se obtiene en hidrólisis ácida a temperatura ambiente. Adicionando almidón al medio, queda atrapado el yodo molecular dentro de las cadenas de almidón evitando que escape, produciendo una coloración azul, que es muy estable. El tiempo de aparición del color depende de la concentración de yodo presente, así que se graficó tiempo de aparición del color vrs concentración de yodo y según los resultados,

parece ser que la reacción obedece a una cinética de primer orden ($r = 0.9951$). Aunque se debe confirmar este resultado para determinar si el tiempo es un factor confiable en la determinación de yodo. El método D se rige por la intensidad de color. La reacción se lleva a cabo cuando el pirogalol es oxidado a purpurogalina que es el compuesto coloreado. La reacción es inmediata y dura unos pocos minutos, luego disminuye la intensidad de color. Se desconoce la causa de descomposición de purpurogalina. Este método es muy sensible, pero lamentablemente la solución de pirogalol es tóxica y se oxida muy fácilmente. Los cuatro métodos dan reacción positiva con yodato de potasio. No se efectuó un análisis estadístico comparativo.

REFERENCIA

1. Norma Centroamericana ICAITI 34024 año
2. Norma del Codex Alimentarius. Año pag.
3. Vogel, A. Química Analítica Cuantitativa Kapeluz, Argentina 1960. pp
4. Blaendel W. Elementary Quantitative Analysis. Row. USA 1957. pp
5. Fiegl, A. Spot test in inorganic analysis Elsevier Holanda 1972. pp
6. Aldrich, USA 1986.
7. The Merck Index. Rahway. USA 1989.