

Cátedra de Fisiología de la Facultad de Medicina  
Agregación al Instituto Español de Fisiología y Bioquímica. Santiago  
(Prof. R. Domínguez)

## Estudio espectrofotométrico de la oxidación del amoníaco en presencia del fenol

por Carlos Osorio Pelaez y Karl Konig

(Recibido para publicar el 10 de diciembre de 1952)

En un trabajo anterior de este laboratorio (Domínguez y Reboledo, 2) se ha estudiado la reacción de Berthelot-Thomas, para su aplicación a la valoración del amoníaco. Se determinó entonces la curva típica de color para el producto de la reacción, empleando un fotómetro visual de Pulfrich, encontrando un máximo de absorción situado entre 619 y 729 milimicras.

Posteriormente hemos conocido el trabajo de Hinsberg y Mucke (1), quienes describen que la intensidad de la coloración producida por esta reacción, medida con un fotómetro de Pulfrich, con el filtro S 53, ofrece amplias variaciones en relación con las proporciones mutuas de fenol y de hipoclorito y con el pH del medio.

En el presente trabajo nos hemos propuesto determinar las curvas típicas de color con un espectrofotómetro fotoeléctrico, estudiando al mismo tiempo las variaciones que estas curvas experimentan con las modificaciones del pH.

### Material y métodos

Empleamos como oxidante la lejía alcalina, de 10 grados clorométricos, de la forma descrita en (1). También ensayamos como oxidante la antiformina, producto comercial, que es una disolución de cloro en solución de sosa cáustica. Como patrón de amoníaco, una solución de cloruro amónico, con un contenido de 0,1 mg. de  $\text{NH}_3$  por c.c.

Espectrofotómetro *Unicam*, con célula semiconductor, para el espectro visible. En cada serie de medidas se comprueba la justeza de la

calibración en longitudes de onda y la proporcionalidad en la escala de transparencias, con el filtro de didimio correspondiente al aparato.

En matraces de 100 c.c. se ponen 3 ó 5 c.c. de solución de cloruro amónico, se agregan 10 c.c. de solución acuosa saturada de fenol, se diluye con unos 40 c.c. de agua destilada, se añaden 10 c.c. de lejía o de antiformina y se enrasa hasta 100 con agua destilada, pudiendo hacerse las lecturas pasada una hora, tiempo también suficiente para que se desarrolle plenamente el color, aun cuando el oxidante sea la antiformina. Como solución blanco, para la puesta a 100 del espectrofotómetro, se ponen 10 c.c. de solución de fenol, 10 c.c. de lejía y agua hasta 100. En ocasiones agregamos antes de la dilución final cantidades distintas de ácido acético o de solución de hidróxido sódico, midiendo luego el pH con un equipo de electrodo de vidrio y voltímetro electrónico, de la casa Beckman.

Comparando con el blanco, se miden las transparencias para las longitudes de onda comprendidas entre 400 y 700 milimicras, en intervalos de 10 en 10. Se hallan las extinciones y sus logaritmos, reducidos a negativos, son los que se expresan en las tablas, donde damos los valores a intervalos de 20 milimicras.

## Resultados

En primer término, hallamos la curva típica de color, con lejía alcalina como oxidante y en relación con la concentración. Encontramos un máximo para el logaritmo de la extinción, correspondiente a una longitud de onda de 640 milimicras, que es poco agudo (fig. 1). En la zona de 480 hay un mínimo, también bien definido. La posición del máximo y del mínimo es independiente de la concentración, en la limitada zona de ésta que hemos ensayado. Los valores correspondientes a los diversos puntos de las gráficas pueden verse en la tabla I.

Si usamos la antiformina como oxidante (fig. 2), la curva típica de color tiene la misma marcha, con su máximo en el mismo punto. En cambio, la intensidad del color desarrollado con la antiformina es menor que la que se obtiene con la lejía, produciendo con ésta 3 c.c. de la solución patrón de cloruro amónico la misma intensidad de color que 5 c.c. con la antiformina.

La mezcla reaccionante con la lejía como oxidante tiene un pH de 9'6, aunque al cambiar de lejía el pH puede variar, llegando en algunos casos a 10'3. Agregando solución de sosa conseguimos que la reacción se verifique a valores más altos del pH, desde 10 a 11'8, encontrando (Fig. 3) que el máximo de las correspondientes curvas de color no varía y que el mínimo se desplaza ligeramente a la zona de 500 milimicras con muy discreta variación de la intensidad de color en la zona del máximo.

Acidificando la mezcla reaccionante obtenemos valores del pH de 9'6, 9 y 7'6. La gráfica de las curvas de color (Fig. 4) nos enseña que al irse haciendo el medio ácido, caen profundamente

los valores de absorción en la zona del rojo anaranjado, virando progresivamente el color azul de la solución al verdoso y luego al rojo. A pH 4'9 hay un máximo en 480 milimicras, cuyo valor iguala en intensidad de absorción al mínimo que había en esta zona a pH más elevado, mientras que toda la rama derecha de la curva se hunde muy por debajo de sus valores anteriores.

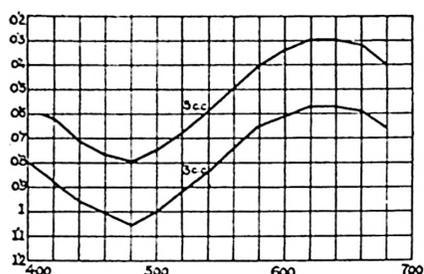
TABLA N.º 1

Longitud de onda	Log. E								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
400	-0'80	-0'59	—	—	—	—	—	—	—
420	-0'88	-0'62	—	—	—	—	—	—	—
440	-0'96	-0'71	—	—	—	—	—	—	—
460	-1'01	-0'77	-1'01	-1'33	-0'77	-0'86	-0'92	-0'84	-0'90
480	-1'06	-0'80	-1'01	-1'33	-0'80	-0'90	-0'96	-0'92	-0'95
500	-1'01	-0'75	-0'96	-1'25	-0'86	-0'93	-0'94	-0'96	-1'01
520	-0'92	-0'68	-0'96	-1'25	-0'79	-0'88	-0'88	-0'92	-1'01
540	-0'84	-0'59	-0'86	-1'18	-0'70	-0'76	-0'80	-0'88	-1'01
560	-0'74	-0'49	-0'80	-1'11	-0'59	-0'65	-0'71	-0'79	-1'01
580	-0'65	-0'40	-0'69	-1'03	-0'49	-0'54	-0'59	-0'72	-0'96
600	-0'61	-0'34	-0'63	-0'92	-0'40	-0'47	-0'54	-0'68	-0'93
620	-0'57	-0'30	-0'59	-0'88	-0'34	-0'41	-0'49	-0'66	-0'92
640	-0'57	-0'30	-0'59	-0'88	-0'32	-0'40	-0'48	-0'64	-0'96
660	-0'59	-0'32	-0'63	-0'92	-0'36	-0'42	-0'50	-0'66	-0'96
680	-0'66	-0'40	-0'68	-0'92	-0'44	-0'52	-0'54	-0'72	-0'96

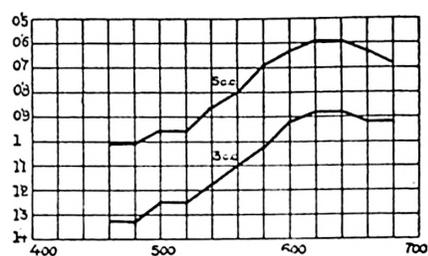
Tabla I.— Las columnas, números de 1 a 9, expresan: (1) Oxidante: lejía; sol. amon., 3 c.c.; pH, 10'3. (2) Oxidante: lejía; sol. amon., 5 c.c.; pH, 10'3 (3) Oxidante: antiformina; sol. amon., 5 c.c.; pH, 10'3 (4) Oxidante: antiformina; sol. amon., 5 c.c.; pH, 10'3. (5) Oxidante: lejía; sol. amon., 5 c.c.; pH 10. (6) Oxidante: lejía; sol. amon., 5 c.c.; pH 11'8. (7) Oxidante: lejía; sol. amon., 5 c.c., pH 9'6. (8) Oxidante: lejía; sol. amon., 5 c.c.; pH, 9. (9) Oxidante: lejía; sol. amon., 5 c.c.; pH, 7'6

*Conclusiones.* — La oxidación del amoníaco en presencia del fenol con la lejía alcalina, produce una coloración cuya curva típica de color, de forma bien regular, presenta un máximo en la zona de 640 milimicras. La posición del máximo no varía con la concentración de amoníaco en la mezcla reaccionante.

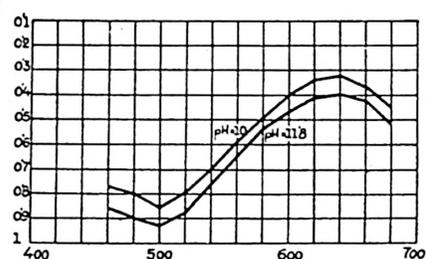
El aumento del pH hasta valores de 11'8 no modifica la posición del máximo. Su descenso por debajo de 9 modifica progresivamente el aspecto de la curva disminuyendo la intensidad de



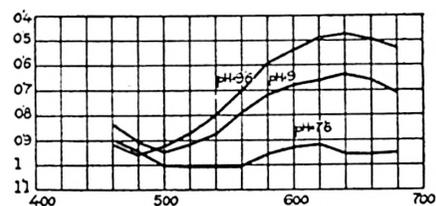
Gráfica n.º 1. — Curvas típicas de color. — Logaritmos de extinciones y longitudes de onda, milimicras. Los números sobre las curvas indican cantidades puestas de solución amoniacal. Oxidante: lejía alcalina



Gráfica n.º 2. — Igual que gráfica n.º 1. Oxidante: antiformina



Gráfica n.º 3. — Curvas típicas de color y pH



Gráfica n.º 4. — Curvas típicas de color y pH

la absorción en la zona del rojo y desplazando el máximo hacia las longitudes de onda corta.

Empleando la antiformina como oxidante se obtienen a pH alto curvas típicas de color semejantes a las obtenidas con lejía alcalina.

### Resumen

Se describe la curva típica de color para el producto de la oxidación del amoníaco en presencia del fenol y se estudian sus cambios al variar la concentración y el pH.

### Summary

The typical colour curve of the product of ammonium oxidation in the presence of phenol is described and the changes thereof in varying the concentration and the pH are studied.

### Bibliografía

- (1) HINSBERG, K., Y MUCKE, K. : *Biochem. Z.*, **297**, 332, 1938.
- (2) REBOREDO CASA, J., Y DOMÍNGUEZ, R. : *Anal. R. Soc. Españ. Física y Quím. Serie B: Quím.*, **45**, 1607, 1949.