TÍTULO: Determinación colorimétrica de fenoles en agua por el método de la 4-aminoantipirina

---

1.- INTRODUCCIÓN

Desde el punto de vista analítico el término fenol engloba este producto y sus homólogos inmediatamente superiores. El fenol se emplea como patrón y el resultado obtenido corresponde a la concentración mínima de compuestos fenólicos presentes en el muestra (ver nota 8.1).

El método colorimétrico de la 4-aminoantipirina es muy sensible y está particularmente bien adaptado para contenidos entre 0,1 mg/l y 5 mg/l. Este método permite la determinación del fenol y de los compuestos sustituidos en orto y meta, pero no la de los compuestos sustituidos en para (por ejemplo los p-cresoles).

2.- PRINCIPIO

Los compuestos fenólicos reaccionan con la 4-aminoantipirina a pH básico (nota 8.3) y en presencia de ferricianuro potásico, para formar un compuesto coloreado de antipirina, susceptible de una determinación espectrofotométrica a 510 nm.

3.- MATERIAL

- Matraces aforados.
- Pipetas.
- Tubos de ensayo

- Vasos de precipitados, embudos, y otro material general de laboratorio.

El material de vidrio a utilizar deberá estar completamente limpio, debiendo enjuagarse previamente a su utilización con agua desmineralizada, con la propia muestra o con el reactivo a utilizar según sea el caso.

El material volumétrico a utilizar deberá ser siempre de clase A.

4.- APARATOS

- Espectrofotómetro UV/Vis.
- Medidor de pH.

5.- REACTIVOS

- Agua desmineralizada de calidad ISO tipo 1 (Milli Q o equivalente).
- 4-Aminoantipirina.
- Fenol
- Ferricianuro potásico
- Disolución de hidróxido amónico 25%

TÍTULO: Determinación colorimétrica de fenoles en agua por el método de la 4-aminoantipirina

---

- Cloruro amónico

- Tartrato doble de sodio y potasio

Todos los reactivos a utilizar deberán ser de calidad P.A. y deberán ser chequeados mediante la realización de un análisis en blanco para comprobar que no contienen compuestos que puedan dar lugar a interferencias.

6.- PROCEDIMIENTO

6.1.- Preparación de la disolución tampón de pH 9,5

Pesar 34 gramos de cloruro amónico, 200 mg de tartrato de sodio y potasio y disolver en aproximadamente 800 ml de agua desmineralizada; añadir 15 ml de disolución de hidróxido amónico y ajustar el pH de la disolución a un valor de 9,5 mediante la adición de disolución de hidróxido amónico. Ajustar el volumen a 1000 ml con agua destilada.

6.2.- Preparación de la disolución de 4 aminoantipirina

Pesar 20 gramos de 4-aminoantipirina y disolver en 1000 ml de agua destilada.

6.3.- Preparación de la solución de ferricianuro potásico

Pesar 2 gramos de ferricianuro potásico y disolver en 100 ml de agua destilada.

TÍTULO: Determinación colorimétrica de fenoles en agua por el método de la 4-aminoantipirina

---

6.4.- Preparación de la curva de calibrado

Preparar una disolución inicial de fenol con una concentración de 5 mg/l.

En una serie de tubos de ensayo introducir sucesivamente:

	B	I	II	III	IV	V	VI	VII
Solución patrón de fenol de 5 mg/l	0	0,2	0,5	1	1,5	2	5	10
Agua destilada	10	9,8	9,5	9	8,5	8	5	0
Solución tampón	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Disolución de 4-aminoantipirina	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Disolución de ferricianuro potásico	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Correspondencia en mg/l de fenol	0	0,1	0,25	0,5	0,75	1	2,5	5

Agitar el contenido de los tubos, esperar cinco minutos para que se desarrolle el color y efectuar las lecturas en el espectrofotómetro a la longitud de onda de 510 nm. Trazar la curva de calibrado concentración/absorbancia.

6.5.- Tratamiento de las muestras

Tomar 10 ml de la muestra y proceder de la misma forma que se ha descrito para la curva de calibrado. Efectuar las lecturas en el espectrofotómetro a 510 nm, Interpolar los valores de absorbancia en la curva de calibrado para obtener los valores de concentración.

TÍTULO: Determinación colorimétrica de fenoles en agua por el método de la 4-aminoantipirina

---

7.- CÁLCULOS

Para una muestra de 10 ml, el contenido de fenoles, expresado en miligramos por litro de agua, se obtiene directamente a partir de la recta de calibrado.

8.- OBSERVACIONES

8.1.- Los distintos fenoles reaccionan de forma diferente con la 4-aminoantipirina, dando una coloración que depende de su composición química. Así pues es más un "índice de fenol" que un contenido en uno u otro compuesto fenólico lo que permite obtener este método.

8.2.- Los grupos que pueden fijarse sobre el núcleo bencénico tienen cierta tendencia a disminuir la sensibilidad de la reacción coloreada, las sustituciones disminuyen la respuesta.

8.3.- El pH elevado permite evitar interferencias en la coloración que se dan a pH 8

9.- EXCEPCIONES

No procede.

10.- CLAUSULA DE ESCAPE

De existir algún problema acudir al técnico responsable.

TÍTULO: Determinación colorimétrica de fenoles en agua por el método de la 4-aminoantipirina

---

11.- REVISIONES

Una vez al año salvo introducción de modificaciones.

12.- RESPONSABILIDADES

El operario es responsable del seguimiento de este PNT.

13.- DOCUMENTACIÓN

J. Rodier. Análisis de las aguas
Ed. Omega S.A., Barcelona, 1981. ISBN: 82-282-0625-2

L.S. Clesceri, A.R. Greenberg, R.R. Trussell (eds.). Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 17ª Ed.
Port City Press, Baltimore, 1989. ISBN: 0-87553-161-X