

Universidad Nacional de La Plata. Facultad de Química y Farmacia.
Cátedra de Toxicología y Química Legal.

Estudios sobre ácidos hydroxámicos.

III. Microreconocimiento de hidroxilamina como formohidroxamato ferrico. Tecnicas a la gota y en microtubo.

Por

Omar A. Guagnini y Eugenio E. Vonesch.

(Recibido Agosto 24, 1953.)

El reconocimiento de hidroxilamina por transformación en ácido formohidroxámico y su consecutiva apreciación colorimétrica como quelato férrico, ya ha sido estudiada en un trabajo anterior⁴; en éste se le ha aplicado y perfeccionado como técnica a la gota y en microtubo.

Las reacciones descriptas para el micro-reconocimiento de hidroxilamina presentan algunas dificultades; así, la reacción con diacetilmono-oxina y sal de níquel resulta interferida por grandes cantidades de hidracina⁵; con salicilaldehida y sal de cobre exige agregar los reactivos sucesivamente y en cantidades definidas, además es interferida por la hidracina²; la descripta por *Feigl y Steinhäuser*³ basada en sus propiedades reductoras es inespecífica. La apreciación por conversión en ácido nitroso es la más sensible, pero con la desventaja propia de los métodos por diazotación¹.

La transformación de la hidroxilamina en ácido formohidroxámico y el reconocimiento de éste con sal férrica⁴, posee ventajas sobre las técnicas antes citadas; es específica, no resulta interferida por la hidracina y su sensibilidad alcanza a 0,1 μg de hidroxilamina base.

La técnica de la reacción ejecutada en microtubo, es simple; efectuada a la gota requiere el artificio de operar con piedra de toque calentada previamente, con lo que resulta factible manteniendo su sencillez. Ambas han sido aplicadas al reconocimiento de la hidroxilamina en presencia de sustancias orgánicas y en reacciones analíticas funcionales.

Reactivos:

A) Solución de formaldehida al 20% conteniendo 0,5 g por mil de sal de Mohr (sulfato ferroso-amónico) y acidificada con 0,5 ml por mil de ácido sulfúrico concentrado.

B) Persulfato de potasio, sólido de probado poder oxidante.

Técnica:

1. En Microtubo: A una gota de solución problema se agrega una a dos gotas de *A* y aproximadamente 10 mg de *B*. Se calienta en baño de maría a ebullición por 1 a 2 minutos y observa después de 5 minutos. Con 0,2 μg de hidroxilamina se obtiene una coloración debilmente rosada, que con cantidades mayores resulta rojo-violeta.

2. A la Gota en Piedra de Toque: Se calienta una piedra de toque en estufa a 50—60° o mejor rapidamente con una lámpara de rayos infrarrojos. La solución problema y los reactivos se anaden con la misma técnica indicada anteriormente, siendo los resultados similares.

La hidracina no interfiere; en grandes cantidades (centigramos) produce coloración amarilla.

Conclusiones.

La reacción descrita resulta específica para la hidroxilamina, siendo su límite de identificación de 0,1 μg y la concentración límite 1:50000, para la hidroxilamina base.

Zusammenfassung.

Der in einer früheren Arbeit beschriebene Nachweis von Hydroxylamin als Eisen(III)hydroxamat kann auch als Tüpfelreaktion oder in einer Mikroprouvette ausgeführt werden. Die Erfassungsgrenze beträgt 0,1 μg Hydroxylamin, die Grenzkonzentration 1:50000.

Summary.

The detection of hydroxylamin as ferric hydroxamate has been described in a preceding article. Its small-scale performance as spot test and in a small test tube is described. The limit of identification is 0.1 μg hydroxylamine and the limiting concentration is 1:50000.

Résumé.

La recherche de l'hydroxylamine en hydroxamate de fer-III décrite dans un travail antérieur peut être effectuée aussi sous forme d'analyse à la touche ou en micro-éprovette. La sensibilité absolue atteint 0,1 μg d'hydroxylamine et la limite de dilution 1:50000.

Bibliografía.

¹ J. Blom, Ber. dtsh. chem. Ges. **59**, 121 (1926); comp. G. Endres, Ann. Chem. **518**, 109 (1935).

² F. Feigl y R. Schwarz, Rec. trav. chim. Pays-Bas **58**, 474 (1939); comp. F. Feigl, Spot Tests, Vol. I, 4th English ed., p. 223. Amsterdam: Elsevier Publ. Co. 1954.

³ F. Feigl y M. Steinhäuser, Mikrochem. **35**, 553 (1950).

⁴ O. A. Guagnini y E. E. Vonesch, Anal. Asoc. Quím. Argentina **41** (1953) en prensa.

⁵ W. N. Hirschel y J. A. Verhoeff, Chem. Weekbl. **20**, 319 (1923).