

Iniciación a la bromatología (prácticas)	Protocolos de análisis	Ref: 11.2
HIERRO EN AGUA (ESPECTROFOTOMETRÍA)		

OBJETO Y FUNDAMENTOS

La ortofenantrolina reacciona con el Fe^{++} , originando un complejo de color rojo característico que absorbe notablemente en las regiones del espectro visible de alrededor de 505 nm. El Fe^{+++} no presenta absorción a esa longitud de onda y debe ser reducido a Fe^{++} mediante un agente reductor apropiado, como el clorhidrato de hidroxilamina. La reacción es cuantitativa i reproducible en un amplio intervalo de pH, siendo el óptimo entre 6 i 9.

MATERIAL

Cubetas para espectrofotómetro.

Dosificador gotero

Espectrofotómetro

Frasco lavador

Matraces aforados de 100 ml (2).

pHmetro

Pipeta aforada de 2 ml

Pipeta aforada de 50 ml

Pipetas aforadas de 5 ml

Vasos de pp de 100 ml (2).

Para la curva de calibrado:

(Además de parte del material anterior)

Balanza analítica

Bureta de 25 ml

Matraz erlenmeyer de 250 ml

Matraces aforados de 100 ml (6)

Pipeta aforada de 1 ml

Pipeta aforada de 2 ml

Pipeta aforada de 5 ml

Vasos de pp de 100 ml

REACTIVOS

1,10-fenantrolina (Disolver 0'50 gramos de ortofenantrolina monohidrato en agua destilada, calentando y agitando. Dejar enfriar y llevar a volumen hasta 100 ml en matraz aforado).

Clorhidrato de hidroxilamina (Disolver 10 gramos en 100 ml de agua destilada).

Ácido sulfúrico concentrado y ácido sulfúrico diluido.

Amoníaco concentrado y amoníaco diluido.

Agua destilada.

Para la curva de calibrado:

Sulfato de amonio ferroso, pa.

Disolución de permanganato de potasio 0'1 N (no es preciso que esté titulada).

METODOLOGÍA

- 1.- Preparar una curva de calibrado tal como se describe al final de este apartado.
- 2.- Tomar 50 ml de muestra y transferir a un vaso de pp de 100 ml.
- 3.- Añadir 5 ml de la disolución de clorhidrato de hidroxilamina y 2 ml de disolución de reactivo de ortofenantrolina.
- 4.- Comprobar que el pH esté entre 6 i 9. Si no es así, corregir con disolución de amoníaco o de ácido sulfúrico.
- 5.- Transferir a matraz aforado de 100 ml, enrasar y homogeneizar.
- 6.- Proceder desde el punto 2 con un blanco de agua destilada exenta de hierro.
- 7.- Esperar un tiempo mínimo de 1 hora i leer la absorbancia a 505 nm, calibrando el 0 de absorbancia (100 % de transmitancia) con el blanco.
- 8.- Determinar la concentración correspondiente a la curva de calibrado.

Obtención de la curva de calibrado:

- 1.- Disolver 0'7022 gramos de sulfato ferroso amónico pa, con ayuda de unas gotas de ácido sulfúrico concentrado, en un erlenmeyer de 250 ml.
- 2.- Añadir, con bureta, disolución de permanganato de potasio hasta coloración rosa persistente.
- 3.- Transferir a un matraz aforado de 1 litro, enrasar y homogeneizar; un ml de esta disolución madre contiene 0'1 miligramos de hierro (si no se ha pesado exactamente la cantidad indicada, efectuar la corrección oportuna).
- 4.- Preparar disoluciones de trabajo, transfiriendo a vasos de precipitados de 100 ml con 50 ml de agua destilada exenta de hierro, porciones de 0 ml (blanco), 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml y 5 ml de disolución madre, junto con 5 ml de solución de clorhidrato de hidroxilamina y 2 ml de solución del reactivo de ortofenantrolina.
- 5.- Comprobar y corregir el pH (entre 6 i 9), ayudándose, si ello fuera necesario, de amoníaco o de ácido sulfúrico.
- 6.- Transferir las disoluciones de trabajo a matraces aforados de 100 ml, enrasar i homogeneizar.
- 7.- Esperar un tiempo mínimo de 1 hora i leer las absorbancias a 505 nm frente al blanco.
- 8.- Construir una gráfica representando en abscisas las concentraciones en miligramos/litro y en ordenadas la absorbancia (las disoluciones de trabajo de 1, 2, 3, 4 y 5 ml de soluciónmadre corresponden respectivamente a concentraciones de 1, 2, 3, 4 y 5 miligramos/litro).

CÁLCULOS

El resultado se expresa en ppm (partes por millón); una parte por millón equivale a un miligramo de hierro por cada litro de agua:

$$\text{ppm(Fe)} = \frac{100}{v} \cdot C$$

siendo v el volumen de muestra en ml y C la concentración según la curva de calibrado.

OBSERVACIONES

En aguas de alto contenido en hierro, proceder con cantidades menores de muestra (y corregir adecuadamente los cálculos); en todos los casos, la cantidad de muestra deberá ser tal que el contenido de hierro en la misma deberá estar comprendido entre 0'1 y 0'5 miligramos.

El método es apto para aguas incoloras y con niveles inapreciables o muy bajos de cobre y/o cobalto.

Si no disponemos de espectrofotómetro pero disponemos de un colorímetro de filtros, trabajaremos con un filtro con haz entre 460 y 520 nm.

Cuestionario 11.2.- Hierro en agua (espectrofotometría)

- 1.- Hacer el esquema gráfico del procedimiento analítico.
- 2.- Deducir razonadamente la fórmula utilizada en los cálculos.
- 3.- Confeccionar el correspondiente "boletín de análisis".