

FERRO EN AIGUA (ESPECTROFOTOMETRIA)

OBJECTE I FONAMENTS

La ortofenantrolina reacciona amb el Fe^{++} , originant un complex de color roig característic que absorbeix notablement a les regions de l'espectre visible de al voltant dels 505 nm. El Fe^{+++} no presenta absorció en aquesta longitud d'ona i cal reduir-lo prèviament a Fe^{++} mitjançant un agent reductor adient, com pe. el clorhidrat d'hidroxilamina. La reacció és quantitativa i reproduïble dins d'un ampli ventall de pH, essent l'òptim el comprès entre 6 i 9.

MATERIAL

Cubetes per espectrofotòmetre.

Dosificador comptagotes

Espectrofotòmetre

Flascó rentador

Matrassos aforats de 100 ml (2).

pHmetre

Pipeta aforada de 2ml

Pipeta aforada de 50 ml

Pipetes aforada de 5 ml

Vasos de pp de 100 ml (2).

Per la corba de calibrat:

(A més de part del material anterior)

Balança analítica

Bureta de 25 ml

Matràs erlenmeyer de 250 ml

Matrassos aforats 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

REACTIUS

1,10-fenantrolina (Dissoldre 0'50 grams de ortofenantrolina monohidrat en aigua destil·lada, escalfant i agitant. Deixar refredar i portar a volum fins a 100 ml).

Clorhidrat d'hidroxilamina (Dissoldre 10 grams en 100 ml d'aigua destil·lada).

Àcid sulfúric concentrat i àcid sulfúric diluït.

Amoníac concentrat i amoníac diluït.

Aigua destil·lada.

Per la corba de calibrat:

Sulfat d'amoni ferrós, pa.

Dissolució de permanganat de potassi 0'1 N (no cal que estigui titulada).

METODOLOGIA

- 1.- Preparar una corba de calibrat tal com es descriu al final d'aquest apartat.
- 2.- Prendre 50 ml de la mostra, i transferir a un vas de pp de 100 ml.
- 3.- Afegir 5 ml de la dissolució de clorhidrat d'hidroxilamina i 2 ml de dissolució de reactiu d'ortofenantrolina.
- 4.- Comprovar que el pH estigui comprés entre 6 i 9, i si no ho està, corregir amb dissolució d'amoníac o d'àcid sulfúric.
- 5.- Transferir a un matràs aforat de 100 ml, arrasar i homogeneïtzar.
- 6.- Procedir des del el punt 2 amb un blanc d'aigua destil·lada exempta de ferro.
- 7.- Esperar un temps mínim de 1 hora i llegir l'absorbància a 505 nm, calibrant el 0 d'absorbància (100 % de transmissió) amb el blanc.
- 8.- Determinar la concentració corresponent a la corba de calibrat.

Obtenció de la corba de calibrat:

- 1.- Dissoldre 0'7022 grams de sulfat ferrós amònic pa, amb l'ajut d'unes gotes d'àcid sulfúric concentrat, en un erlenmeyer de 250 ml.
- 2.- Afegir, amb bureta, dissolució de permanganat de potassi fins coloració rosa persistent.
- 3.- Transferir a un matràs aforat de 1 litre, arrasar i homogeneïtzar; un cm³ d'aquesta dissolució mare conté 0'1 mil·ligrams de ferro (si no s'ha pesat exactament la quantitat indicada, fer la correcció adient).
- 4.- Preparar dissolucions de treball, transferint a vasos de precipitats de 100 ml amb 50 ml d'aigua destil·lada exempta de ferro, porcions de 0 ml (blanc), 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml i 5 ml de dissolució mare, junt amb 5 ml de solució de clorhidrat d'hidroxilamina i 2 ml de solució del reactiu d'ortofenantrolina.
- 5.- Comprovar i corregir el pH (entre 6 i 9), amb l'ajut, si escau, d'amoníac o d'àcid sulfúric.
- 6.- Transferir les dissolucions de treball a matrassos aforats 100 ml, arrasar i homogeneïtzar.
- 7.- Esperar un temps mínim de 1 hora i llegir les absorbàncies a 505 nm enfront del blanc.
- 8.- Construir una gràfica representant en abscisses les concentracions en mil·ligrams/litre i en ordenades l'absorbància (les dissolucions de treball de 1, 2, 3, 4 i 5 ml de solució mare corresponen respectivament a concentracions de 1, 2, 3, 4 i 5 mil·ligrams/litre).

CÀLCULS

El resultat s'expressa en ppm (parts per milió); una part per milió equival a un mil·ligram de ferro per cada litre d'aigua:

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

essent v el volum de mostra (ml) i C la concentració segons la corba de calibrat.

OBSERVACIONS

Per aigües d'alt contingut en ferro, procedir amb quantitat menors de mostra; en tot cas, la quantitat de mostra haurà de ser tal que el contingut de ferro haurà d'estar comprès entre 0'1 i 0'5 mil·ligrams.

El mètode és apte per aigües incolores i que no continguin quantitats apreciables de coure i/o cobalt.

Si en lloc d'un espectrofotòmetre es disposa d'un colorímetre a filtres, treballar amb un filtre de ventall dins del marge entre 460 i 520 nm.

Qüestionari 11.2.- Ferro en aigua (espectrofotometria)

- 1.- Fer l'esquema gràfic del procediment analític.
- 2.- Deduir raonadament la fórmula utilitzada en els càlculs.
- 3.- Confeccionar el corresponent "butlletí d'anàlisi".