DETERMINACION DE HIERRO CON 1,10 FENANTROLINA

OBJETIVO: Evaluar un método colorimétrico utilizando un fotómetro de filtros y un espectrofotómetro.

TEORIA.- Cuando las moléculas interactúan con la energía radiante en la región visible y ultravioleta, la absorción consiste en desplazar un electrón exterior de la molécula. Se ha observado que el espectro de absorción es una función de la estructura completa de una sustancia; por ello, es una propiedad altamente específica de la estructura molecular del material absorbente. Desgraciadamente, ciertos factores influyen en los espectros obtenidos (por ejemplo, el solvente empleado, pH, etc.) factores que deben controlarse para un estudio cuidadoso en particular.

En el año de 1939 Ringbom introdujo un nuevo método de representar gráficamente los datos espectrofotométricos, en el cual el % de absortancia (absortancia = 1-transmitancia o % de absortancia 100-% de transmitancia, no confundirla con absorbancia que es -log T) se traza en función del log de la concentración. En realidad, el % de T puede emplearse directamente como función de ordenada, sin embargo, hay cierta ventaja práctica en el uso de la absortancia, por el hecho de que las concentraciones bajas se hallan asociadas en absortancias también bajas y la pendiente de la curva es positiva. Cuando se trazan los datos espectrofotométricos según el método de Ringbom siempre se obtiene una sigmoides o curva en forma de S.

El tipo Ringbom de gráfica presenta dos particularidades especialmente útiles: a) muestra a simple vista el ámbito de concentración donde el error analítico es mínimo, ésto es el ámbito de concentración correspondiente a la porción prácticamente lineal de la pendiente; b) puede evaluarse la precisión del análisis a cualquier concentración, o en cualquier ámbito de concentración.

PROCEDIMIENTO.- Construir la siguiente Curva de Calibración.

Mls. de solución Patron 100ppm.	mls. H_2O	mls. Hidroxilamina	mls. 1,10 fenantrolina	mls. acetato de sodio
0.0	20	2	5	5
0.5	20	2	5	5
1.00	20	2	5	5
2.00	"	"	"	"
3.00	"	"	"	"
4.00	"	"	"	"
5.00	"	"	"	"
10.00	"	"	"	"
20.00	"	"	"	"
30.00	"	"	"	"

Se comprueba el pH de cada solución con papel indicador; cualquier pH entre 3 y 6 es satisfactorio. Se agrega amoníaco, si fuera necesario, para llevar al pH por encima de 3.

Se agita, y se afora a 100mls. con agua espere que se desarrolle color (15-30 min)

Selección del filtro y longitud de onda adecuada para el análisis:
Utilizando la solución preparada con 4mls. del patrón, seleccione el filtro adecuado mediante el método de tabulación. Midase la absorbancia entre 400 y 600nm de 5 en 5nm y trácese la gráfica de absorbancia en función de la longitud de onda usando el espectrofotómetro y encuéntrese la λ max.

TRATAMIENTO DE LA MUESTRA PROBLEMA (se sugiere una caliza, un abono o un suelo)

Caliza o abono: Pesar 0.5g y agregar 10mls. de agua destilada (a.d.) y 2-3mls. de HCl concentrado, se agita, se diluye a 25mls. y se filtra, recogiendo el filtrado en un matraz aforado de 100mls. Se lava con agua el residuo en el papel filtro. Se ensaya el papel con unas gotas de HCl concentrado; un color amarillo indica que el papel contiene todavía algo de hierro. Se pasa el hierro lo más completo posible al matraz aforado y se diluye con agua, completando el volumen a 100mls. , se mezcla bién. Se toma una alicuota (5,10 o 20mls) y se desarrolla color en la misma forma que a los estándares. La alícuota adecuada será aquella que proporcione una absorbancia entre 0.2 y 0.8

S U E L O .-

Se tamiza para eliminar partículas de diámetro mayor de 2mm; se pesa una muestra de 2g, se adiciona 2-3mls de agua y 10 mls de HNO_3 concentrado; se calienta 10 minutos sobre una placa caliente en una buena vitrina para eliminar los humos de ácido y posteriormente se agregan 5 mls. de $HClO_4$ concentrado, se continúa calentando hasta casi sequedad. No se debe sobrecalentar porque los fosfatos de hierro resultantes son difíciles de disolver. Se enfría, se agregan 20 mls. de HCl 6M, se filtra y se lava el papel con HCl 6M.

El filtrado y los lavados se aforan a 100mls. A partir de ésta solución se toman alícuotas que proporcionen absorbancias entre 0.2 y 0.8.

R E P O R T E:

1.- Determinación del filtro adecuado

Filtro	U.K.	Absorbancia	Concentración
Azul			
Verde			
Amarillo			
Rojo			

Filtro adecuado _____

2.- Determinación de la λ max.