ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA

OBJETIVO Estudiar algunas variables de la solución en la cuantificación de un metal por absorción atómica; aprender a optimizar y manejar el instrumento.

INTRODUCCION

La espectroscopía de absorción atómica es un método para la detección y determinación de elementos químicos. particularmente de elementos metálicos.
Los compuestos para su análisis se tienen que romper en los atomos que los constituyen ello se realiza generalmente en una llama a alta temperatura. Los átomos absorven luz en bandas muy estrechas de longitud de onda, que se conocen como lineas. Este comportamiento es característico de los átomos en estado gaseoso.

PROCEDIMIENTO

Preparación de estándares: Se prepara una solución patrón que contenga 100 ppm de iones Zn^{++}. Se prepara un litro de esta solución, usando Zn en polvo y HCl Q.P. en una cantidad mínima para disolver el Zn SO4 .7H_2O con 0.110g/250mls. con 1 ml. de HCl 6N. Se preparan a partir de estas soluciones patrón, soluciones estándar conteniendo las siguientes concentraciones (usando matraces volumétricos de 100ml): 0.25, 0.5, 1.0, 1.5, 2.5, 5.0 y 10.0 ppm (usar HCl 0.1N para el aforo). Usando el aparato de absorción atómica, se obtiene la lectura para el HCl 0.1N y de ser posible, calibrar el instrumento con el mismo.
Se obtiene la lectura de cada solución y se limpia la flama del quemador después de cada solución.

-Para preparar muestras de vegetales o alimentos, se pesan 10 gr. de muestra que debería ser homogénea, en caso contrario se recomienda licuarlas, se transfieren a un crisol y se desecan cuidadosamente. Se calcina en mechero hasta que no desprenda humos y se pasa a una mufla hasta desaparición del carbon (temperatura de 500 a 550°C). Se disuelven las cenizas con .2ml. de HCl (1:1) se añaden 10ml. de H_2O y se evapora a sequedad. Se agregan 10 ml. de HCl 0.1N y se continúa calentando aproximadamente 3 minutos . Se filtran recibiendo en un matràz de 100ml. se lava el crisol y filtro con varias porciones de HCl 0.1N de 5 a 10 ml. (se deben recoger en el balón de 100ml) se enfría y se afora hasta la marca con HCl 0.1n; se toma la lecutra de la muestra en el espectrofotómetro de absorción atómica; si son necesarias diluciones posteriores, hacerlas con HCl 0.1N hasta que se obtenga la concentración adecuada en el aparato.
Para observar el efecto de una sal y de la viscocidad de la solución, sobre la absorción de radiación en la llama. se preparan 2 soluciones de 5ppm de Zn una de las cuales contiene 10% de NaCl y la otra 10% de glicerina.
Para analizar suelo agrícola, se parte de 5-10g de muestra, que se seca a la estufa se agita por 5 min. con 20mls. de citrato de amonio al 5% para extraer los metales pesados, se filtra y se lava el residuo con un mínimo de agua; el filtrado y las aguas de lavado reunidas se diluyen hasta 50ml. o 100mls.
Se debe hacer un blanco de reactivos, según la muestra usada.
Finalmente, se llevan al atomizador los estandares, blanco de reactivos, problemas, agua destilada y agua de la llave.

SEPARACION POR INTERCAMBIO IONICO

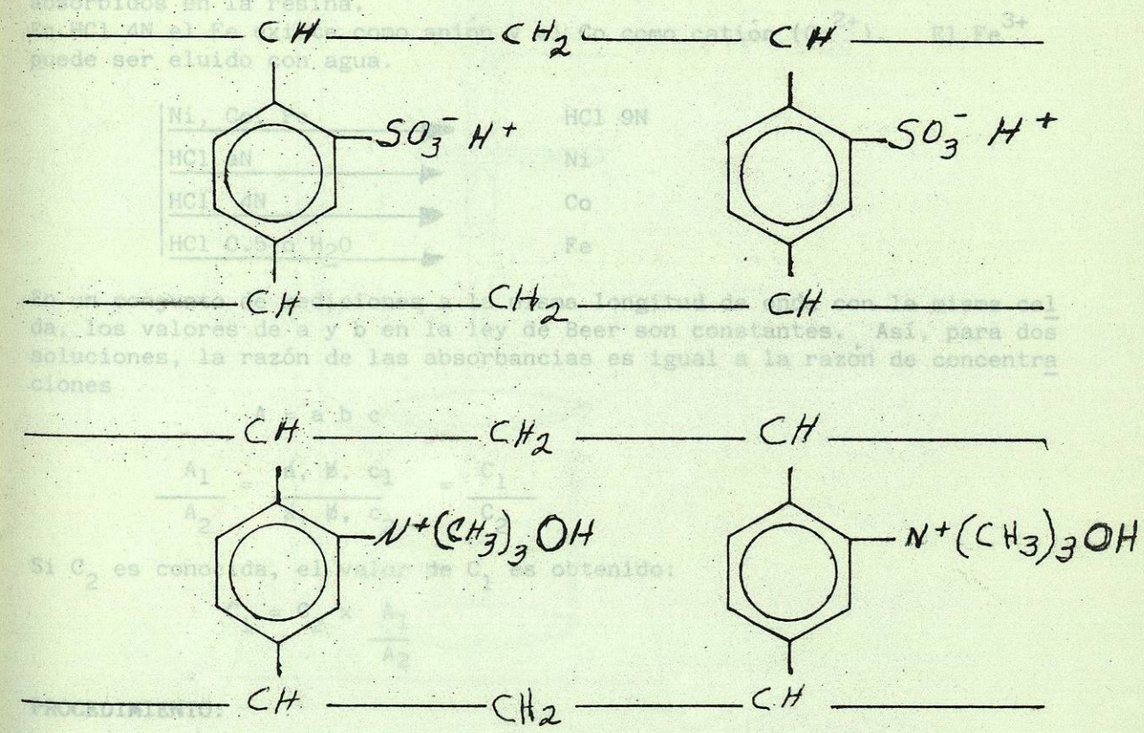
OBJETIVO:

Separar una mezcla de metales (Fe, Co) usando la técnica de intercambio iónico y medir su concentración usando espectrofotometría.

TEORIA:

Muchas separaciones las cuales son tediosas y difíciles, por otros medios son realizadas rápida y fácilmente por intercambio iónico.
Este método involucra absorción de una mezcla de iones sobre una resina de intercambio iónico, seguida por remoción selectiva de cada ión.

En la figura siguiente se muestra la estructura de una resina sintética de intercambio iónico. Las unidades básicas son monomeros que al unirse forman polímeros de alto peso molecular. los sitios de intercambio consisten de un ión simple y pequeño que puede ser intercambiado por otro ión de la misma carga. Las resinas de intercambio aniónico intercambian aniones y las resinas de intercambio cationico intercambian cationes.



a reacción química que ocurre cuando el intercambio toma lugar entre un ión Na^+ y una resina catiónica (R) con iones hidrógeno intercambiables - se puede representar como sigue:

$$R - H + Na^+ \rightleftharpoons R - Na + H^+$$

La ecuación para la reacción entre una solución que contiene iones Cl^- y una resina aniónica con iones hidroxilo se puede representar por:

$$R - OH + Cl^- \rightleftharpoons R - Cl + OH^-$$

En éste experimento, separará una mezcla de Co y Fe con una resina de intercambio aniónico. La base para la separación es la formación de aniones en ácido clorhídrico.

$$CO^{2+} + 4Cl^- \rightleftharpoons CoCl_4^{2-}$$

$$Fe^{3+} + 4Cl^- \rightleftharpoons FeCl_4^-$$

Si el HCl (fuente de Cl^-) es diluído, las reacciones procederán a la izquierda; y el Co y Fe existen como cationes (Co^{2+}, Fe^{3+}) .
En HCl más concentrado el cobalto y fierro (en forma de aniones) están - absorbidos en la resina.
En HCl 4N el Fe existe como anión y el Co como catión (Co^{2+}). El Fe^{3+} puede ser eluido con agua.

Ni, Co, Fe →	HCl 9N
HCl aN →	Ni
HCl 4N →	Co
HCl 0.5 o H_2O →	Fe

En un conjunto de mediciones a la misma longitud de onda con la misma celda, los valores de a y b en la ley de Beer son constantes. Así, para dos soluciones, la razón de las absorbancias es igual a la razón de concentraciones

$$A = a\ b\ c$$

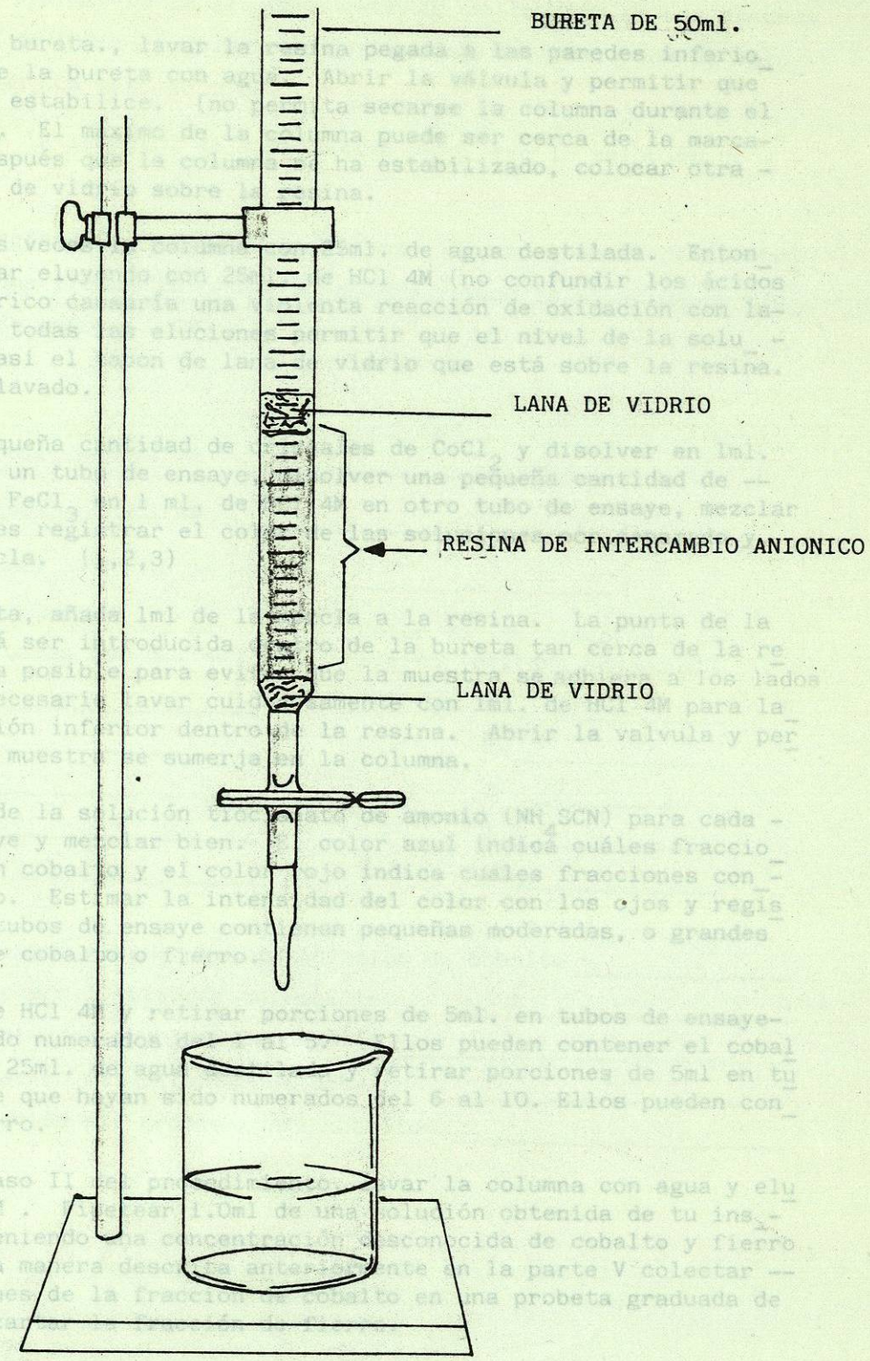
$$\frac{A_1}{A_2} = \frac{\cancel{a},\ \cancel{b},\ c_1}{\cancel{a},\ \cancel{b},\ c_2} = \frac{C_1}{C_2}$$

Si C_2 es conocida, el valor de C_1 es obtenido:

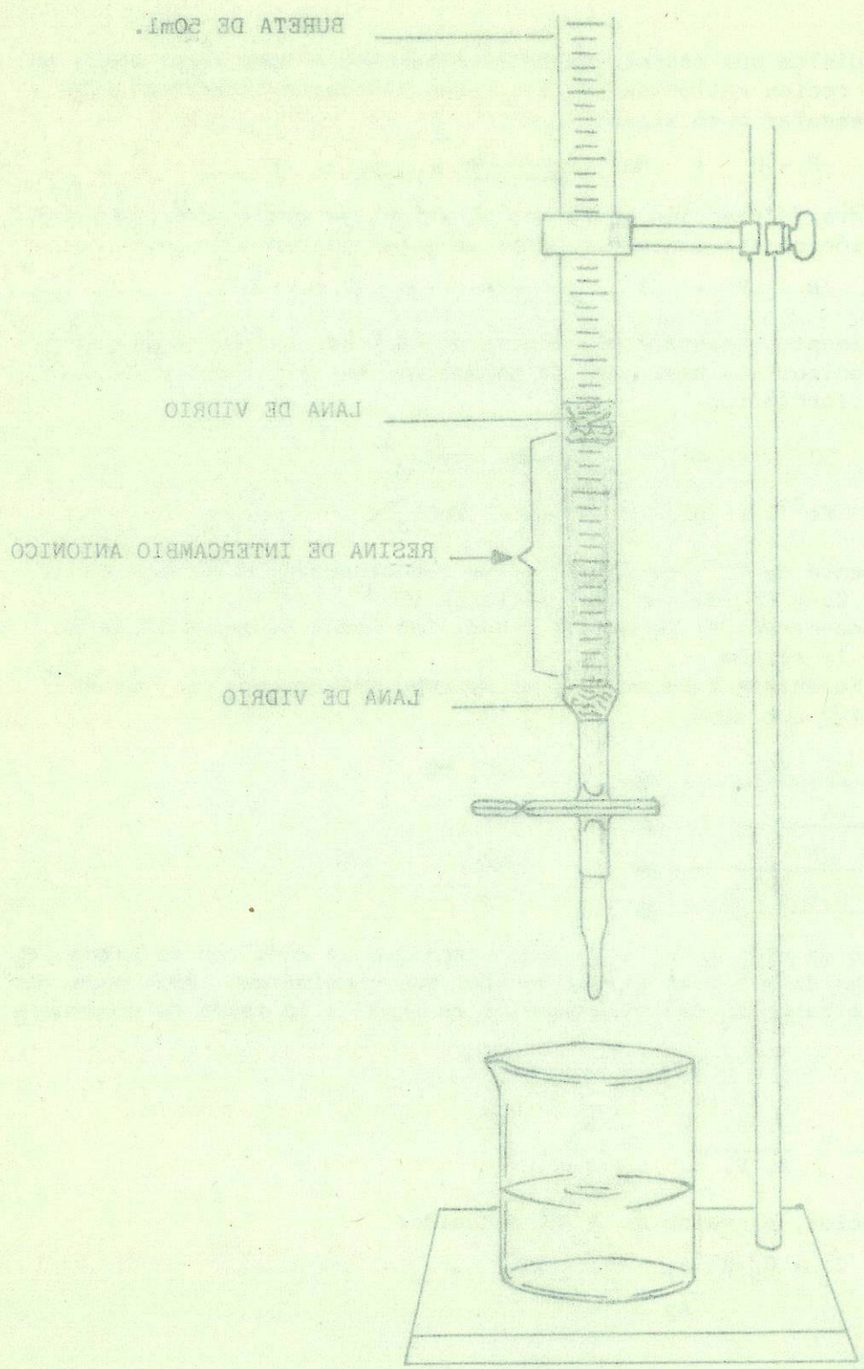
$$C_1 = C_2 \times \frac{A_1}{A_2}$$

PROCEDIMIENTO:

1.- Construir una columna de intecambio iónico (ver figura) . Poner una- pequeña bolita de lana de vidrio en el fondo de una bureta cilíndrica de 50ml. vertir una lechada aquosa de resina de intercambio aniónico


BURETA DE 50ml.
LANA DE VIDRIO
RESINA DE INTERCAMBIO ANIONICO
LANA DE VIDRIO

102111497



dentro de la bureta., lavar la resina pegada a las paredes inferiores dentro de la bureta con agua. Abrir la válvula y permitir que la resina se estabilice. (no permita secarse la columna durante el experimento). El máximo de la columna puede ser cerca de la marca de 10ml. después que la columna se ha estabilizado, colocar otra bola de lana de vidrio sobre la resina.

I.- Enjuague tres veces la columna con 25ml. de agua destilada. Entonces acidificar eluyendo con 25ml. de HCl 4M (no confundir los ácidos el acido nítrico causaría una violenta reacción de oxidación con la resina.) En todas las eluciones permitir que el nivel de la solución llene casi el tapon de lana de vidrio que está sobre la resina. Eliminar el lavado.

I.- Tomar una pequeña cantidad de cristales de $CoCl_2$ y disolver en 1ml. de HCl 4M en un tubo de ensaye, disolver una pequeña cantidad de cristales de $FeCl_3$ en 1 ml. de HCl 4M en otro tubo de ensaye, mezclar las soluciones registrar el color de las soluciones por separado y el de la mezcla. (1,2,3)

V.- Con una pipeta, añada 1ml de la mezcla a la resina. La punta de la pipeta deberá ser introducida dentro de la bureta tan cerca de la resina como sea posible para evitar que la muestra se adhiera a los lados Podría ser necesario lavar cuidadosamente con 1ml. de HCl 4M para lavar la solución inferior dentro de la resina. Abrir la valvula y permitir que la muestra se sumerja en la columna.

I.- Añadir 4ml. de la solución tiocianato de amonio (NH_4SCN) para cada tubo de ensaye y mezclar bien. El color azul indica cuáles fracciones contienen cobalto y el color rojo indica cuales fracciones contienen fierro. Estimar la intensidad del color con los ojos y registrar cuales tubos de ensaye contienen pequeñas moderadas, o grandes cantidades de cobalto o fierro.

I.- Añadir 1ml de HCl 4M y retirar porciones de 5ml. en tubos de ensaye que hayan sido numerados del 1 al 5. Ellos pueden contener el cobalto . Añadir 25ml. de agua destilada y retirar porciones de 5ml en tubos de ensaye que hayan sido numerados del 6 al 10. Ellos pueden contener el fierro.

I.- Regrese al paso II del procedimiento, lavar la columna con agua y eluir con HCl 4M . Pipetear 1.0ml de una solución obtenida de tu instructor conteniendo una concentración desconocida de cobalto y fierro Separar de la manera descrita anteriormente en la parte V colectar las 5 porciones de la fracción de cobalto en una probeta graduada de 100ml. . Descartar la fracción de fierro.

I.- Llenar la probeta graduada de 100ml conteniendo el cobalto que se separó hasta la marca de 100ml. con la solución de NH_4SCN, mezclar bien.

102111497

IX.- Pipetear 1.0 ml. de la solución estándar de cobalto en una probeta graduada de 100ml. y diluir hasta la marca de 100ml. con la solución de NH_4SCN mezclar bien.

X.- Seleccione la longitud de onda máxima para leer la solución de cobalto.

XI.- Con la longitud de onda máxima determine la absorbancia de su muestra problema y estandár utilizando como blanco la solución de tiocianato de amonio.

RESULTADOS

1.- Color del $CoCl_2$ en HCl 4M _____

2.- Color del $FeCl_3$ en HCl 4M _____

3.- Color del $CoCl_2$ y $FeCl_3$ en HCl 4M _____

4.- Color de las fracciones de cobalto (eluídas con HCl 4M)

Tubo No. 1. _____

2. _____

3. _____

4. _____

5. _____

Color de las fracciones de Fierro (eluídas con agua).

Tubo No. 6. _____

7. _____

8. _____

9. _____

10. _____

5.- a) Long. de onda máxima para la solución de cobalto _____

b) Absorbancia del estándar de cobalto _____

c) Absorbancia del problema de cobalto _____

d) Concentración del estandar de cobalto _____

e) Concentración del problema del cobalto _____