

Esp.6: DETERMINAZIONE SPETTROFOTOMETRICA (UV-Vis) DEL FERRO (II) IN UN CAMPIONE DI ACQUE

SCOPO DELL' ESPERIENZA:

Lo scopo dell'esperienza è quello di determinare la concentrazione analitica dello ione Fe in un campione di acqua.

REAGENTI:

- Sale di Mohr: solfato d'ammonio e ferro (II) esaidrato, $\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ di grado analitico.
- Soluzione di idrossilammina cloridrato al 10%: sciogliere 10 g di $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ in 100 ml di acqua distillata.
- Soluzione di 1,10-fenantrolina allo 0,1%: sciogliere 100 mg di 1,10-fenantrolina in 100 ml di acqua distillata.
- Soluzione Sodio Acetato al 10%: sciogliere 10 g di CH_3COONa in 100 ml di acqua distillata.
- Acido Solforico concentrato
-

APPARECCHIATURA:

Materiale corrente da laboratorio, in particolare:

- Matracci tarati da 100 mL ed 1 L
- becker da 200 mL
- Bilancia analitica con sensibilità 0,0001 g
- Spettrofotometro Uv-Vis
- Cuvette in plastica con cammino ottico da 1 cm
- Buretta da 25 ml
- Pipetta e propipetta

PROCEDIMENTO:

1. Preparazione della soluzione madre di Fe

Pesare circa esattamente 0,5 g di sale di Mohr in un becker da 200 mL annotando il peso fino alla quarta cifra decimale ed aggiungere 100 mL di acqua deionizzata, aggiungere 2,5 mL di acido solforico concentrato e dopo aver solubilizzato tutto il sale portare a volume in un matraccio tarato da 1 L con acqua deionizzata. Calcolare la concentrazione della soluzione in mg/L di Ferro ($\text{PA}_{\text{Fe}} = 55.847$; $\text{PM}_{\text{sale}} = 392.13$)

2. Costruzione della retta di taratura

In 5 matracci tarati da 100 mL dispensare l'uso della buretta 1,00 – 4,00 - 7,00 - 9,00 e 12,00 mL di soluzione madre di Ferro e successivamente 50 mL di acqua deionizzata.

In un sesto matraccio da 100 mL inserire 50 mL di sola acqua deionizzata (bianco).

Aggiungere in ordine ed in tutti i matracci i seguenti reattivi, mescolando dopo ogni aggiunta:

1 mL di idrossilammina cloridrato al 10%

10 mL di 1,10-Fenantrolina allo 0,1%

8 mL di acetato di sodio al 10%

Portare a volume con acqua deionizzata ed attendere 15 min che lo sviluppo del colore si stabilizzi.

Leggere uno spettro di assorbimento (STD più alto) da 350 a 700 nm con uno spettrofotometro UV-Vis. Leggere tutte le soluzioni alla lunghezza d'onda di 509 nm. Costruire la retta di taratura interpolando in un sistema di assi cartesiani il valore di assorbanza a 509 nm (ordinate) e la

concentrazione degli standard di calibrazione (STD) in mg/L di Ferro (ascisse) calcolata tenendo conto delle diluizioni eseguite e della pesata iniziale del sale di ferro.

3. Determinazione analitica

Un volume noto di campione (es 10 ml) di acqua da analizzare viene introdotto in un matraccio tarato da 100 mL, si aggiunge dunque acqua deionizzata fino ad un volume di 50 mL. Aggiungere gli stessi reattivi, nello stesso ordine e rispettando gli stessi tempi, usati per la costruzione della retta di taratura. Dopo 15 minuti registrare lo spettro di assorbimento della soluzione utilizzando sempre il bianco dei reattivi. Estrapolare il valore di assorbanza a 509 nm e calcolare il risultato.

LAVAGGIO VETRERIA: risciacquo con acqua corrente, poi acqua distillata ed infine acqua ultrapura.

ESPRESSIONE DEI RISULTATI

Costruire la retta di taratura calcolando prima la concentrazione degli standard in funzione della pesata del sale di Fe. Ricavare per interpolazione la concentrazione delle tre misurazioni ripetute, correggere per la diluizione effettuata sul campione, ed esprimere il risultato come media e deviazione standard, con tre cifre significative.

Per ulteriori informazioni sul metodo confronta:

<https://www.chem-service.it/laboratorio/relazioni-di-laboratorio/205-determinazione-spettofotometrica-del-ferro-ii>