

Esercitazione IV

(Spettrofotometria)

Determinazione spettrofotometrica del ferro in un campione di terreno

Il ferro (Fe^{3+}) viene ridotto a ione ferroso mediante un trattamento con idrossilamina (come sale cloridrato per aumentarne la solubilità) in ambiente acido. Lo ione ferroso in presenza di 1,10-fenantrolina forma un complesso stabile e colorato in rosso arancio $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$. Si misura l'assorbanza di questa soluzione colorata mediante uno spettrofotometro.

REAGENTS

-1,10-phenanthroline ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$) MW 198.23 (0.1 g of 1,10-phenanthroline monohydrate in 100 mL of distilled water, warming to effect solution if necessary).

-Hydroxylamine hydrochloride ($H_2NOH \cdot HCl$) MW 69.49 (10 g in 100 mL of distilled water).

-Sodium acetate ($C_2H_3O_2Na$) MW 82.03 (10 g in 100 mL of distilled water).

-Ferrous ammonium sulphate hexahydrate
[$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$] MW 392.14 standard solution (0.07 g in 990 mL of distilled water + 10 mL of 1:4 sulfuric acid)

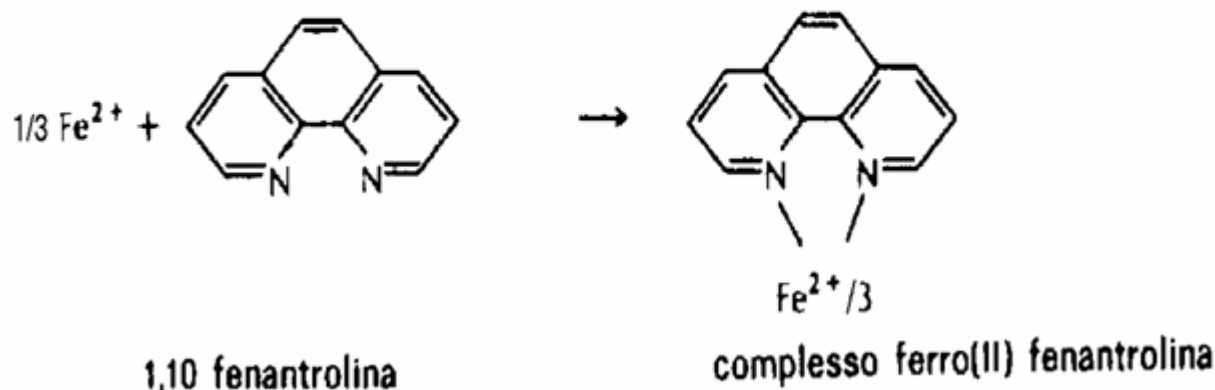
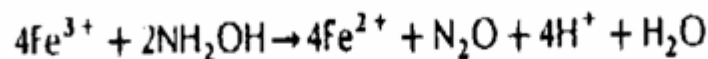
PREPARAZIONE DEGLI STANDARDS

Preparare, dalla soluzione di partenza di Ferro, il volume necessario per preparare soluzioni nell'intervallo 0.1-10ppm in un volume finale di 10mL.

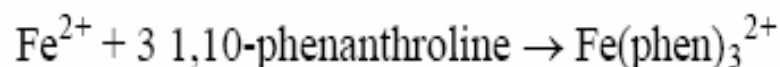
Aggiungere alla soluzione di Fe 0.2 mL di idrossilammina (attendere 5-10 min)| e aggiungere 0.2 mL di tampone acetato, e 0.5 mL di fenantrolina.

Lasciar passare almeno 10 minuti dopo l'aggiunta dei reagenti.

Preparare un bianco contenente tutti i reagenti escluso il ferro.



The reaction between ferrous ion and 1,10-phenanthroline to form a red complex serves as a sensitive method for determining iron.



The molar absorptivity of the complex, $[(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3\text{Fe}]^{2+}$, is 11,100 at 508 nm. The intensity of the color is independent of pH in the range 2 to 9. The complex is very stable and the color intensity does not change appreciably over long periods of time. Beer's law is obeyed.

PROCEDURA PER LA PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

La carenza di ferro si manifesta molto vistosamente, determinando un ingiallimento fogliare che prende il nome di clorosi. Il nome fa riferimento alla causa della decolorazione, l'assenza di clorofilla nelle cellule fogliari. La depigmentazione dei tessuti fotosintetizzanti porta, nei casi più gravi, ad una morte per denutrizione. (limite minimo del terreno 50mg/Kg)

Pesare accuratamente un circa 1g di terreno polverizzarlo con mortaio e pestello. Dopo procedura di fusione*, sciogliere la polvere con 10 ml di H₂SO₄ 1:4. Portare a volume in un matraccio da 100mL. Prelevare 9.1 mL di questa soluzione, aggiungere 0.2 mL di idrossilamina attendere 5-10 min e aggiungere 0.2 mL di tampone acetato, e 0.5 mL di fenantrolina. Lasciar passare almeno 10 minuti dopo l'aggiunta dei reagenti prima di effettuare le misure di assorbanza in modo che la colorazione del complesso possa svilupparsi appieno.

*procedura di fusione del terreno: Pesare, in crogiolo di platino, 1 g del campione di terra fine, seccato a 0,2 mm e seccato in stufa a 105°C. Aggiungere circa 5 g della miscela di fusione (paai uguali di sodio carbopato (Na₂CO₃) e potassio carbato (K₂CO₃), e omogeneizzare con l'aiuto di una spatola di platino. Riscaldare la miscela su fiamma Bunsen, lentamente per evitare eccessivo schiumeggiamento. Terminato lo sviluppo di gas, il crogiolo viene tenuto per 15 minuti in forno a muffola a 900°C.

MISURA SPETTROFOTOMETRICA

Effettuare la misura a 510 nm dopo aver azzerato lo strumento con acqua.

Sottrarre l'assorbanza del bianco per la costruzione della retta di taratura.

Riportare nella relazione l'equazione della retta ottenuta con i minimi quadrati e la concentrazione di Fe nel campione iniziale più vostre osservazioni