

FERRO

REATTIVI IMPIEGATI

Solfato ferrico ammonico.

Acido cloridrico (HCl) diluito 1:1.

Solfocianato di potassio in soluzione al 25%: si sciolgono 50 g di KSCN in acqua distillata esente da ferro e si porta a volume a 200 ml.

Acqua ossigenata a 12 volumi.

Etere etilico.

SOLUZIONI DI RIFERIMENTO

Si prepara un litro di una soluzione contenente 100 mg/l di Fe, pesando solfato ferrico ammonico ($\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$), aggiungendo 20 ml di HCl 1:1 e portando a volume a 1000 ml. Si prelevano 20 ml di tale soluzione e si diluiscono a 1000 ml. Quest'ultima soluzione contiene 2 mg/l di Fe.

In una serie di matracci da 100, utilizzando una buretta, si pongono rispettivamente:

0 (bianco) - 10 - 15 - 20 - 30 - 40 - 50 - 60 ml di tale soluzione e si porta a volume. (Calcolare le concentrazioni in mg/l di Fe e riportarle in una tabella).

Lavare accuratamente, con HCl, tutte le provette necessarie, con i rispettivi tappi, e sciacquarle con acqua distillata.

Porre in ciascuna 1 ml di HCl diluito e 1 ml di KSCN al 25%.

Eseguire il confronto ottico tra le provette, che dovrebbero risultare incolore. Lavare nuovamente eventuali provette colorate e ripetere l'operazione.

Quando si abbia la conferma che tutte le provette non sono inquinate, si procede prelevando, con una pipetta, 10 ml da ogni matraccio e trasferendoli in una provetta, dove sono già stati posti 1 ml di HCl diluito e 1 ml di KSCN al 25%; si aggiungono 2 gocce di H_2O_2 a 12 volumi per ossidare il ferro da bivalente a trivalente e 5 ml di etere etilico, con pipetta ben asciutta! Si tappa, si agita e si lascia a riposo fino a separazione delle fasi. Si preleva quindi la fase eterica superiore con una pipetta Pasteur, ben asciutta, e si misura l'assorbanza al colorimetro alla lunghezza d'onda di 520 nm contro il bianco, completando la tabella Assorbanza/Concentrazione.

Si costruisce la curva di taratura Assorbanza/Concentrazione in mg/l di Fe.

Non usando l' H_2O_2 si può determinare il solo ferro trivalente presente.

ANALISI DEI CAMPIONI

Si predispone una serie di provette con tappo di cui si è controllata la pulizia con il metodo sopra descritto.

In ognuna si introducono 1 ml di HCl diluito 1:1 e 1 ml di KSCN al 25%; si aggiungono 10 di ogni acqua in esame o, per controllo, anche di soluzione 0,4 mg/l e 1 mg/l di ione ferro, due gocce di H_2O_2 a 12 volumi e 5 ml di etere etilico. Si tappa, si agita e si lascia a riposo fino a separazione delle fasi. Si preleva quindi la fase eterica superiore con una pipetta Pasteur e si misura l'assorbanza a 520 nm, contro un bianco formato dagli stessi reattivi in acqua distillata, ricavando poi la concentrazione dalla curva di taratura.

Se necessario si diluisce opportunamente l'acqua in esame in modo da ottenere un valore di assorbanza compreso nella curva di taratura, tenendo poi conto delle diluizioni eseguite.