

JUNTA DE ENERGIA NUCLEAR

APLICACION DE LA COMPLEXONA III Y RESINAS CAMBIADORAS  
A LA DETERMINACION COLORIMETRICA CON ORTO-FENANTRO-  
LINA DE TRAZAS DE HIERRO EN COMPUESTOS DE URANIO

por

R. FERNANDEZ CELLINI y F. RUIZ SANCHEZ

J. E. N. 11

MADRID, 1.956

Trabajo presentado en el XXVIII Congreso  
Internacional de Química Industrial.

Toda correspondencia en relación con este  
trabajo debe dirigirse al Servicio de Documenta-  
ción y Biblioteca, Junta de Energía Nuclear,  
Serrano 121, Madrid, ESPAÑA.

## I N D I C E

	Pag.
Reactivos.	2
Aparato.	2
Parte experimental.	3
Procedimiento.	7
Aplicación del metodo a diversas muestras.	11
Conclusiones.	13
Bibliografia.	14



APLICACION DE LA COMPLEXONA III Y RESINAS CAMBIADORAS A LA  
DETERMINACION COLORIMETRICA CON ORTO-FENANTROLINA  
DE TRAZAS DE HIERRO EN COMPUESTOS DE URANIO

por

R. FERNANDEZ CELLINI y F. RUIZ SANCHEZ

En 1898, Blau (1) observó que la o-fenantrolina formaba complejos coloreados con diversos cationes, entre ellos el hierro (II). Walden, Hametty y Chapman (2), aprovechando el cambio de color rojo anaranjado → azul del complejo con hierro (II), la introdujeron como indicador de oxidación-reducción, encontrándole un potencial de 1,14 v.

Posteriormente, Saywell y Cunnigan (3) postularon su empleo como agente colorimétrico en la determinación de pequeñas cantidades de hierro. Otros autores (4-9) han publicado trabajos sobre el mismo tema, y hoy se halla ampliamente generalizado este método.

El complejo base de la colorimetría tiene la fórmula  $(C_{12}H_8N_2)_3Fe$  (II) y su formación es inmediata (10). La estabilidad del color se mantiene durante largo tiempo y se puede determinar 0,1-6 p. p. m./cc.

Woods y Mellon (11) y Bencze (12) aprecian las ventajas de este método sobre los que emplean otros reactivos de coloración.

La conveniencia del método queda de manifiesto si consideramos que el medio es ligeramente ácido, y en estas condiciones se evita la precipitación de hidróxidos, fosfatos, etc.

Fortune y Mellon (5) han hecho un estudio completo de las interferencias.

Nosotros hemos resuelto las dificultades que representa el intento de eliminación de interferencias a pH variables y seleccionados, aplicando con éxito la técnica de su separación mediante resinas cambiadoras y la acción División de Química.

combinada de la complexona III (sal disódica del ácido etilen diamino tetra acético). Fernández Cellini y Alonso (13), en un trabajo publicado por esta sección, hacían la observación de la gran capacidad de quelación de las complexonas sobre diversos cationes y las innumerables aplicaciones analíticas que de ello se obtienen. Los mismos autores, en un trabajo posterior (14), dan cuenta de la continuación de sus experiencias con dichos cationes. Deducen que no se fijan en la resina hierro (III) y mercurio (II), si se ha formado previamente el quelato con la complexona III. Por otra parte, la estabilidad de dicho quelato no es lo suficientemente grande para impedir la retención de los siguientes cationes: cobre, níquel, cadmio, cinc, molibdeno, volframio, estaño, manganeso, cobalto y aluminio. En el caso del cromo se presenta el hecho de que en frío la formación del quelato es lenta, y por ello hay retención en esas condiciones. Únicamente si se calienta la formación se acelera y a los diez minutos pasa a través de la resina. Solamente el mercurio puede acompañar al hierro sin fijarse en ella.

El objeto del presente trabajo es la separación y determinación de las trazas de hierro que se hallan presentes en los compuestos de uranio, y como quiera que en los procesos de purificación eliminamos el mercurio, tenemos a punto un método de garantía. La simplificación de la técnica operativa ha sido una ventaja más.

#### REACTIVOS.

Solución acuosa de clorhidrato de orto-fenantrolina (Merck), 0,5 por 100.

Solución acuosa de clorhidrato de hidroxilamina (Merck), 10 por 100

Solución de acetato sódico (Merck), 2 M.

SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> concentrado (Merck), densidad 1,84.

SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> 0,1 N.

Solución patrón de hierro. Se pesaron 0,1 gr. de hierro patrón electro-lítico y se diluyeron a 1.000 c. c. con SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> 0,1 N.

De la anterior se obtuvieron, mediante posteriores diluciones, soluciones que contenían 10 γ de hierro/c. c. y 1 γ de hierro/c. c.

Soluciones de complexona III (Soc. An. B. Siegfried, Zofinge, Suiza) de 5 mg/c. c. de 665 γ /c. c. y 66,5 γ /c. c. Como caso excepcional, en algunas experiencias se ha empleado una solución de 37 mg/c. c.

#### APARATO.

Se utilizó un espectrofotómetro Beckman, modelo B.

Las cubetas eran de vidrio Pyrex de 1 cm. de paso de luz. Cuando se deseó llegar al límite de sensibilidad y con soluciones de menor concentración, empleamos cubetas de vidrio Corex de 5 cm.

Columna de resina cambiadora de catión Amberlita IR-120 (Rohm & Haas Co., Analytical grade). La altura de ésta es de 30 cm. y de 5 mm. de diámetro interior. La regeneración se realizó con ClH 4 N. o ClNa 4 N. Con objeto de obtener la mejor disposición de las partículas de resina se somete la columna a un flujo de lavado ascendente y luego se dejan depositar dichas partículas libremente por gravedad. Esta técnica permite una disposición bastante homogénea. Se ha de procurar que en ningún momento la resina esté en contacto con el aire o con burbujas y que al utilizarla se halle en estado de hinchamiento.

#### PARTE EXPERIMENTAL.

##### Medidas espectrofotométricas.

Siguiendo las normas que se indican en el método, se realizó el espectro de absorción de dos muestras, conteniendo 25  $\gamma$  y 50  $\gamma$  de hierro respectivamente, así como un blanco de reactivos. En todas ellas la lectura se hizo tomando como referencia agua destilada. De estos espectros (fig. 1) se deduce como zona óptima de medida la de 505  $m\mu$ , que fué la utilizada en todas las determinaciones.

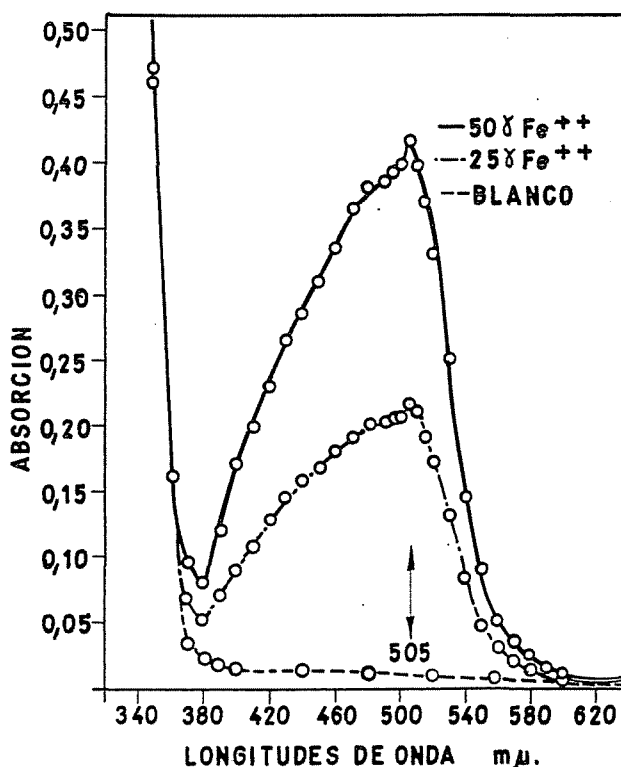
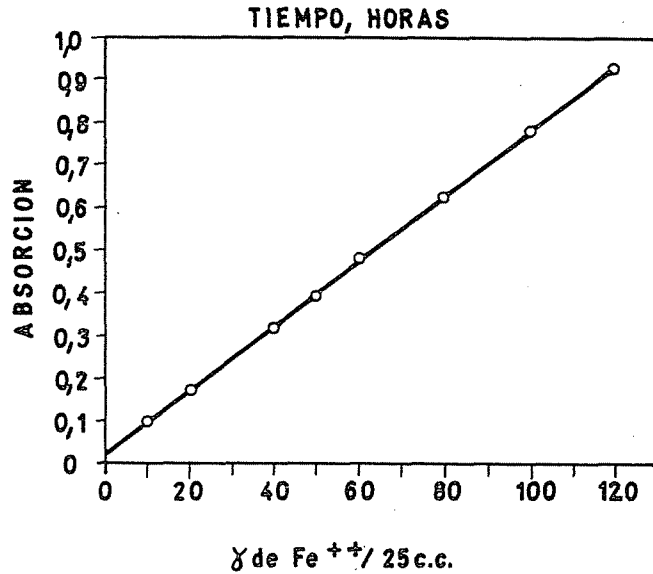


Fig. 1  
Espectro de absorción del complejo coloreado  
Fe (II)-o-fenantrolina.

Las figuras 2 y 3 son curvas de valoración en las condiciones experimentales del método.

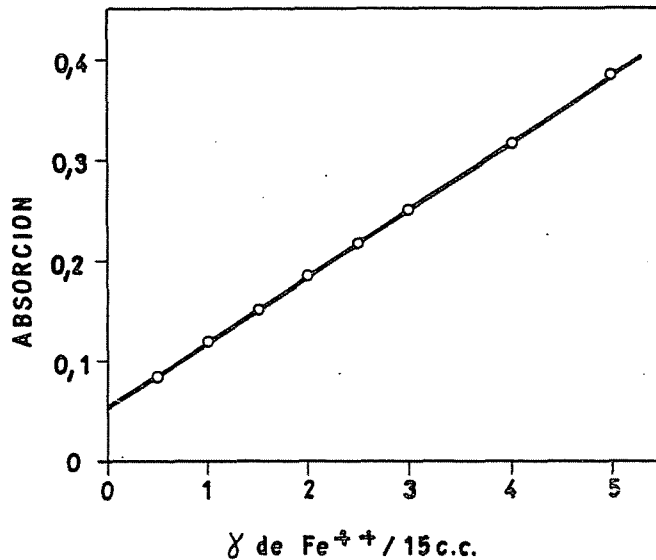
Fig. 2  
Curva de valoración de 0-120  $\gamma$  de Fe. Aforado a 25 cm<sup>3</sup>. Cubeta de 1 cm.



Influencia del estado de oxidación del hierro en la formación del quelato y su paso por la resina.

Se hicieron unas experiencias para determinar con qué capacidad actuaba la resina frente a los quelatos de hierro (II) y (III). Los resultados son los de la tabla 1.

Fig. 3  
Curva de valoración de 0,5  $\gamma$  de Fe. Aforado a 15 cm<sup>3</sup>. Cubetas de 5 cm.



Los valores de esta tabla ponen de manifiesto la conveniencia de oxidar el hierro (II) a hierro (III) antes de añadir la complexona y pasar la muestra por la columna.



T A B L A I

$\gamma$ Fe(III)			$\gamma$ Fe(II)		
Puestas	Halladas	Desv. %	Puestas	Halladas	Desv. %
50	50,5	+ 1	50	45	- 10
50	51	+ 2	50	45	- 10
50	50,5	+ 1	50	43,5	- 13
50	50	0	50	45	- 10
40	40	0	40	34	- 15
40	40,5	+ 1,25	40	37,5	- 6,5
40	40,5	+ 1,25	40	41,5	+ 1,5
40	40	0	40	37	- 7,5
Media ... .. + 0,8			Media ... .. - 7,8		

Efecto de la complexona y del pH en la formación del complejo coloreado hierro (II)-o-fenantrolina.

Ambos agentes complejantes, complexona III y o-fenantrolina, forman quelatos con el hierro (II), y sus constantes de estabilidad son distintas, siendo superior la de la o-fenantrolina, cuyo valor es  $\log. K = 21,5$  (15), mientras que la de la complexona es  $\log. K = 14,45$  (16). Por lo tanto, estando ambos presentes en una reacción el equilibrio de formación del complejo tenderá a desplazarse en el sentido de formarse preferentemente el de hierro (II)-o-fenantrolina.

Por otra parte, el pH afecta a los correspondientes equilibrios de formación de complejos, siendo el de la o-fenantrolina estable en una amplia zona. Experimentalmente hemos obtenido valores de la absorción concordante entre  $pH = 2-10$ . Sin embargo, la zona óptima de formación del quelato hierro (II)-complexona (II) es mucho más crítica, cuyo valor de la constante de estabilidad va decreciendo para valores superiores a  $pH = 2$ .

Es de esperar que de estas circunstancias podamos, por variación del pH, orientar el equilibrio de la reacción hacia la formación del complejo hierro (II)-o-fenantrolina.

Las medidas que se relacionan a continuación confirman el razonamiento anterior, que se resume en la posibilidad experimental de valorar el hierro (II) con o-fenantrolina sin que interfieran cantidades elevadas de complexona III.

Con los datos que constan en las tablas II-VIII se ha confeccionado la figura 4, que representa la influencia que la complexona y el pH ejercen sobre la total aparición de color.

T A B L A II

50  $\gamma$  de Fe. pH = 2,5. 0,665 mg de complexona

Tiempo	Lectura de absorción	Hierro equivalente, $\gamma$	Hierro equivalente, %
0 minutos ... ..	0,06	5,5	11
5 minutos ... ..	0,065	6	12
10 minutos ... ..	0,07	7	14
15 minutos ... ..	0,075	7,5	15
30 minutos ... ..	0,08	8	16
60 minutos ... ..	0,10	11	22
90 minutos ... ..	0,125	15	30
120 minutos ... ..	0,145	17	34
150 minutos ... ..	0,165	20	40
180 minutos ... ..	0,185	22	44
17 horas ... ..	0,33	41	82
23 horas ... ..	0,365	45,5	91
24 horas ... ..	0,37	47	94
48 horas ... ..	0,4	50,5	101

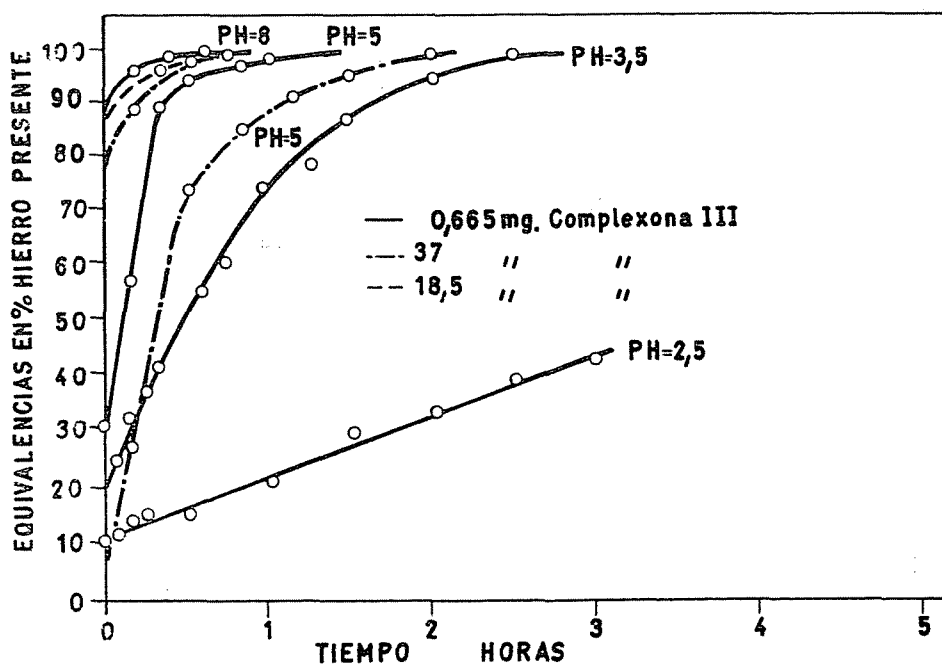


Fig. 4

Formación del complejo coloreado Fe II-o-fenantrolina en función del tiempo, pH y complexona III.

T A B L A III

50  $\gamma$  de Fe. pH = 3,5. 0,665 mg de complexona

<u>Tiempo</u> <u>Minutos</u>	<u>Lectura de</u> <u>absorción</u>	<u>Hierro equi-</u> <u>valente, <math>\gamma</math></u>	<u>Hierro equi-</u> <u>valente, %</u>
0	0,09	9,5	19
5	0,1175	13	26
10	0,14	16,5	33
15	0,16	19	38
20	0,175	21	42
35	0,23	28	56
45	0,25	31	62
60	0,3	37,5	75
75	0,32	40	80
90	0,35	44	88
120	0,38	48	96
150	0,4	50,5	101
180	0,4	-	-

T A B L A IV

50  $\gamma$  de Fe. pH = 5. 0,665 mg de complexona

<u>Tiempo</u> <u>Minutos</u>	<u>Lectura de</u> <u>absorción</u>	<u>Hierro equi-</u> <u>valente, <math>\gamma</math></u>	<u>Hierro equi-</u> <u>valente, %</u>
0	0,13	15	30
10	0,24	29	58
30	0,38	48	96
50	0,39	49	98
70	0,395	49,5	99
90	0,4	50	100

## PROCEDIMIENTO.

Atacada la muestra de 0,1 gr. del compuesto de uranio y garantizada la presencia del hierro en forma de hierro (III). por adición, si es preciso, de  $\text{NO}_3\text{H}$  o  $\text{H}_2\text{O}_2$ , se elimina el exceso de oxidantes añadiendo  $\text{SO}_4\text{H}_2$  concentrado y llevando a pequeño volumen por calefacción hasta humos de  $\text{SO}_3$ . Antes de añadir la complexona se ajusta la acidez a pH 2-3. Nosotros

hemos operado de dos formas: diluyendo con agua destilada hasta los 200 c. c. o neutralizando el  $\text{SO}_4\text{H}_2$  con sosa. En el primer caso se opera con excesivo volumen de líquido, con la consiguiente pérdida de tiempo en la concentración posterior; en el segundo, el volumen es mucho menor, pero al pasar por la resina se libera una cantidad considerable de  $\text{H}^+$ , dada la gran concentración catiónica de la solución (hierro, iones interferentes, sodio de la sosa de neutralización), y ello da lugar a un medio en el que la complexona no actúa con efectividad, ocasionando anomalías en los resultados. Hemos resuelto esto regenerando la columna con cloruro sódico, ya que el sodio liberado no afecta al pH.

T A B L A V

50  $\gamma$  de Fe. pH = 8. 0,665 mg de complexona

<u>Tiempo</u> <u>Minutos</u>	<u>Lectura de</u> <u>absorción</u>	<u>Hierro equi-</u> <u>valente, <math>\gamma</math></u>	<u>Hierro equi-</u> <u>valente, %</u>
0	0,36	45	90
10	0,385	48,5	97
30	0,39	49	98
45	0,4	50	100

T A B L A VI

50  $\gamma$  de Fe. pH = 8. 18,5 mg de complexona

<u>Tiempo</u> <u>Minutos</u>	<u>Lectura de</u> <u>absorción</u>	<u>Hierro equi-</u> <u>valente, <math>\gamma</math></u>	<u>Hierro equi-</u> <u>valente, %</u>
0	0,35	43,75	87,5
10	0,385	48,5	97
30	0,39	49	98
45	0,4	50	100

A continuación se añade la complexona en cantidades que garanticen la formación de los quelatos (en nuestro caso, de 0,6 mg. a 37 mg.). La formación del quelato con el hierro es inmediata, no ocurriendo así con los demás cationes ensayados. A los cinco minutos de esta adición se pasa la solución a través de la columna de resina. La velocidad de paso ha sido 25 c. c./2 min. Se lava dicha columna con 100 c. c. de agua destilada y se concentra a peque-

ño volumen, añadiendo 0,5 c.c. de  $\text{SO}_4\text{H}_2$  y llevando a humos de  $\text{SO}_3$ . No es conveniente llegar casi a sequedad, ya que pueden formarse sales básicas insolubles. Se lleva a un matraz aforado, empleando como líquido de lavado  $\text{SO}_4\text{H}_2$  0,1 n. Se añade 1 c.c. de clorhidrato de hidroxilamina para reducir a hierro (II), dejando en reposo durante una hora. Se ajusta a  $\text{pH} = 8$  y se agrega 1 c.c. de o-fenantrolina, aforando al volumen deseado y midiendo una hora después. Se ha comprobado que el color permanece constante durante una semana.

T A B L A VII

50  $\gamma$  de Fe.  $\text{pH} = 5$ . 37 mg de complexona

Tiempo Minutos	Lectura de absorción	Hierro equi- valente, $\gamma$	Hierro equi- valente, %
0	0,035	2,5	5
10	0,125	14	28
30	0,3	37,5	75
50	0,35	43,5	87
70	0,3675	46	92
90	0,375	48	96
120	0,4	50	100

T A B L A VIII

50  $\gamma$  de Fe.  $\text{pH} = 8$ . 37 mg de complexona

Tiempo Minutos	Lectura de absorción	Hierro equi- valente, $\gamma$	Hierro equi- valente, %
0	0,3	37,5	75
10	0,36	45	90
30	0,39	49	98
45	0,4	50	100

Efecto de las interferencias.

Para comprobar la efectividad del método hemos añadido a 50  $\gamma$  de hierro 100  $\gamma$  de los siguientes cationes en forma de sulfatos: Cu (II), Ni (II),

T A B L A IX

Experiencia	Elemento	$\gamma$ puestas	$\gamma$ Fe, halladas	Desviación %
1	Fe	50	50	0
	Cu	100		
2	Fe	50	48	4
	Cu	100		
3	Fe	50	48	4
	Cu	100		
4	Fe	50	49,5	1
	Cu	100		
	Ni	100		
	Cd	100		
	Zn	100		
	Mo	100		
	Cr	100		
	W	100		
	Mn	100		
	Co	100		
	Al	100		
	5	Idéntica a la experiencia		
6	Idéntica a la experiencia	4	48	4
7	Idéntica a la experiencia	4	48	4
8	Fe	100	99	1
	Cu	100		
	Ni	100		
	Cd	100		
	Zn	100		
	Mo	100		
	Cr	100		
	W	100		
	Mn	100		
	Co	100		
Al	100			
9	Idéntica a la experiencia	8	98,5	1,5
			Desviación media.	2,3

Cd (II), Zn (II), Mo (en forma de  $\text{MoO}_4^{=}$ ), W (como  $\text{WO}_4^{=}$ ), Cr (III), Mn (II), Co (II) y Al (III). Los resultados fueron los de la tabla IX.

Dadas las cantidades con que se opera, la desviación es bastante tolerable.

## APLICACION DEL METODO A DIVERSAS MUESTRAS.

## Determinación de hierro en nitrato de uranilo impuro.

Se preparó una disolución que contenía 0,1 gr. de muestra/c.c., y para cada experiencia se emplearon 10 c.c.

En un vaso de 250 c.c. se diluyó a 50 c.c. la muestra y se calentó a 50°C. Se precipitó el  $\text{UO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  con 8 c.c. de  $\text{H}_2\text{O}_2$  al 3 por 100. El ajuste de pH a 2,6 se hizo con 4,5 c.c. de  $\text{NH}_3$  N. y 5 c.c. de  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,1 N. Después de varias horas se filtró con placa filtrante número 4 y se lavó con  $\text{H}_2\text{O}_2$  a 1 por 100 acidificada con  $\text{NO}_3\text{H}$  hasta pH = 2,6. Se concentró a 25 c.c. y añadió 4 c.c. de  $\text{SO}_4\text{H}_2$  concentrado, llevándose a humos de  $\text{SO}_3$  para eliminar el  $\text{NO}_3\text{H}$ . Se continuó según el método.

La tabla X compendia las determinaciones.

T. A. B. L. A X

Producto	Muestra	$\gamma$ de Fe añadidas	$\gamma$ de Fe encontradas	Valor medio
	I			
Nitrato de uranilo	1ª det.	-	21,5	
	2ª det.	-	25,2	
	3ª det.	-	25,5	
	4ª det.	-	26	
	5ª det.	-	25,5	
	6ª det.	20	45	
	7ª det.	20	46	24,95 $\gamma$
	II			
	1ª det.	-	32	
	2ª det.	-	31,5	
	3ª det.	-	32,1	
	4ª det.	-	30,9	
	5ª det.	-	31,2	
	6ª det.	10	41	
	7ª det.	15	46	31,38 $\gamma$
	III			
	1ª det.	-	3,2	
	2ª det.	-	3,1	
	3ª det.	-	3,3	3,2 $\gamma$
	IV			
	1ª det.	-	10	
	2ª det.	-	10,9	
	3ª det.	-	9,1	10 $\gamma$
	I			
Uranio comercial	1ª det.	-	140	
	2ª det.	-	142	
	3ª det.	-	139	
	4ª det.	-	139	139,7 $\gamma$



## C O N C L U S I O N E S

1ª. La resina cambiadora Amberlita IR-120 no fija el hierro del quelato hierro (III)-complexona III, en tanto que el correspondiente complejo de hierro (II) llega a ser retenido por ella hasta un 15 por 100.

2ª. Por selección adecuada de pH es posible la valoración de hierro (II) con o-fenantrolina en presencia de un exceso de complexona III.

3ª. Por la acción conjunta de la resina Amberlita IR-120 y la complexona III es posible separar cuantitativamente trazas de hierro de cantidades superiores de cobre, níquel, cadmio, cinc, molibdeno, cromo, volframio, manganeso, cobalto y aluminio.

4ª. La acción simultánea de Amberlita-IR-120 y complexona III permite la determinación espectrofotométrica con o-fenantrolina de trazas de hierro en compuestos de uranio.

## B I B L I O G R A F I A

- (1) F. Blau: Monatsh, 19, 647-8 (1898).
- (2) G. H. Waldem, Louis P. Hammett y Ray P. Chapman: J. Am. Chem. Soc., 53, 3908 (1931), y 55, 2649 (1933).
- (3) L. G. Saywell y B.B. Cunnigan : Ind. Eng. Chem Anal. Ed., 9, 67-9 (1937).
- (4) A. Thiel, H. Heinrich y E. van Hengel: Ber. , 71 B, 756-8 (1938).
- (5) W. B. Fortune y M. G. Mellon: Ind. Eng. Chem. Anal. Ed., 10 60-4 (1938)
- (6) F. C. Hummell y H. H. Willard: Idem, 10, 13 (1938).
- (7) M. L. Mossy y M. G. Mellon: Idem, 14, 862-5 (1942).
- (8) H. Cowling y E. J. Benne: J. Assn. Official Agr. Chem., 25, 655-67 (1942).
- (9) H. Borei: Biochem. Z., 314, 359-72 (1943).
- (10) Selma L. Bandemer y P. J. Schaible: Ind Eng. Chem. Anal. Ed., 16, 317-19 (1944).
- (11) J. T. Woods y M. G. Mellon: Idem, 13, 551-4 (1941).
- (12) B. Bencze: Mezogazdasagi Kutatasog, 16, 61-9
- (13) R. Fernández Cellini y E. Alonso: An Real Soc. Esp. Física y Química, serie B, núm. 1, pág. 47 (1955).
- (14) R. Fernández Cellini y E. Alonso: Comunicación privada. Proxima publicación.
- (15) Braudt y Gullstrom: Paper nº 21. Symposium on equilibrium and rate behavior of complex ions. University of Chicago. Feb. 21 (1951)
- (16) Schwarzenbach y Ackermann: Helv. Chim. Acta 30, 1798 (1947)





J. E. N. 11

JT-26, OD-11, OJ-61

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid

"Aplicación de la complexona III y resinas cambiadoras a la determinación colorimétrica con orto-fenantrolina de trazas de hierro en compuestos de uranio"

FERNANDEZ CELLINI, R., RUIZ SANCHEZ, F. (1956), 14 pp., 3 gráfs., 10 tabs., 16 refs.

La determinación de pequeñas cantidades de hierro empleando la o-fenantrolina, presupone la eliminación de la interferencia de algunos cationes mediante control de pH antes de la formación del complejo coloreado. Nosotros, hemos soslayado esta dificultad, por la acción conjunta de la complexona III y el cambio iónico. La primera da lugar a un quelato con el hierro (III), cuya constante de estabilidad es lo suficientemente grande para permitir el paso de una solución de hierro a través de una columna de resina catiónica sin que éste quede fijado, lo cual no ocurre con los cationes interferentes. Unicamente, el mercurio (II) posee una estabilidad parecida, pero ha sido eliminado previamente.

J. E. N. 11

JT-26, OD-11, OJ-61

"Aplicación de la complexona III y resinas cambiadoras a la determinación colorimétrica con orto-fenantrolina de trazas de hierro en compuestos de uranio"

FERNANDEZ CELLINI, R., RUIZ SANCHEZ, F. (1956), 14 pp., 3 gráfs., 10 tabs., 16 refs.

La determinación de pequeñas cantidades de hierro empleando la o-fenantrolina, presupone la eliminación de la interferencia de algunos cationes mediante control de pH antes de la formación del complejo coloreado. Nosotros, hemos soslayado esta dificultad, por la acción conjunta de la complexona III y el cambio iónico. La primera da lugar a un quelato con el hierro (III), cuya constante de estabilidad es lo suficientemente grande para permitir el paso de una solución de hierro a través de una columna de resina catiónica sin que éste quede fijado, lo cual no ocurre con los cationes interferentes. Unicamente, el mercurio (II) posee una estabilidad parecida, pero ha sido eliminado previamente.

J. E. N. 11

JT-26, OD-11, OJ-61

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid

"Aplicación de la complexona III y resinas cambiadoras a la determinación colorimétrica con orto-fenantrolina de trazas de hierro en compuestos de uranio"

FERNANDEZ CELLINI, R., RUIZ SANCHEZ, F. (1956), 14 pp., 3 gráfs., 10 tabs., 16 refs.

La determinación de pequeñas cantidades de hierro empleando la o-fenantrolina, presupone la eliminación de la interferencia de algunos cationes mediante control de pH antes de la formación del complejo coloreado. Nosotros, hemos soslayado esta dificultad, por la acción conjunta de la complexona III y el cambio iónico. La primera da lugar a un quelato con el hierro (III), cuya constante de estabilidad es lo suficientemente grande para permitir el paso de una solución de hierro a través de una columna de resina catiónica sin que éste quede fijado, lo cual no ocurre con los cationes interferentes. Unicamente, el mercurio (II) posee una estabilidad parecida, pero ha sido eliminado previamente.

J. E. N. 11

JT-26, OD-11, OJ-61

"Aplicación de la complexona III y resinas cambiadoras a la determinación colorimétrica con orto-fenantrolina de trazas de hierro en compuestos de uranio"

FERNANDEZ CELLINI, R., RUIZ SANCHEZ, F. (1956), 14 pp., 3 gráfs., 10 tabs., 16 refs.

La determinación de pequeñas cantidades de hierro empleando la o-fenantrolina, presupone la eliminación de la interferencia de algunos cationes mediante control de pH antes de la formación del complejo coloreado. Nosotros, hemos soslayado esta dificultad, por la acción conjunta de la complexona III y el cambio iónico. La primera da lugar a un quelato con el hierro (III), cuya constante de estabilidad es lo suficientemente grande para permitir el paso de una solución de hierro a través de una columna de resina catiónica sin que éste quede fijado, lo cual no ocurre con los cationes interferentes. Unicamente, el mercurio (II) posee una estabilidad parecida, pero ha sido eliminado previamente.

El complejo coloreado con la o-fenantrolina se forma preferentemente, y por ello desplaza al anterior, de la complexona III.

Se estudia la influencia del pH y de la cantidad de complexona sobre el periodo de aparición de la coloración.

El límite inferior de determinación ha sido de 0,5  $\gamma$  de Fe/15 c.c./

El complejo coloreado con la o-fenantrolina se forma preferentemente, y por ello desplaza al anterior, de la complexona III.

Se estudia la influencia del pH y de la cantidad de complexona sobre el periodo de aparición de la coloración.

El límite inferior de determinación ha sido de 0,5  $\gamma$  de Fe/15 c.c./

El complejo coloreado con la o-fenantrolina se forma preferentemente, y por ello desplaza al anterior, de la complexona III.

Se estudia la influencia del pH y de la cantidad de complexona sobre el periodo de aparición de la coloración.

El límite inferior de determinación ha sido de 0,5  $\gamma$  de Fe/15 c.c./

El complejo coloreado con la o-fenantrolina se forma preferentemente, y por ello desplaza al anterior, de la complexona III.

Se estudia la influencia del pH y de la cantidad de complexona sobre el periodo de aparición de la coloración.

El límite inferior de determinación ha sido de 0,5  $\gamma$  de Fe/15 c.c./