

Iniciació a la bromatologia (pràctiques)	Protocols d'anàlisi	Ref: 11.1
FÒSFOR PER ESPECTROFOTOMETRIA		

OBJECTE I FONAMENTS

Els compostos fosforats formen amb el reactiu nitromolibdovanadat amònic un compost ortofosforat de coloració groga característica que absorbeix la llum a 430 nm.

MATERIAL

Balança analítica.
 Bany de sorra.
 Cremador Bunsen.
 Espectrofotòmetre.
 Flascó rentador.
 Forn de mufla.
 Gresol d'incineració de porcellana.
 Matràs aforat de 500 ml.
 Pipetes aforades de 10 ml (2).
 Triangle ceràmic.
 Tubs d'assaig de 30 ml, boca esmeril·lada, amb tap (2).

Per la corba de calibrat:

(A més de part del material anterior)

Estufa de dessecació.
 Matràs aforat de 1 litre.
 Matrassos aforats de 100 ml (4)
 Pipeta aforada de 1 ml.
 Pipeta aforada de 2 ml
 Tubs d'assaig de 30 ml, boca esmeril·lada, amb tap (5).

REACTIUS

Àcid clorhídric concentrat pa.
 Àcid nítric concentrat aprox. del 70 %.
 Carbonat de calci pa.
 Fosfat monopotàssic, pa (per la corba de calibrat).

Reactiu de nitromolibdovanadat, preparat a partir de la dissolució preparada de molibdat amònic i la de metavanadat amònic, segons el mètode descrit a continuació:

Dissolució de molibdat amònic: Dissoldre en aigua calenta 100 grams de molibdat amònic tetrahidratat, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$; afegir 10 ml d'amoníac concentrat, transferir a matràs aforat de 1 litre, refredar, arrasar i homogeneïtzar.

Dissolució de metavanadat amònic: Dissoldre 2'35 grams de metavanadat amònic, NH_4VO_3 , en un vas de 500 ml amb 400 ml d'aigua destil·lada calenta i afegir lentament una mescla prèviament preparada de 7 ml d'àcid nítric concentrat amb 13 ml d'aigua. Transferir a matràs aforat de 1000 ml, refredar, arrasar amb aigua destil·lada i

homogeneïtzar.

Preparació del reactiu de nitromolibdovanadat: En matràs aforat de 1 litre, mesclar 200 ml de dissolució de molibdat amònic amb 200 ml de dissolució de metavanadat amònic; afegir 134 ml d'àcid nítric concentrat i completar amb aigua destil·lada fins l'arrasament.

METODOLOGIA

- 1.- Preparar una corba de calibrat segons el procediment indicat al final d'aquest apartat.
- 2.- Pesar una quantitat de mostra que contingui entre 2'5 i 10 mil·ligrams de fòsfor en un gresol de cendres.
- 3.- Mesclar amb una quantitat aproximada de 1 gram de carbonat de calci i fer cendres a 550°C.
- 4.- Passar les cendres a un vas de 100 ml amb 10 ml d'aigua, rentant el gresol amb àcid clorhídric concentrat, fins que no faci efervescència, i afegir 10 ml més d'àcid. (treballar en vitrina extractora)
- 5.- Evaporar fins a sequedat, mitjançant calefacció a ebullició suau (en vitrina extractora!).
- 6.- Refredar i dissoldre el residu amb 10 ml d'àcid nítric aproximadament del 10 %, preparat amb 1 part de nítric concentrat i 5 ó 6 d'aigua; escalfar uns 5 minuts, portant a ebullició, però sense arribar a sequedat (vitrina extractora!).
- 7.- Afegir aigua destil·lada i filtrar sobre matràs aforat de 250 ml, rentant el residu amb aigua destil·lada; arrasar i homogeneïtzar.
- 8.- Transferir 10 ml de la dissolució anterior a un tub d'assaig de 30 ml amb boca esmeril·lat i afegir 10 ml del reactiu de nitromolibdovanadat. Mesclar i deixar reposar 10 minuts. Procedir anàlogament amb un blanc format per 10 ml d'aigua destil·lada i 10 ml del reactiu.
- 9.- Llegir l'absorbància a 430 nm, calibrant el 100 % de transmissió (absorbància 0), amb el blanc. Determinar la concentració corresponent amb la corba de calibrat.

Preparació de la corba de calibrat

- 1.- Pesar 4'394 grams de fosfat monopotàssic patró, prèviament dessecat, dissoldre en matràs aforat de 1 litre amb aigua destil·lada, arrasar i homogeneïtzar. Aquesta dissolució mare conté 1 mil·ligram de fòsfor per litre (si no s'ha pesat la quantitat indicada, fer la correcció adient).
- 2.- Preparar dissolucions de calibrat passant porcions de 1, 2, 3 i 4 ml a matrassos aforats de 100 ml, arrasar amb aigua destil·lada i homogeneïtzar. Les dissolucions així preparades corresponen a concentracions de 10, 20, 30 i 40 mil·ligrams/litre.
- 3.- Passar 10 ml de cadascuna de les dissolucions de calibrat a tubs d'assaig de 30 ml amb boca esmeril·lada, junt amb 10 ml de reactiu de nitromolibdovanadat; tapar i mesclar. Procedir igualment amb un blanc format amb 10 ml d'aigua destil·lada i esperar 10 minuts pel desenvolupament del color.
- 4.- Llegir l'absorbància a 430 nm enfront del blanc a absorbància zero.
- 5.- Construir la corba de calibrat, representant en abscisses les concentracions i en ordenades les absorbàncies.

CÀLCULS

El resultat s'expressa en % de fòsfor:

$$P(\%) = \frac{2'5 \cdot C}{m}$$

a on **P(%)** és el contingut de fòsfor en tant per cent, **C** la concentració corresponent segons la corba de calibrat i **m** el pes de la mostra en grams.

OBSERVACIONS

Les quantitats a pesar de cada tipus de mostra són:

mostra	quantitat (grams)	observacions
ametlles (pelades)	1'500	Es molturarà amb un molinet fins fer farina
farina de civada	1'800	Es molturarà amb un molinet fins fer farina
cacauets (pelats)	1'800	Es molturarà amb un molinet fins fer farina
ordi	1'700	Es molturarà amb un molinet fins fer farina
porc (magre)	6'400	Es tallarà a petites tires fines abans de pesar, i s'assecarà parcialment en estufa abans de fer cendres.
pèsols frescs	5'500	Abans de pesar, cal xafar la mostra en un morter, i s'assecarà parcialment en estufa abans de fer cendres.
pèsols secs	1'800	Es molturarà amb un molinet fins fer farina
ous (sense closca)	3'900	Es bat amb una forquilla abans de pesar.
mongetes seques	1'500	Es molturarà amb un molinet fins fer farina
faves seques	2'000	Es molturarà amb un molinet fins fer farina
faves tendres (sense beina)	5'300	Abans de pesar, cal xafar la mostra en un morter, i s'assecarà parcialment en estufa abans de fer cendres.
llentilles seques	1'600	Es molturarà amb un molinet fins fer farina
ostres (part comestible)	4'500	Es tallarà a petites tires fines abans de pesar, i s'assecarà parcialment en estufa abans de fer cendres.
formatge	1'000	Es ratllarà abans de pesar
vedella (part magra)	3'200	Es tallarà a petites tires fines abans de pesar, i s'assecarà parcialment en estufa abans de fer cendres.

Qüestionari 11.1.- Fòsfor total (espectrofotometria)

- 1.- Per què s'hi afegeix carbonat de calci a la mostra en el moment de fer cendres?
- 2.- Fer l'esquema gràfic del procediment analític
- 3.- Deduir raonadament la fórmula utilitzada en els càlculs
- 4.- Confeccionar el corresponent "butlletí d'anàlisi".