

DETERMINACIÓN DE LA FIBRA BRUTA**OBJETIVO Y FUNDAMENTOS**

Determinación de la fibra bruta, mediante separación del resto de componentes por disgregación hidrolítica y filtración.

MATERIAL

Alargadera para crisol de 30 mm.
Balanza analítica.
Estufa de desecación.
Frasco lavador.
Horno de mufla con termostato.
Crisol con placa filtrante del nro 2, de 30 mm.
Manta calefactora para balones de 1 litro.
Manchón de caucho para crisol de 30 mm.
Matraz forma balón de 1 litro.
Matraz Kitasato de 2 litros y boca de 30 mm.
Refrigerante de reflujo.
Tapón de caucho, taladrado, de 30 mm.
Trompa de vacío.
Varilla policia.
Vaso de pp de 50 ml.

REACTIVOS

Acetona RA.
Ácido sulfúrico aprox. 0'26 N.
Agua destilada.
Hidróxido de potasio aprox. 0'23 N.
Papel indicador
Silicona antiespumante.

Preparación de los reactivos

ÁCIDO SULFÚRICO APROX 0'26 N.- En un vaso de pp de 250 ml, con 100 ml de agua destilada, añadir, despacio y con agitación suave y continuada, 14'5 ml de ácido sulfúrico ra del 96 %; dejar enfriar y transferir a matraz aforado de 2 litros: completar con agua destilada hasta enrase y homogeneizar. Transferir a dos frascos de 1 litro con tapón hermético.

HIDRÓXIDO POTÁSICO APROX 0'23 N.- En un granatario, pesar rápidamente 30'5 gramos de hidróxido de potasio ra del 85 %. Transferir a un vaso de pp de 500 ml con 250 ml de agua destilada y agitar hasta disolución completa. Si el calentamiento producido fuera excesivo, esperar a que se enfríe antes de continuar. Filtrar al vacío sobre placa

filtrante y pasar el filtrado a un matraz aforado de 2 l. Homogeneizar. Transferir a 2 frascos de polietileno de 1 l con tapón hermético.

METODOLOGÍA

- 1.- Pesar unos 3 gramos de muestra y transferir al balón de 1 l con ayuda de una pequeña cantidad de agua destilada.
- 2.- Añadir 250 ml de ácido sulfúrico 0'26N y unas gotas de antiespumante. Llevar a ebullición en manta calefactora.
- 3.- Conectar el refrigerante de reflujo y mantener la ebullición durante 30 minutos, agitando de vez en cuando el matraz para evitar adherencias de material a las paredes del recipiente.
- 4.- Desconectar la manta calefactora y añadir unos 50 ml de agua destilada, por la cabeza del refrigerante para detener la ebullición. Desconectar el refrigerante.
- 5.- Filtrar, con vacío muy suave, sobre placa filtrante calcinada a 550°C, lavando el residuo varias veces con agua muy caliente
- 6.- Transferir el residuo arrastrado al interior del crisol filtrante, de nuevo al interior del matraz, ayudándonos con pequeñas cantidades de agua destilada y con la varilla policia.
- 7.- Añadir 250 ml de hidróxido de potasio 0'23N y unas gotas de antiespumante. Llevar a ebullición y proceder a continiación como en los puntos 3, 4 y 5.
- 8.- Transferir cuantitativamente el residuo del interior del matraz al interior del crisol filtrante, arrastrando con agua muy caliente.
- 9.- Continuar los lavados del crisol filtrante con agua caliente hasta la neutralización del líquido filtrado (comprobar con papel indicador).
- 10.- Lavar 3 veces con acetona ra.
- 11.- Secar el crisol filtrante en estufa de desecación a 110°C y enfriar en desecador. Pesar y repetir este punto hasta peso constante.
- 12.- Introducir 1 hora en el horno a 500°C. Enfriar en desecador y pesar.

CÁLCULOS

El resultado se expresa en "porcentaje de fibra bruta sobre muestra total":

$$\%(\text{fibra bruta}) = \frac{m' - m''}{m} \cdot 100$$

en donde:

m = peso de la muestra.

m' = peso del crisol con el residuo.

m'' = peso del crisol con el residuo calcinado.

OBSERVACIONES

Los recipientes calientes deben manipularse con guantes de amianto o pinzas para matraces recubiertas de amianto.

Cuestionario 7.2.- Determinación de la fibra bruta

- 1.- La placa filtrante debe estar previamente calcinada a 550°C y posteriormente debe trabajarse calcinando la placa con la muestra a 500°C (50°C menos). Porqué?
- 2.- Cuando la placa filtrante ha sido usada para 6 ó 7 determinaciones de fibra bruta, es rechazada . Porqué?
- 3.- Deducir razonadamente la fórmula utilizada en los cálculos.
- 4.- Hacer el esquema gráfico del procedimiento analítico.
- 5.- Confeccionar el correspondiente "boletín de análisis".