

Iniciación a la bromatología (prácticas)	Protocolos de análisis	Ref: 9.2
DETERMINACIÓN DE HALUROS EN AGUA		

OBJETIVO Y FUNDAMENTOS

El método se basa en la reacción de los haluros con el nitrato de plata y formación de un precipitado cuantitativo de haluro de plata.

MATERIAL

Bureta de 25 ml.

Frasco lavador.

Matraz erlenmeyer 250 ml esmerilado 29/32, con tapón.

Pipeta aforada de 25 ml.

Probeta de 10 ml.

Probeta de 100 ml.

REACTIVOS

Ácido nítrico concentrado.

Agua destilada

Disolución 0'1N, titulada, de sulfocianuro potásico

Disolución de nitrato de plata 0'1000N, titulada.

Disolución saturada de sulfato férrico amónico.

Nitrobenceno.

Disolución titulada de tiocianato potásico.- Desecar alrededor de 10 gramos de tiocianato potásico pa a 105°C durante dos horas, dejar enfriar en desecador y pesar con exactitud de 1 mg, alrededor de 9'717 gramos. Disolver hasta un litro en agua destilada. Buscar el factor de la disolución mediante valoración con disolución titulada de nitrato de plata 0'1000 N.

Disolución saturada de sulfato férrico.- Disolver lentamente sulfato férrico amónico, calidad PA, en 200 mililitros de agua destilada, hasta que la disolución no admita mas soluto. Clarificar con 2 ml de ácido nítrico concentrado. Filtrar.

METODOLOGÍA

- 1.- Pasar 100 ml de agua problema a un matraz erlenmeyer de 250 ml, esmerilado 29/32. Añadir unas gotas de ácido nítrico concentrado y 25 ml de disolución de nitrato de plata 0'1000N (aparición de un precipitado blanco).
- 2.- Añadir unos 7 ml de nitrobenceno y 1 ml de disolución de sulfato férrico amónico. Tapar y agitar con emergencia.
- 3.- Lavar el tapón y el cuello del matraz con un chorrito de agua destilada. Valorar con la disolución de tiocianato potásico hasta virar a color salmón.

CÁLCULOS

El resultado se expresa como "contenido total de haluros, expresado como cloruro de sodio":

$$\text{gramos/litro de NaCl} = \frac{(2'5 - V \cdot N) \cdot 58'45}{100}$$

en donde **V** es el volumen consumido, en ml, durante la valoración, de tiocianato de potasio y **N** su normaldad (exacta).

OBSERVACIONES

Es preciso que los reactivos utilizadas estén totalmente exentos de cloruros; si se sospechase su presencia, debe efectuarse un ensayo en blanco.

El método también es aplicable a vino y líquidos en general. Si la muestra tuviese un contenido excesivamente alto de haluros, diluir previamente en agua destilada.

Cuestionario 9.2.- Determinación de haluros en agua

- 1.- Escribir la reacción que tiene lugar en la valoración.
- 2.- ¿Cual es la acción del nitrobenzeno?
- 3.- Sugerir un procedimiento substitutorio del uso del nitrobenzeno.
- 4.- Deducir razonadamente la fórmula utilizada en los cálculos.
- 5.- Hacer el esquema gráfico del procedimiento analítico.
- 6.- Confeccionar el correspondiente "boletín de análisis".