

Iniciación a la bromatología (prácticas)	Protocolos de análisis	Ref: 11.3
<b>HIERRO EN ALIMENTOS (ESPECTROFOTOMETRÍA)</b>		

## OBJETO Y FUNDAMENTOS

(Ver el apartado correspondiente de la práctica 11.2)

## MATERIAL

Crisol para cenizas  
Triángulo cerámico  
Quemador Bunsen  
Horno de mufla  
Vasos de pp de 100 ml (2).  
Matraces aforados de 100 ml (2).  
Pipeta aforada de 5 ml  
Pipeta aforada de 2 ml  
Embudo cónico  
Frasco lavador  
Dosificador gotero  
Espectrofotómetro  
Cubetas para espectrofotómetro  
pHmetro  
Balanza analítica

Para la curva de calibrado:

(Ver práctica 11.2)

## REACTIVOS

(Ver práctica 11.2)

## METODOLOGÍA

- 1.- Preparar una curva de calibrado tal como se describe en la práctica 11.2
- 2.- Pesar una cantidad de muestra que contenga entre 0'1 y 0'5 miligramos de hierro en un crisol de cenizas calcinado y tarado.
- 3.- Hacer cenizas a 525°C.
- 4.- Disolver las cenizas con una pequeña cantidad de ácido sulfúrico diluido (aprox. 1:5) y filtrar sobre vaso de pp de 100 ml; lavar rápidamente con pequeñas porciones de agua destilada hasta completar un volumen total no superior a 50 ml.
- 5.- Continuar como en los puntos 3 al 8 de la metodología de la práctica 11.2.

## CÁLCULOS

El resultado se expresa en ppm (partes per millón); una parte per millón equivale a un miligramo de hierro per cada kg de substancia problema:

$$\text{ppm(Fe)} = \frac{100}{m} \cdot C$$

siendo  $m$  el peso de la muestra en gramos y  $C$  la concentración determinada en la curva de calibrado, en miligramos/litro.

## OBSERVACIONES

El método es apto para substancias que no contengan cantidades apreciables de cobre y/o cobalto.

Para muestras con alto contenido en cobre, como por ejemplo algunos piensos compuestos para cerdos, terneros u otros, debe separarse previamente el hierro del cobre por precipitación del hierro con amoníaco y posterior redisolución del precipitado con disolución ácida ( $\text{pH} < 2$ ).

Si en lugar de un espectrofotómetro disponemos de un colorímetro de filtros, deberemos proceder con un filtro de haz entre 460 i 520 nm.

La cantidad a pesar de muestra será alrededor de los siguientes valores (en gramos):

almendras peladas	6'600
harina de avena	6'800
harina de trigo (integral)	10'000
legumbres secas	3'100
cacahuetes pelados	10'000
cebada	6'300
espinacas	7'000
ostras (parte comestible)	5'700
carne de ternera	8'600

Aquellas muestras que presenten un contenido alto de humedad (como pe. espinacas, ostras y carne), deberán ser cortadas previamente en trozos pequeños con unas tijeras antes de pesarlas y posteriormente secar parcialmente en estufa antes de incinerar.

### Cuestionario 11.3.- Hierro en alimentos (espectrofotometría)

- 1.- Hacer el esquema gráfico del procedimiento analítico.
- 2.- Deducir razonadamente la fórmula utilizada en los cálculos.

3.- Confeccionar el correspondiente "boletín de análisis".

4.- El cobre interfiere notablemente en esta determinación. Diseñar una metodología para separar el cobre de la muestra según el procedimiento indicado en el apartado "observaciones"; deberá ser razonado con el apoyo de los cálculos adecuados (sugerencia: tomar en consideración los productos de solubilidad de los hidróxidos de hierro y de cobre y el efecto del pH).