

Iniciació a la bromatologia (pràctiques)	Protocols d'anàlisi	Ref: 7.2
DETERMINACIÓ DE LA FIBRA BRUTA		

OBJECTE I FONAMENTS

Determinació de la fibra bruta, mitjançant separació de la resta de components per disgregació hidrolítica i filtració.

MATERIAL

Allargadora per gresol de 30 mm.
 Balança analítica.
 Estufa de dessecació.
 Flascó rentador.
 Forn de mufla amb termòstat.
 Gresol amb placa filtrant del no 2, de 30 mm.
 Manta calefactora per balons de 1 litre.
 Manxó de cautxú per gresol de 30 mm.
 Matràs forma baló de 1 litre.
 Matràs Kitasato de 2 l i boca de 30 mm.
 Refrigerant de reflux.
 Tap de cautxú, foradat, de 30 mm.
 Trompa de buit.
 Vareta policia.
 Vas de pp de 50 ml.

REACTIUS

Acetona RA.
 Àcid sulfúric aprox. 0'26 N.
 Aigua destil·lada.
 Hidròxid de potassi aprox. 0'23 N.
 Paper indicador
 Silicona antiescumant.

Preparació dels reactius

ÀCID SULFURIC APROX 0'26 N.- En un vas de pp de 250 ml, amb 100 ml d'aigua destil·lada, afegir, poc a poc i agitant contínuament amb compte, 14'5 ml d'àcid sulfúric ra del 96 %; esperar que es refredi i transferir a un matràs aforat de 2 litres: completar amb aigua destil·lada fins l'arrasament i homogeneïtzar. Transferir a dos flascons de 1 litre amb tap hermètic.

HIDROXID DE POTASSI APROX 0'23 N.- En un granatari, pesar ràpidament 30'5 grams d'hidròxid de potassi ra del 85 %. Transferir a un vas de pp de 500 ml amb 250 ml d'aigua destil·lada i agitar fins total dilució. Si es produeix escalfament notable, esperar que es refredi. Filtrar al buit sobre placa filtrant i transferir el filtrat a un matràs

aforat de 2 l. Homogeneïtzar. Transferir a 2 flascons de polietilè de 1 l amb tap hermètic.

METODOLOGIA

- 1.- Pesar uns 3 grams de mostra i transferir al baló de 1 l amb l'ajut d'una petita quantitat d'aigua destil·lada.
- 2.- Afegir 250 ml d'àcid sulfúric 0'26N i unes gotes d'antiescumant. Portar a ebullició en manta calefactorsa.
- 3.- Connectar el refrigerant de reflux i mantenir l'ebullició durant 30 minuts, sacsejant el matràs de tant en tant per evitar adherències de material a les parets del matràs.
- 4.- Desconnectar la manta calefactorsa i afegir a través del cap del refrigerant, uns 50 ml d'aigua destil·lada, per detenir l'ebullició. Desconnectar el refrigerant.
- 5.- Filtrar, amb buit molt suau, sobre placa filtrant calcinada a 550°C, rentant el residu varies vegades amb aigua molt calenta.
- 6.- Transferir el residu arrossegat a l'interior del gresol filtrant, de nou a l'interior del matràs, amb l'ajut de petites quantitats d'aigua destil·lada i de la vareta políica.
- 7.- Afegir 250 ml d'hidròxid de potassi 0'23N i unes gotes d'antiescumant. Portar a ebullició i procedir com en els punts 3, 4 i 5.
- 8.- Transferir quantitativament el residu de l'interior del matràs a l'interior del gresol filtrant, amb l'ajut d'aigua ben calenta.
- 9.- Continuar els rentats del gresol filtrant amb aigua calenta fins la neutralitat del líquid filtrat (comprovar amb paper indicador).
- 10.- Rentar 3 cops amb acetona ra.
- 11.- Assecar el gresol filtrant en estufa de dessecació a 110°C i refredar en dessecador. Pesar i repetir aquest punt fins pes constant.
- 12.- Introduir 1 hora al forn a 500°C. Refredar en dessecador i pesar.

CÀLCULS

El resultat s'expressa en "percentatge de fibra bruta sobre mostra total":

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

a on:

m = pes de la mostra.

m' = pes del gresol amb el residu.

m'' = pes del gresol amb el residu calcinat.

OBSERVACIONS

Es convenient manipular els recipients calents amb guants d'amiant o pinces per matrassos amb folre d'amiant.

Qüestionari 7.2. - Determinació de la fibra bruta

- 1.- La placa filtrant cal que estigui calcinada prèviament a 550°C, i posteriorment es treballa calcinant la placa amb la mostra a 500°C (50°C menys). Per quin motiu?
- 2.- Quan la placa filtrant ha estat utilitzada per 6 ó 7 determinacions de fibra bruta, es rebutja. Per què?
- 3.- Deduir raonadament la fórmula utilitzada en els càlculs.
- 4.- Fer l'esquema gràfic del procediment analític.
- 5.- Confeccionar el corresponent "butlletí d'anàlisi".