

HALURS NO VOLÀTILS EN ALIMENTS SÒLIDS**OBJECTE I FONAMENTS**

El mètode es basa en la reacció dels halurs amb el nitrat de plata, formant-se un precipitat quantitatiu d'halurs de plata.

A la mostra se li addiciona una quantitat exactament coneguda de dissolució titulada de nitrat de plata, determinant-se l'excés de nitrat de plata per valoració amb dissolució titulada de tiocianat

La substància orgànica interfereix a la valoració, i és eliminada prèviament per calcinació.

MATERIAL

Balança analítica.

Cremador Bunsen.

Bureta de 25 ml.

Flascó rentador.

Forn per cendres.

Gresol per cendres.

Matràs erlenmeyer de 250 ml, esmerilat 29/32 amb tap.

Pipeta aforada de 25 ml.

Proveta de 10 ml.

Support, cercol i nou.

Triangle de ceràmica.

Vitrina extractora.

REACTIUS

Dissolució de nitrat de plata 0'1000N, sv

Dissolució 0'1N, sv, de sulfocianur potàssic.

Dissolució saturada de sulfat fèrric amònic.

Àcid nítric concentrat.

Nitrobenzè.

Aigua destil·lada

Preparació dels reactius

DISSOLUCIÓ TITULADA DE TIOCIANAT POTÀSSIC.- Dessecar al voltant de 10 grams de tiocianat potàssic a 105°C durant dues hores, deixar refredar en dessecador i pesar exactament, al voltant de 9'717 grams. Dissoldre fins a un litre en aigua destil·lada. Buscar el factor de la dissolució mitjançant valoració amb dissolució titulada de nitrat de plata 0'1000 N.

DISSOLUCIÓ SATURADA DE SULFAT FÈRRIC-AMÒNIC.- Dissoldre lentament en 200 mil·lilitres d'aigua destil·lada, sulfat fèrric-amònic, qualitat PA, fins que la dissolució no n'hi admeti més. Clarificar la dissolució amb 2 ml d'àcid nítric concentrat. Filtrar.

METODOLOGIA

- 1.- Pesar exactament uns 5 grams de mostra en un gresol calcinat i tarat, i fer cendres segons la metodologia de la pràctica 7.1.
- 2.- Dispersar les cendres amb una petita quantitat d'aigua destil·lada i unes gotes d'àcid nítric 6 N, i transvasar, rentant el gresol, a un vas de pp de 100 ml.
- 3.- Filtrar sobre un erlenmeyer esmerilat de 250 ml; rentar el residu sobre el filtre amb petites porcions d'aigua destil·lada, fins test de clorurs negatiu del filtrat (el volum final ha d'ésser al voltant de 100 ml) i acidificar amb una mica d'àcid nítric.
- 4.- Afegir 25 ml de dissolució titulada de nitrat de plata 0'1000N (aparició d'un precipitat blanc) i a continuació, entre 7 i 10 ml de nitrobenzè.
- 5.- Tapar l'erlenmeyer i agitar enèrgicament durant 1 minut; destapar i arrossegar amb aigua destil·lada les porcions de partícules i de dissolució adherides al tap i a les parets de l'erlenmeyer.
- 6.- Afegir 1 ml de dissolució saturada de sulfat fèrric amònic i valorar amb dissolució titulada 0'1 N de sulfocianur potàssic, fins coloració rosa salmó suau.

CÀLCULS

El resultat s'expressa com "contingut total d'halurs, expressat en clorur de sodi":

$$\%(\text{ClNa}) = \frac{(2'5 - V \cdot N) \cdot 58'45}{m} \cdot 100$$

a on **V** és el volum gastat, en ml, durant la valoració, de tiocianat de potassi, **N** la seva normalitat i **m** la massa de la mostra en mil·ligrams.

OBSERVACIONS

Cal que els reactius emprats estiguin totalment exempts de clorurs; cas de sospitar presència de clorurs, cal efectuar un assaig en blanc.

Si el contingut de clorurs és molt elevat, pot filtrar-se la mostra reduïda a cendres (punt 3), sobre un matràs aforat de 250 ml, arrasar amb aigua destil·lada, homogeneïtzar i treballar amb una porció alíquota.

Qüestionari 9.3.- Halurs no volàtils en aliments sòlids

- 1.- Per què aquest procediment no és apte per la determinació d'halurs volàtils?
- 2.- Fer l'esquema gràfic del procediment analític.
- 3.- Escriure les reaccions que tenen lloc en els subapartats 4 i 6 de l'apartat de "metodologia".

- 4.- Deducir raonadament la fórmula utilitzada en els càlculs.
- 5.- Confeccionar el corresponent "butlletí d'anàlisi".