

Iniciació a la bromatologia (pràctiques)	Protocols d'anàlisi	Ref: 10.1
<b>IDENTIFICACIÓ DE PLOM</b>		

## OBJECTE I FONAMENTS

Es tracta d'identificar la presència de plom en aliments.

La matèria orgànica es destrueix per tractament amb àcid perclòric i addició dels reactius de Carrez i s'identifica el plom segons el procediment d'Arribas Gimeno.

## MATERIAL

Balança granatària  
 Centrífuga  
 Comptagotes  
 Flascó rentador  
 Paper de filtre.  
 Pipetes graduades de 2 ml  
 Placa calefactora  
 Tubs d'assaig de 20 ml  
 Tubs d'assaig de 3 ml  
 Varettes de vidre  
 Vasos de pp de 25 ml  
 Vasos de pp de 50 ml  
 Vidres de rellotge

## REACTIUS

Àcid clorhídric aprox. 2N (1 part d'àcid clorhídric pa del 35 % en 5 parts d'aigua destil·lada).

Àcid nítric concentrat.

Àcid perclòric del 30 % (Mesclar a parts igual, aigua destil·lada amb àcid perclòric del 60 % pa)

AEDT al 5 % (pesar 5 grams de AEDT pa i portar a volum fins 100 ml en aigua destil·lada).  
 Aigua destil·lada.

Aigua oxigenada al 3 %.

Carbonat de sodi 1N (53 grams de carbonat de sodi anhidre pa fins 1 litre en aigua destil·lada).

Cromat potàssic 0'5N (4'9 grams de cromat potàssic pa fins a 100 ml en aigua destil·lada).

Hidròxid de sodi 1N i 0'1N sv.

Nitrat amònic 0'5N (4'05 grams de nitrat amònic pa en aigua destil·lada fins a 100 ml)

Paper indicador.

Reactiu de Carrez I (24 grams d'acetat de zinc pa i 3 grams d'àcid acètic glacial pa fins a 100 ml en aigua destil·lada).

Reactiu de Carrez II (10'6 grams de ferrocianur potàssic trihidrat pa en aigua destil·lada fins 100 ml).

Sulfat amònic, dissolució (13'2 grams de sulfat amònic pa en aigua destil·lada fins 100 ml).

## METODOLOGIA

- 1.- Es pren una quantitat de mostra homogeneïtzada i molturada de al voltant de 1 gram i es passa a un vas de pp de 50 ml.
- 2.- S'afegeixen 5 ml d'àcid perclòric al 30 % i es deixa en repòs durant 1/2 hora, tapant amb un vidre de rellotge i agitant de tant en tant.
- 3.- Afegir 10-15 ml d'aigua destil·lada i filtrar sobre una vas de pp, fins arregar uns 10-15 ml de filtrat.
- 4.- Addicionar al filtrat 2 ml de reactiu Carrez I, agitant 5 minuts sobre placa magnètica.
- 5.- Afegir 2 ml de reactiu Carrez II i agitar en placa magnètica 5 minuts.
- 6.- Filtrar, fins arregar uns 15 ml de filtrat, sobre un vas de pp petit, i apartar uns 5 ml per la pràctica 10.3 (determinació d'arsènic).
- 7.- Afegir, agitant, dissolució de carbonat de sodi 1N fins reacció alcalina.
- 8.- Afegir 3 ml més de dissolució de carbonat de sodi i portar a ebullició suau durant 5 minuts.
- 9.- Centrifugar; la *no aparició de precipitat indica assaig negatiu de plom*, i no cal seguir (en tot cas, efectuar el punt 10 si es desitja determinar mercuri i/o arsènic). Si apareix precipitat, continuar.
- 10.- Separar el líquid clar (reservar-lo per la pràctica 10.2 -determinació de mercuri-). Rentar el precipitat amb aigua calenta, separant-lo dels líquids de rentat mitjançant centrifugació.
- 11.- Assecar el màxim possible el precipitat amb una tira de paper de filtre i tractament al bany Maria.
- 12.- Tractar el precipitat amb 1 ml d'àcid nítric concentrat i escalfar acuradament a la flama (compte amb les projeccions!) fins quasi sequedat. Si el residu enfosqueix notablement, afegir unes gotes d'aigua oxigenada.
- 13.- Afegir 1 ml d'aigua destil·lada, 10 gotes de nitrat amònic 0'5 N i 1 gota d'àcid nítric diluït; deixar 5 minuts al bany Maria, centrifugar i separar el líquid clar .
- 14.- Al líquid clar, afegir 1 ml de HCl 2N i continuar, si escau, fins total precipitació. Si obtenim precipitat, continuem al punt següent, i si no, passem al punt 16.
- 15.- Rentar el pp amb aigua bullint, centrifugant i separant el líquid quan encara està calent. Passar el líquid clar a un tub d'assaig i afegir dues gotes de cromat potàssic 0'5N; *precipitat groc indica plom en quantitats considerables* (en aquest cas, no cal seguir). En tot cas, reservar el precipitat per la pràctica 10.2
- 16.- Al líquid procedent del punt 14, afegir-hi 20 gotes de dissolució de sulfat amònic, escalfar fins ebullició i després deixar 10 minuts al bany Maria. La *no aparició de precipitat confirma assaig negatiu del plom* (no cal seguir). Si apareix precipitat, centrifugar, rentant el residu amb aigua destil·lada i descarregar el líquid.
- 17.- Afegir al pp 1 ml de AEDT al 5%. Escalfar lleugerament i centrifugar. Separar el líquid.
- 18.- Al líquid procedent del punt anterior, afegir dissolució de sosa fins pH alcalí i unes gotes de dissolució de sulfur sòdic; *precipitat negre indica presència de plom*.

## INTERPRETACIÓ DELS RESULTATS

- Assaig del punt 9 negatiu (no hi ha precipitat ) = **NEGATIU**.
- Assaig del punt 16 negatiu = **NEGATIU**.

- Assaig del punt 18 positiu = *POSITIU (Presència de Pb)*.
  - Assaig del punt 15 positiu = *POSITIU (Presència de Pb en quantitat gran)*.
- 

### **Qüestionari 10.1.- Identificació de plom**

- 1.- Fer l'esquema gràfic del procediment analític.
- 2.- Escriure les reaccions dels assaigs corresponents als subapartats 9, 15, 16 i 18 de l'apartat "metodologia".
- 3.- Confeccionar el corresponent "butlletí d'anàlisi".