

Iniciació a la bromatologia (pràctiques)	Protocols d'anàlisi	Ref: 12.1
<b>SODI PER FOTOMETRIA DE FLAMA</b>		

## OBJECTE I FONAMENTS

El sodi presenta un emissió característica de color groc, del tipus de "línia atòmica", al cremar en el sí d'una flama, una substància que contingui compostos de sodi.

La calcinació de la mostra no és estrictament necessària, però la realitzem per facilitar una millor dilució i una filtració més còmoda.

## MATERIAL

Equipament per fotometria de flama, amb filtre per sodi o amb selector de longitud d'ona.  
Vasos petits (contenidors de mostra).

Flascó rentador.

Balança analítica.

Vas de pp de 100 ml.

Vidre de rellotge.

Pipeta graduada de 5 ml.

Embut cònic.

Matràs aforat de 250 ml.

Paper de filtre.

Gresol per cendres.

Triangle ceràmic.

Cremador Bunsen.

Forn de mufla.

Dessecador.

Comptagotes.

Per la corba de calibrat:

Matràs aforat de 1 litre.

Matrassos aforats de 100 ml (5).

Paper mil·limetrat.

Pipetes aforades de 5, 10 i 25 ml.

## REACTIUS

Aigua destil·lada exempta de CO<sub>2</sub> (expulsió del CO<sub>2</sub> mitjançant ebullició).

Àcid clorhídric concentrat pa.

Clorur de sodi pa (per la corba de calibrat).

Gas combustible.

## METODOLOGIA

1.- Pesar al voltant de 2 grams de mostra i fer cendres (no cal que siguin completament blanques, a no ser que es vulgui determinar simultàniament el contingut en cendres de la mostra - en aquest cas s'aconseja pesar una mica més-).

- 2.- Es transfereixen les cendres a un vas de pp de 100 ml, i es dissol en aigua i una mica d'àcid clorhídric, tapant amb un vidre de rellotge si es produeix efervescència.
- 3.- Es porta a ebullició suau durant 5 minuts, tenint cura de que el volum no minvi excessivament.
- 4.- Es filtra sobre matràs aforat de 250 ml i s'arrasa amb aigua destil·lada exempta de CO<sub>2</sub>.
- 5.- Es porta una porció de mostra a un vaset portamostres i es passa pel fotòmetre de flama, prèviament calibrat segons s'indica a l'apartat "Preparació de la corba de calibrat".

#### Preparació de la corba de calibrat:

- 1.- Pesar 0'2542 grams de clorur de sodi pa prèviament dessecat.
- 2.- Dissoldre en aigua destil·lada exempta de CO<sub>2</sub>.
- 3.- Transferir a matràs aforat de 1 litre, arrasar i homogeneïtzar.
- 4.- Transferir quantitats de solució mare de 5, 10, 25, 50 i 75 ml a matrassos aforats de 100 ml. Arrasar amb aigua destil·lada i homogeneïtzar.
- 5.- Ajustar la resposta 0 de l'aparell amb aigua destil·lada i la resposta 100 amb la dissolució mare i llegir les emissions de les diferents dissolucions de treball (és convenient reajustar el 0 i el 100 abans de cada lectura).
- 6.- Construir la corba de calibrat, representant l'emissió en ordenades i la concentració de sodi en abscisses. Les concentracions corresponents de cada dissolució de treball són:

ml dissolució mare	conc. dis. treball (mg/ml)
5	0'005
10	0'010
25	0'025
50	0'050
75	0'075
sol. mare	0'100

En el cas (molt probable), de que el pes mesurat de NaCl patró no sigui exactament l'esmentat (però que sempre serà un valor molt proper), les concentracions de treball seran les indicades multiplicades pel factor de correcció  $s/0'2542$ , en el qual  $s$  és el pes, en grams, de patró de NaCl.

#### **CÀLCULS**

El resultat s'expressa en % de sodi:

$$\text{Na}(\%) = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m}$$

essent  $C$  la concentració que correspon segons la corba de calibrat, en mg/ml,  $V$  el volum fins el qual es dissol la mostra i  $m$  el pes de la mostra en mil·ligrams.

#### **OBSERVACIONS**

Si el contingut de sodi de la mostra és baix, és convenient diluir la mostra a un volum

inferior als 250 ml esmentats a la metodologia.

Si el contingut de sodi fos tan alt que al llegir l'emissió del problema el valor quedés fora de l'escala, es pot prendre una porció de la dissolució i diluir-la més. En aquest cas, cal multiplicar l'expressió de l'apartat anterior (càlculs), pel corresponent factor de dilució.

---

### **Qüestionari 12.1.- Sodi per fotometria de flama**

- 1.- Fer l'esquema gràfic del procediment analític.
- 2.- Deduir raonadament la fórmula utilitzada en els càlculs.
- 3.- Confeccionar el corresponent "butlletí d'anàlisi".
- 4.- Cal construir la corba de calibrat en la mateixa sessió de treball en que es determina el Na de la mostra: Per què?
- 5.- Idear un mètode alternatiu de determinació de sodi per fotometria de flama, sense construcció de corba de calibrat (suposarem la linealitat de la resposta).