

## HALUROS NO VOLÁTILES EN ALIMENTOS SÓLIDOS

### OBJETIVO Y FUNDAMENTOS

El método se basa en la reacción de los haluros con el nitrato de plata, con formación de precipitado cuantitativo de haluros de plata.

A la muestra se le añade una cantidad exactamente conocida de disolución titulada de nitrato de plata, determinándose el exceso de nitrato de plata por valoración con disolución titulada de tiocianato.

La sustancia orgánica interfiere en la valoración i debe eliminarse previamente por calcinación.

### MATERIAL

Balanza analítica.

Quemador Bunsen.

Bureta de 25 ml.

Frasco lavador.

Horno incinerador.

Crisol para cenizas.

Matraz erlenmeyer de 250 ml, esmerilado 29/32 con tapón.

Pipeta aforada de 25 ml.

Probeta de 10 ml.

Soporte, aro y nuez.

Triángulo cerámico.

Vitrina extractora.

### REACTIVOS

Disolución de nitrato de plata 0'1000N, sv

Disolución 0'1N, sv, de sulfocianuro potásico.

Disolución saturada de sulfato férrico amónico.

Ácido nítrico concentrado.

Nitrobenceno.

Agua destilada.

#### Preparación de los reactivos

**DISOLUCIÓN TITULADA DE TIOCIANATO POTÁSICO.**- Desechar alrededor de 10 gramos de tiocianato potásico a 105°C durante dos horas, dejar enfriar en desecador y pesar exactamente alrededor de 9'717 gramos. Disolver hasta un litro en agua destilada. Buscar el factor de la disolución mediante valoración con disolución titulada de nitrato de plata 0'1000 N.

**DISOLUCIÓN SATURADA DE SULFATO FÉRRICO-AMÓNICO.**- Disolver lentamente en 200 mililitros de agua destilada, sulfato férrico-amónico, calidad PA, hasta que la

disolución no admita más soluto. Clarificar la disolución con 2 ml de ácido nítrico concentrado. Filtrar.

## METODOLOGÍA

- 1.- Pesar exactamente unos 5 gramos de muestra en un crisol calcinado y tarado y hacer cenizas según la metodología de la práctica 7.1.
- 2.- Dispersar las cenizas con una pequeña cantidad de agua destilada y unas gotas de ácido nítrico 6 N, y trasvasar, lavando el crisol, a un vaso de pp de 100 ml.
- 3.- Filtrar sobre un erlenmeyer esmerilado de 250 ml; lavar el residuo sobre el filtro con pequeñas porciones de agua destilada, hasta test de cloruros negativo del filtrado (el volumen deberá ser de aproximadamente 100 ml) y acidificar con un poco de ácido nítrico.
- 4.- Añadir 25 ml de disolución titulada de nitrato de plata 0'1000N (aparición de un precipitado blanco) y a continuación, entre 7 y 10 ml de nitrobenzeno.
- 5.- Tapar el erlenmeyer y agitar enérgicamente durante 1 minuto; destapar y arrastrar con agua destilada las porciones de partículas y de disolución adheridas al tapón y a las paredes del erlenmeyer.
- 6.- Añadir 1 ml de disolución saturada de sulfato férrico amónico y valorar con disolución titulada 0'1 N de sulfocianuro potásico, hasta coloración rosa salmón suave.

## CÁLCULOS

El resultado se expresa como "contenido total de haluros, expresado en cloruro de sodio":

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

en donde **V** es el volumen consumido, en ml, durante la valoración, de tiocianato de potasio, **N** su normalidad y **m** la masa de la muestra en miligramos.

## OBSERVACIONES

Los reactivos utilizados deben estar totalmente exentos de cloruros; en el caso de sospechar su presencia, debe efectuarse un ensayo en blanco.

Si el contenido de cloruros fuese muy elevado, se aconseja filtrar la muestra reducida a cenizas (punto 3), sobre un matraz aforado de 250 ml, enrasar con agua destilada, homogeneizar y proceder con una porción alícuota.

### Cuestionario 9.3.- Haluros no volátiles en alimentos sólidos

- 1.- ¿Porqué este procedimiento no es apto para la determinación de haluros volátiles?
- 2.- Hacer el esquema gráfico del procedimiento analítico.
- 3.- Escribir las reacciones que tienen lugar en los subapartados 4 i 6 del apartado

"metodología".

4.- Deducir razonadamente la fórmula utilizada en los cálculos.

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