

Iniciación a la bromatología (prácticas)	Protocolos de análisis	Ref: 10.1
IDENTIFICACIÓN DE PLOMO		

OBJETIVO Y FUNDAMENTOS

Se trata de identificar la presencia de plomo en alimentos.

La materia orgánica es destruida por tratamiento con ácido perclórico y adición de los reactivos de Carrez y el plomo es identificado según el procedimiento de Arribas Gimeno.

MATERIAL

Balanza granataria.
 Centrífuga.
 Cuentagotas.
 Frasco lavador.
 Papel de filtro.
 Pipetas graduadas de 2 ml.
 Placa calefactora.
 Tubos de ensayo de 20 ml.
 Tubos de ensayo de 3 ml.
 Varillas de vidrio.
 Vasos de pp de 25 ml.
 Vasos de pp de 50 ml.
 Vidrios de reloj.

REACTIVOS

Ácido clorhídrico aprox. 2N (1 parte de ácido clorhídrico pa del 35 % en 5 partes de agua destilada).
 Ácido nítrico concentrado.
 Ácido perclórico del 30 % (Mezclar a partes iguales, agua destilada con ácido perclórico del 60 % pa)
 AEDT al 5 % (pesar 5 gramos de AEDT pa y llevar a volumen hasta 100 ml en agua destilada).
 Agua destilada.
 Agua oxigenada al 3 %.
 Carbonato de sodio 1N (53 gramos de carbonato de sodio anhidro pa hasta 1 litro en agua destilada).
 Cromato potásico 0'5N (4'9 gramos de cromato potásico pa hasta 100 ml en agua destilada).
 Hidróxido de sodio 1N y 0'1N sv.
 Nitrato amónico 0'5N (4'05 gramos de nitrato amónico pa en agua destilada hasta a 100 ml)
 Papel indicador.
 Reactivo de Carrez I (24 gramos de acetato de zinc pa y 3 gramos de ácido acético glacial

pa hasta 100 ml en agua destilada).

Reactivo de Carrez II (10'6 gramos de ferrocianuro potásico trihidrato pa en agua destilada hasta 100 ml).

Sulfato amónico, disolución (13'2 gramos de sulfato amónico pa en agua destilada hasta 100 ml).

METODOLOGÍA

- 1.- Tomamos una cantidad de muestra homogeneizada y molturada de alrededor de 1 gramo y se pasa a un vaso de pp de 50 ml.
- 2.- Añadir 5 ml de ácido perclórico al 30 % y dejar en reposo durante 1/2 hora, tapando con un vidrio de reloj y agitando de vez en cuando.
- 3.- Añadir 10-15 ml de agua destilada y filtrar sobre un vaso de pp, hasta recoger unos 10 -15 ml de filtrado.
- 4.- Adicionar al filtrado 2 ml de reactivo Carrez I, agitando 5 minutos sobre placa magnética.
- 5.- Añadir 2 ml de reactivo Carrez II y agitar en placa magnética. 5 minutos.
- 6.- Filtrar, hasta recoger unos 15 ml de filtrado, sobre un vaso de pp pequeño y apartar unos 5 ml para la práctica 10.3 (determinación de arsénico).
- 7.- Añadir, agitando, disolución de carbonato de sodio 1N hasta reacción alcalina.
- 8.- Añadir 3 ml más de disolución de carbonato de sodio y llevar a ebullición suave durante 5 minutos.
- 9.- Centrifugar; *la no aparición de precipitado indica ensayo negativo de plomo*, y no es preciso continuar (en todo caso, efectuar el punto 10 si se desea determinar mercurio y/o arsénico). Si aparece precipitado, continuar.
- 10.- Separar el líquido claro (reservarlo para la práctica 10.2 - determinación de mercurio -). Lavar el precipitado con agua caliente, separándolo de los líquidos de lavado mediante centrifugación.
- 11.- Secar todo lo que se pueda el precipitado con una tira de papel de filtro y tratamiento al baño María.
- 12.- Tratar el precipitado con 1 ml de ácido nítrico concentrado y calentar cuidadosamente a la llama (¡cuidado con las proyecciones!) hasta casi sequedad. Si el residuo oscurece notablemente, añadir unas gotas de agua oxigenada.
- 13.- Añadir 1 ml de agua destilada, 10 gotas de nitrato amónico 0'5 N y 1 gota de ácido nítrico diluido; dejar 5 minutos al baño María, centrifugar y separar el líquido claro.
- 14.- Al líquido claro, añadirle 1 ml de HCl 2N y continuar, si es preciso, hasta total precipitación. Si obtenemos precipitado, continuamos en el punto siguiente, y si no, pasamos al punto 16.
- 15.-Lavar el pp con agua hirviente, centrifugar y separar el líquido cuando todavía está caliente. Pasar el líquido claro a un tubo de ensayo y añadir dos gotas de cromato potásico 0'5N; *precipitado amarillo indica plomo en cantidades considerables* (en este caso, no es preciso continuar). Reservar el precipitado para la práctica 10.2
- 16.- Al líquido procedente del punto 14, añadir 20 gotas de disolución de sulfato amónico, calentar hasta ebullición i dejar 10 minutos al baño María. *La no aparición de precipitado confirma ensayo negativo del plomo* (no seguir). Si aparece precipitado, centrifugar, lavando el residuo con agua destilada y descargar el líquido.
- 17.- Añadir al pp 1 ml de AEDT al 5%. Calentar ligeramente y centrifugar. Separar el líquido.
- 18.- Al líquido procedente del punto anterior, añadir disolución de sosa hasta pH alcalino y unas gotas de disolución de sulfuro sódico; *precipitado negro indica presencia de plomo*.

INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS

- Ensayo del punto 9 negativo (no hay precipitado) = **NEGATIVO**.
 - Ensayo del punto 16 negativo = **NEGATIVO**.
 - Ensayo del punto 18 positivo = **POSITIVO (Presencia de Pb)**.
 - Ensayo del punto 15 positivo = **POSITIVO (Presencia de Pb en cantidad notable)**.
-

Cuestionario 10.1.- Identificación de plomo

- 1.- Hacer el esquema gráfico del procedimiento analítico.
- 2.- Escribir las reacciones de los ensayos correspondientes a los subapartados 9, 15, 16 i 18 del apartado "metodología".
- 3.- Confeccionar el correspondiente "boletín de análisis".