

Iniciación a la bromatología (prácticas)	Protocolos de análisis	Ref: 12.1
SODIO POR FOTOMETRÍA DE LLAMA		

OBJETO Y FUNDAMENTOS

El sodio presenta una emisión característica amarilla de tipo "línea atómica" , cuando quemamos, en el seno de una llama, una sustancia que contenga compuestos de sodio. La calcinación de la muestra no es estrictamente necesaria, perola efectuaremos a fin de facilitar una mejor dilución y una filtración más cómoda.

MATERIAL

Equipo para fotometría de llama, con filtro para sodio o con selector de longitud de onda.
Vasos pequeños (contenedores de muestra).

Frasco lavador.

Balanza analítica.

Vaso de pp de 100 ml.

Vidrio de reloj.

Pipeta graduada de 5 ml.

Embudo cónico.

Matraz aforado de 250 ml.

Papel de filtro.

Crisol para cenizas.

Triángulo cerámico.

Quemador Bunsen.

Horno de mufla.

Desecador.

Cuentagotas.

Para la curva de calibrado:

Matraz aforado de 1 litro.

Matraces aforados de 100 ml (5).

Papel milimetrado.

Pipetas aforadas de 5, 10 i 25 ml.

REACTIVOS

Agua destilada exenta de CO₂ (expulsión del CO₂ mediante ebullición).

Ácido clorhídrico concentrado pa.

Cloruro de sodio pa (para la curva de calibrado).

Gas combustible.

METODOLOGÍA

1.- Pesar alrededor de 2 gramos de muestra y hacer cenizas (no es preciso que queden blancas, a no ser que se quiera determinar simultáneamente el contenido en cenizas de la muestra - en tal caso se aconseja pesar una cantidad algo mayor -).

- 2.- Transferir las cenizas a un vaso de pp de 100 ml y disolver en agua y un poco de ácido clorhídrico, tapando con un vidrio de reloj en caso de producirse efervescencia.
- 3.- Lleva a ebullición suave durante 5 minutos, teniendo precaución de que el volumen no disminuya excesivamente.
- 4.- Filtrar sobre matraz aforado de 250 ml y enrasar con agua destilada exenta de CO₂.
- 5.- Llevar una porción de muestra a un vasito portamuestras y pasar por el quemador del fotómetro de llama, previamente calibrado según se indica en el apartado "Preparación de la curva de calibrado".

Preparación de la curva de calibrado:

- 1.- Pesar 0'2542 gramos de cloruro de sodio pa previamente desecado.
- 2.- Disolver en agua destilada exenta de CO₂.
- 3.- Transferir a matraz aforado de 1 litro, enrasar y homogeneizar.
- 4.- Transferir cantidades de solución madre de 5, 10, 25, 50 y 75 ml a matraces aforados de 100 ml. Enrasar con agua destilada y homogeneizar.
- 5.- Ajustar la respuesta 0 del aparato con agua destilada y la respuesta 100 con la disolución madre y leer las emisiones de las diferentes disoluciones de trabajo (es conveniente reajustar el 0 y el 100 antes de cada lectura).
- 6.- Construir la curva de calibrado, representando la emisión en ordenadas y la concentración de sodio en abscisas. Las concentraciones correspondientes de cada disolución de trabajo son:

ml disolución madre	conc. dis. trabajo (mg/ml)
5	0'005
10	0'010
25	0'025
50	0'050
75	0'075
sol. madre	0'100

En el caso (muy probable), de que la cantidad pesada de NaCl patrón no sea exactamente el mencionado (pero que en todo caso será un valor muy próximo), las concentraciones de trabajo serán las indicadas multiplicadas por el factor de corrección $s/0'2542$, siendo s el peso en gramos de patrón de NaCl.

CÁLCULOS

El resultado se expresa en % de sodio:

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

siendo C la concentración que corresponde según la curva de calibrado, en mg/ml, V el volumen de disolución de la muestra y m el peso de la muestra en miligramos.

OBSERVACIONES

Si el contenido de sodio de la muestra es bajo, deberá diluirse la muestra a un volumen

inferior a los 250 ml mencionados en la metodología.

Si el contenido de sodio fuese tan alto que al leer la emisión del problema el valor quedase fuera de la escala, tomaremos una porción de la disolución y la diluiremos más. En este caso, deberemos multiplicar la expresión del apartado anterior (cálculos), por el correspondiente factor de dilución.

Cuestionario 12.1. - Sodio per fotometría de llama

- 1.- Hacer el esquema gráfico del procedimiento analítico.
- 2.- Deducir razonadamente la fórmula utilizada en los cálculos.
- 3.- Confeccionar el correspondiente "boletín de análisis".
- 4.- Siempre debe construirse la curva de calibrado en la misma sesión de trabajo en que se determina el Na de la muestra: por qué?
- 5.- Idear un método alternativo de determinación de sodio por fotometría de llama, sin construcción de curva de calibrado (supondremos la linealidad de la respuesta).