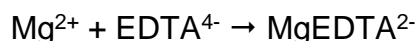


Determinació del contingut de magnesi en una sal mitjançant una volumetria complexomètrica

El magnesi és un dels deu elements més abundants a la natura i habitualment es troba en forma salina combinat amb altres elements com ara carbonats o sulfats o en forma iònica dissolt en aigua. Aquest element és de gran importància pels éssers vius tant a nivell estructural com bioquímic.

En el cas de les sals, la determinació del contingut de magnesi es pot realitzar mitjançant un anàlisi complexomètric a pH 10 fent servir EDTA com a agent complexant i negre d'eriocrom T (NET) com a indicador.

El contingut de magnesi en sals s'expressa com a percentatge (grams de Mg en 100 grams de sal). Per calcular aquest valor cal tenir en compte la següent reacció:



Reactius

Zn metàl·lic en pols prèviament assecat a 105°C durant 2 h.

Clorur d'amoni

Amoníac concentrat

NET

Clorur de sodi

EDTA ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

Àcid clorhídric concentrat

Hidròxid de sodi

Solució sòlida de Negre d'eriocrom T (NET) al 1% en clorur de sodi: es pesen 1 g del indicador pur i 99 g de clorur de sodi i s'homogeneïtzen en un morter de vidre.

Solució amortidora amoníac / clorur d'amoni (pH 10): en un vas de precipitats es pesen 17,6 g de clorur d'amoni. S'afegeixen 150 mL d'amoniac

concentrat i s'agita bé per tal de dissoldre tot el solut. La solució es porta a 250 mL amb aigua desionitzada.

Solució d'hidròxid de sodi 10%: es pesen 100 g d'hidròxid de sodi en un vas de precipitats i es dissolen amb aigua destil·lada. El sòlid dissolt es transvasa a un matràs aforat d'un litre i s'afora amb aigua destil·lada.

Solució patró d'àcid etilendiamintetraacètic (EDTA) 0,1 M: es pesen en un granetari 37.2 g de $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, s'afegeixen a un vas de precipitats net i es dissolen amb aigua desionitzada. S'aboca la solució dins d'un matràs aforat de 1 L i s'enrasa amb aigua desionitzada.

Estandardització del EDTA: es pesen, amb precisió de 0,1 mg, 0,13 g de Zn metàl·lic en un vas de precipitats i es dissolen amb la menor quantitat possible d'àcid clorhídric i, si és necessari, s'escalfa en un bany de sorra. S'addicionen 80-100 mL d'aigua desionitzada i la solució es neutralitza amb hidròxid de sodi al 10% (p/v) fins a la aparició d'un precipitat blanc permanent. A continuació, s'afegeixen 10 mL de dissolució amortidora del pH (pH 10, $\text{NH}_4\text{Cl}/\text{NH}_3$) i una punta d'espàtula d'indicador NET. La solució es valora amb la solució d'EDTA a estandarditzar. El punt final s'observa quan el color vermell-violeta inicial de la solució vira a blau clar.

Procediment

Es pesa, en una balança analítica (precisió $\pm 0,0001$ g) i per triplicat, una quantitat de sal (prèviament assecada si no conté aigua de hidratació) que contingui del ordre de 50 mg de magnesi. La mostra es dissol en 25 mL d'aigua destil·lada i, en cas necessari, amb la mínima quantitat possible d'àcid clorhídric. S'addicionen uns 50 mL d'aigua. Si s'ha afegit àcid, la solució es basifica amb NaOH 10 % fins a observar un precipitat blanc de hidròxid de magnesi. A continuació, s'afegeixen 10 mL de solució amortidora pH 10 i una punta d'espàtula de NET. Encara que de vegades el precipitat de hidròxid no es

redissol després de la addició de la solució amortidora, es comença la valoració amb EDTA 0.1 M. La formació del complex Mg-EDTA no és instantània per tant, la valoració s'haurà de fer en calent (col·locar l'erlenmeyer dins d'un bany d'aigua a uns 45°C) i l'agitació haurà de ser vigorosa a prop del punt final. La valoració es dona per acabada quan s'observa una coloració blava permanent.

Seguretat i residus

- L'àcid clorhídric concentrat és corrosiu i pot provocar cremades greus. No s'ha d'abocar aigua sobre àcid clorhídric concentrat (perill d'esquitxades). En cas de rebre una esquitxada, és aconsellable netejar primer la part afectada amb un drap o paper de filtre i immediatament rentar amb aigua vint minuts com a mínim. Aviseu el professor el més aviat possible.
- L'hidròxid de sodi és irritant i corrosiu; en particular, es extremadament corrosiu dels ulls. En cas de rebre una esquitxada, és aconsellable netejar primer la part afectada amb un drap o paper de filtre i immediatament rentar amb aigua vint minuts com a mínim. Aviseu el professor el més aviat possible.
- Els residus dels reactius s'han d'abocar als corresponents recipients de recollida de residus del laboratori.