

6.4.14. Alumínio

6.4.14.1. Colorimetria do aluminon (ácido aurintricarboxílico)

A. Princípio do método

Após a oxidação da matéria seca através do processo de incineração, o Al^{3+} é tratado pelo aluminon, formando um complexo colorido, medindo-se a cor desenvolvida em colorímetro ou em espectrofotômetro. O principal interferente é o íon ferro, o qual é eliminado pela adição de ácido ascórbico, que formam um complexo sem coloração com o alumínio.

B. Reagentes

- a. Solução de aluminon a 0,1 %: transferir 0,5 g de aluminon para balão de 500 ml e dissolver em aproximadamente 400 ml de água deionizada. Juntar 5,0 ml de solução de ácido benzóico a 10% e completar o volume com água deionizada.
- b. Solução de ácido clorídrico 0,1 N preparar por diluição com água deionizada, de uma solução mais concentrada e padronizada de ácido clorídrico.
- c. Solução de cloreto de cálcio 0,1 M: transferir 11,1 g de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ para balão volumétrico de 1.000 ml, dissolver e completar o volume com água deionizada.
- d. Solução-padrão estoque de alumínio (contendo 100 ppm de Al); pesar 0,8778 g de sulfato de alumínio e potássio $[\text{KAl}(\text{SO}_2)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ seco, transferir para balão volumétrico de 500 ml, dissolver com solução de HCl 0,1 N e completar o volume com o mesmo ácido.
- e. Solução-padrão de uso de alumínio (contendo 5 ppm de Al): transferir 25 ml da solução-padrão estoque de alumínio para balão volumétrico de 500 ml e completar o volume com solução de HCl 0,1 N.

- f. Solução de ácido ascórbico a 1%: transferir 1 g do reativo para balão de 100 ml, dissolver e completar o volume com água deionizada.
- g. Solução de ácido benzóico a 10% em álcool metílico: pesar 10 g de ácido benzóico, transferir para balão de 100 ml e completar o volume com álcool metílico (CH₃OH p.a.).
- h. Solução de gelatina a 1,0%: transferir 5,0 g de gelatina para becker de 500 ml e dissolver em aproximadamente 400 ml de água deionizada quente. Esfriar, transferir para balão volumétrico de 500 ml e completar o volume com água deionizada.
- i. Solução tampão (pH = 5,3): a 245 ml de hidróxido de amônio (d=0,98) juntar 295 ml de ácido acético glacial. Verificar o pH em potenciômetro e, se necessário, corrigi-lo para 5,3.
- j. Reativo composto: misturar, em partes iguais, as soluções de aluminon a 0,1%, gelatina a 1% e solução tampão pH=5,3. Esse reativo deve ser preparado semanalmente e conservado em refrigerador.

C. Marcha analítica

a. Preparo da curva-padrão

- (1) Transferir, por meio de uma bureta de 10 ml, 0,0, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, 5,0 e 6,0 ml da solução de uso de alumínio para balões volumétricos de 50 ml;
- (2) Juntar 10ml da solução 0,1 N de HCl, 5ml da solução 0,1 N de CaCl₂, 2 ml de solução a 1% de ácido ascórbico e 15 ml de reativo composto. Completar o volume com água deionizada, homogeneizar e aquecer por 10 minutos em banho-maria a 80°C;
- (3) Retirar do banho, deixar esfriar por 10 minutos á temperatura ambiente e depois esfriar com água corrente;
- (4) Proceder às leituras em colorímetro usando filtro verde (n° 52 do Klett Summerson), acertando o zero do aparelho com solução contendo 0,0 µg de alumínio;
- (5) Obter a curva-padrão relacionando as absorbâncias com os microgramas de alumínio e estabelecer a equação de regressão.

b. No extrato vegetal

(1) transferir. 5 ml, do extrato E (200 mg MS/10 ml HCl 2,0 N) para balões volumétricos de 50 ml;

(2) Prosseguir conforme descrito a partir do item (2) para a obtenção da curva-padrão.

D. Cálculos

a. Obter inicialmente a equação de regressão que correlaciona a quantidade de alumínio ($\mu\text{g}/5\text{ ml}$) com a absorbância da solução (A);

b. Quantidade de matéria seca (MS) na alíquota analisada

$$\begin{array}{l} 200 \text{ mg MS} \text{ ————— } 10,0 \text{ ml} \\ X \text{ ————— } 5 \text{ ml} \end{array} \quad \text{onde } X = 100 \text{ mg MS ou } 0,1 \text{ g MS}$$

$$\begin{array}{l} 0,1 \text{ g MS} \text{ ————— } C \text{ (} \mu\text{g /5ml)} \\ 1,0 \text{ g MS} \text{ ————— } \text{ppm Al}^{+3} \end{array} \quad \text{onde } \text{ppm Al}^{+3} = 10 \times C$$

C = Concentração de alumínio ($\mu\text{g} /5\text{ml}$) obtida através da curva-padrão ou da equação de regressão.

Alumínio (método simplificado)

Colorimetria do aluminon (ácido aurintricarboxílico)

A. Princípio do método

Após a digestão nítrico-perclórica , o Al^{3+} é tratado pelo aluminon, formando um complexo colorido, medindo-se a cor desenvolvida em colorímetro ou em

espectrofotômetro. O principal interferente é o íon ferro, o qual é eliminado pela adição de ácido ascórbico, que formam um complexo sem coloração com o alumínio.

B. Reagentes

- a. Solução de aluminon a 0,1 %: transferir 0,5 g de aluminon para balão de 500 ml e dissolver em aproximadamente 400 ml de água deionizada. Juntar 5,0 ml de solução de ácido benzóico a 10% e completar o volume com água deionizada.
- b. Solução de ácido clorídrico 0,1 N preparar por diluição com água deionizada, de uma solução mais concentrada e padronizada de ácido clorídrico.
- c. Solução de cloreto de cálcio 0,1 M: transferir 11,1 g de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ para balão volumétrico de 1.000 ml, dissolver e completar o volume com água deionizada.
- d. Solução-padrão estoque de alumínio (contendo 100 ppm de Al); pesar 0,8778 g de sulfato de alumínio e potássio [$\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$] seco, transferir para balão volumétrico de 500 ml, dissolver com solução de HCl 0,1 N e completar o volume com o mesmo ácido.
- e. Solução-padrão de uso de alumínio (contendo 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 e 5,0 ppm de Al): transferir 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 e 5,0 ml da solução-padrão estoque de alumínio para balão volumétrico de 100 ml e completar o volume com solução de HCl 0,1 N.
- f. Solução de ácido ascórbico a 1%: transferir 1 g do reativo para balão de 100 ml, dissolver e completar o volume com água deionizada.
- g. Solução de ácido benzóico a 10% em álcool metílico: pesar 10 g de ácido benzóico, transferir para balão de 100 ml e completar o volume com álcool metílico (CH_3OH p.a.).
- h. Solução de gelatina a 1,0%: transferir 5,0 g de gelatina para becker de 500 ml e dissolver em aproximadamente 400 ml de água deionizada quente. Esfriar, transferir para balão volumétrico de 500 ml e completar o volume com água deionizada.
- i. Solução tampão (pH = 5,3): a 245 ml de hidróxido de amônio ($d=0,98$) juntar 295 ml de ácido acético glacial. Verificar o pH em potenciômetro e, se necessário, corrigi-lo para 5,3.

- j. Reativo composto: misturar, em partes iguais, as soluções de aluminon a 0,1%, gelatina a 1% e solução tampão pH=5,3. Esse reativo deve ser preparado quando da determinação do elemento.

C .Marcha analítica

a. Preparo da curva-padrão

- (1) Juntar 1 ml da solução-padrão de uso de alumínio, 1ml da solução de gelatina 1,0%, 1 ml da solução tampão (pH= 5,3), 1 ml da solução de aluminon 0,1%, 1 ml da solução de ácido ascórbico 1,0% e 1 ml da solução de cloreto de cálcio 0,1 M, homogeneizar e aquecer por 10 minutos em banho-maria a 80°C;
- (2) Retirar do banho, deixar esfriar por 10 minutos á temperatura ambiente e depois esfriar com água corrente;
- (3) Proceder às leituras em colorímetro usando filtro verde (n° 52 do Klett Summerson), acertando o zero do aparelho com solução contendo 0,0 µg de alumínio;
- (4) Obter a curva-padrão relacionando as absorbâncias com os microgramas de alumínio e estabelecer a equação de regressão.

C. No extrato vegetal

- (1) transferir 1 ml, do extrato B (500 mg MS/50 ml) para tubos de ensaio;
- (2) Prosseguir conforme descrito a partir do item (2) para a obtenção da curva-padrão.

D. Cálculos

a .Obter inicialmente a equação de regressão que correlaciona a quantidade de alumínio (µg/ml) com a absorbância da solução (A);

b .Quantidade de matéria seca (MS) na alíquota analisada

500 mg MS ————— 50,0 ml

X ————— 1 ml onde X= 0,01 g MS

$$\begin{array}{l} \text{b. } 0,01 \text{ g MS} \text{ ————— } C \text{ (} \mu\text{g Al}^{+3}\text{/ml)} \\ \text{1,0 g MS} \text{ ————— } \text{ppm Al}^{+3} \quad \text{onde ppm Al}^{+3} = 100 \times C \end{array}$$

C = Concentração de alumínio (ppm) obtida através da curva-padrão ou da equação de regressão.

O texto acima faz parte do **capítulo 6 - Metodologia para Análise de Elementos em Material Vegetal** do livro, **Avaliação do estado nutricional das plantas: princípios e aplicações** / Eurípedes Malavolta, Godofredo Cesar Vitti e Sebastião Alberto de Oliveira. -2.ed., ver. e atual.--Piracicaba : POTAFOS, 1997. **É PROIBIDA POR LEI A REPRODUÇÃO PARCIAL OU TOTAL POR QUAISQUER MEIOS, SEM A DEVIDA AUTORIZAÇÃO POR ESCRITO DOS AUTORES E EDITORA.**