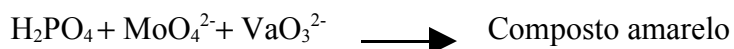


6.4.2.Fósforo

6.4.2.1. Colorimetria do metavanadato (fósforo total)

A . Princípio do método

O método baseia-se na formação de um composto amarelo do sistema vanadomolibdofosfórico em acidez de 0,2 a 1,6 N



A cor desenvolvida é medida em fotocolorímetro ou em espectrofotômetro utilizando-se um filtro de cor complementar à da amostra, medindo-se a porcentagem de transmissão (%T) ou de absorvância (A) ou a densidade ótica (D.O.)

Os métodos colorimétricos sempre utilizam como filtro uma cor complementar (cor absorvida) em relação à cor da solução, conforme simplificado na tabela 6-2.

Na tabela 6-3 está apresentada a tabela de cores complementares segundo Gibbs, citado por Ewing (1972).

Tabela 6-2. Escolha da cor do filtro de acordo com a solução.

Número do filtro	Cor do filtro	λ (nm)	Coloração das soluções
42	Azul	400-465	Vermelho, laranja Amarelo, verde, turbidez
54	Verde	500-570	Vermelho, Púrpura Laranja, azul
66	Vermelho	640-700	Azul, verde, amarelo

Tabela 6-3. Cores complementares.

λ (nm)	Cor	Cor complementar (cor absorvida)
400-435	Violeta	Verde-amarelado
430-480	Azul	Amarelo
480-490	Azul-esverdeado	Laranja
490-500	Verde-azulado	Vermelho
500-560	Verde	Púrpura

560-580	Verde-amarelado	Violeta
580-595	Amarelo	Azul
595-610	Laranja	Azul-esverdeado
610-750	Vermelho	Verde-azulado

B. Reagentes

- a. Solução aquosa de molibdato de amônio a 5% ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$): em becker de 1.000 ml colocar cerca de 400 ml de água destilada quente. A seguir, acrescentar aos poucos e agitando até dissolver 25 g de molibdato de amônio. Esperar esfriar e passar para balão volumétrico de 500 ml, lavando o becker com porções de água destilada fria até completar o volume do balão e homogeneizar. Guardar esse reativo em frasco âmbar.
- b. Solução de metavanato de amônio a 0,25% (NH_4VO_3): em becker de 1.000 ml contendo cerca de 400 ml de água destilada quente adicionar 1,25 g de NH_4VO_3 e agitar até dissolver. Acrescentar 175 ml de HNO_3 concentrado e esfriar. Passar para balão volumétrico de 500 ml, lavando o becker com porções de água destilada fria até completar o volume do balão e homogeneizar. Guardar esse reativo em frasco âmbar.
- c. Reativo misturado: misturar partes iguais de molibdato de amônio 5% com metavanadato de amônio a 0,25%, homogeneizar e guardar em refrigerador.

OBSERVAÇÃO: De preferência deve-se misturar o reativo um pouco antes de utilizá-lo, pois em refrigerador tem a duração aproximada de uma semana.

SUGESTÃO: Preparar a quantidade de reativo em função do número de amostras.

Exemplo: 50 amostras = 2 ml reativo/amostra = 100 ml do reativo

- d. Solução-estoque de fósforo (80 ppm de P): em balão volumétrico de 1.000 ml contendo cerca de 300 ml de água destilada e 10,0 ml de H_2SO_4 10 N (280 ml H_2SO_4 concentrado/l) adicionar 0,3509 g de KH_2PO_4 (fosfato monobásico ou

biácido de potássio) seco em estufa por 2 horas a 70-80°C e resfriado em dessecador. Agitar e completar o volume com água destilada.

- e. Soluções-padrão de fósforo: em balões volumétricos de 100 ml adicionar através de uma bureta: 0,0, 5,0, 10,0, 15,0, 20,0 e 25,0 ml da solução estoque de P (80 ppm), 4,0 ml de H₂SO₄ 10 N, completar o volume com água destilada e homogeneizar. Essas soluções contem, respectivamente, 0,0, 4,0, 8,0, 12,0, 16,0 e 20,0 ppm de P.

C. Marcha analítica

a . Obtenção da curva-padrão

- (1) Pipetar 5,0 ml dos padrões para tubo de colorímetro;
- (2) Adicionar 2,0 ml do reativo misturado e homogeneizar;
- (3) Deixar em repouso por 5 minutos e ler em colorímetro utilizando filtro azul, ou seja, $\lambda = 420$ nm, sendo que essa leitura pode ser feita até 30 horas após a adição do reativo colorido;
- (4) Colocar em eixos coordenados, sendo as concentrações de fósforo na abscissa (0, 20, 40, 60, 80 e 100 $\mu\text{g P}/5$ ml) e na ordenada as leituras obtidas (absorbância = A).

b. No extrato vegetal

- (1) Pipetar 1,0 ou 2,0 ml do extrato nítrico-perclórico (Extrato B) para tubo de colorímetro;
- (2) Adicionar 4,0 ou 3,0 ml de água destilada, 2,0 ml do reativo colorido e homogeneizar;
- (3) Daqui por diante prosseguir conforme o descrito para a curva-padrão.

D. Cálculos

6 a. Quantidade de matéria seca (MS) utilizada, supondo ter-se utilizado 1,0 ml do extrato nítrico-perclórico (0,5 g MS/50 ml).

$$\begin{array}{l} 0,5 \text{ g MS} \text{ ————— } 50 \text{ ml} \\ X \text{ ————— } 1 \text{ ml} \end{array}$$

onde: X = 0,01 g MS

$$\begin{array}{l} \text{b. } 0,01 \text{ g MS} \text{ ————— } C \text{ (}\mu\text{g P/5 ml)} \\ 100 \text{ g MS} \text{ ————— } \% \text{ P} \end{array}$$

$$\% \text{ P} = \frac{10^2 \times C \times 10^{-6}}{10^{-2}} = .0,01 \times C$$

C = Concentração de fósforo no extrato ($\mu\text{g P/5 ml}$) determinada através de curva-padrão.

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.**