

## ESTUDO DE MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO PARA A DETERMINAÇÃO DE ALUMÍNIO EM AMOSTRAS DE CIMENTO

Ayrton Figueiredo Martins e Maria de Fátima Machado Cortelini  
Departamento de Química. Centro de Ciências Naturais e Exatas. UFSM.  
Santa Maria, RS.

### RESUMO

Na determinação espectrofotométrica de Alumínio em cimentos, após abertura ácida das amostras em bomba de teflon, o íon  $Al^{3+}$  é complexado com 8-hidroxiquinolina (oxina) e extraído em clorofórmio. Feita a destruição dos oxinatos, o teor de alumínio é determinado espectrofotometricamente com Alizarina S (Ácido Alizarinsulfônico sal sódico), que forma complexo vermelho-amarelado, estável a pH 4,6.

### SUMMARY

MARTINS, A.F. and CORTELINI, N.F.M., 1982. Study of a spectrophotometric method for the determination of Aluminium in cement samples. *Ciência e Natura* (4):61-65.

In the spectrophotometric determination of Aluminium in cements after an acid decomposition of samples in a teflon bomb the  $Al^{3+}$  ion is complexed with 8-hydroxyquinoline (oxine) and extracted in chloroform. After destroying the oxinates, the Aluminium content is spectrophotometrically determined with Alizarin S (Alizarinsulfonic acid sodium salt) which forms a stable orange-red complex at pH 4.6.

### INTRODUÇÃO

O presente trabalho tem como objetivo o desenvolvimento de procedimento espectrofotométrico adequado à determinação de alumínio em cimentos e materiais afins.

Diversos métodos foram testados, entre eles os que empregam os reagentes Hematoxilina e Aluminon, com desempenhos pouco satisfatórios. Melhores resultados foram obtidos pela extração do Alumínio com 8-Hidroxiquinolina e medida da absorção do complexo Al-Alizarina S.

A Oxina (8-Hidroxiquinolina) é um precipitante clássico, que forma complexos insolúveis com o alumínio e um grande número de outros elementos metálicos (1). Sendo estes solúveis em solventes orgânicos e, particularmente, em clorofórmio, torna-se o método da Oxina muito adequado a processos de extração e de separação de interferentes.

CLASSEN *et alii* (2) tratam da determinação de alumínio com 8-hidroxiquinolina e de sua aplicação em análise de aços e ligas de ferro. PARKER & GODDARD (3) estudaram a reação da Alizarina S com íons alumínio, em meio acético, investigando o efeito da concentração de íons cálcio, na intensidade da coloração do complexo Al-Alizarina S.

#### MATERIAL E MÉTODOS

As amostras de cimento, em número de três, foram fornecidas pelo Centro de Tecnologia da UFSM, convenientemente amostradas e embaladas em sacos de polietileno.

Pesou-se 1g de material, transferiu-se para a bomba de teflon e adicionou-se 10 ml de ácido clorídrico concentrado. Fechou-se e deixou-se em estufa a 150°C, durante 1 h.

Foram preparadas, a seguir, soluções estoques das amostras com as respectivas aberturas ácidas, transferindo-se inicialmente o conteúdo da bomba de teflon para um bequer com auxílio de uma solução de HCl 1:4. Filtrou-se diretamente para balão volumétrico de 1000 ml e completou-se à marca com água acidificada (5 ml de HCl concentrado em 1 litro de água desionizada).

Tomou-se, então, 50 ml das soluções estoques das amostras assim obtidas e transferiu-se para funil de separação de 250 ml; adicionou-se 5 ml de solução saturada de acetato de sódio, 10 ml de solução de Oxina a 5% e 2,5 ml de hidróxido de amônio concentrado, respectivamente. Efetuou-se, a seguir, a extração em clorofórmio, tomando-se consecutivamente os volumes de 50, 20 e 10 ml, respectivamente, recolhendo-se os extratos em balão de fundo redondo e destilando-se o excesso de clorofórmio, ao final.

Os extratos secos obtidos foram mineralizados com 30 ml de água-régia, transferindo-se a solução resultante para um bequer de 250 ml e levando-se à completa secura, em capela.

Retomou-se os resíduos à quente, com 5 ml de água-régia, transferiu-se para balão volumétrico de 1000 ml e completou-se a marca com água acidificada.

A determinação espectrofotométrica do teor de alumínio foi feita por meio de adaptação do método recomendado por KOLTHOFF (4) e pelas Normas Alemãs para a Análise de Águas, Despejos e Esgotos (5), tomando-se 10 ml das soluções estoques finais, obtidas pelo procedimento acima descrito, transferindo-se para balão volumétrico de 100 ml, juntando-se 5 ml de solução de CaCl<sub>2</sub> 2ml de ácido tioglicólico a 1%, 10 ml de solução tampão Acetato e 2 ml de solução de Alizarina S a 0,1%, misturando-se bem, ajustando-se ao pH 4,6 e completando-se a marca com água desionizada tamponada a este pH. Após 30 minutos foi feita a leitura da absorção das amostras a 485 nm, con

tra amostra em branco, em cubetas de 5 cm de espessura no espectro fotômetro *Uv-Vis Perkin-Elmer 124*.

#### *Reta de calibração*

Tomou-se 1 g de Alumínio p.A. em fita e dissolveu-se em 20 ml de HCl p.A., adicionou-se 1 g de ácido tartárico p.A. e completou-se à marca de 1 litro com água acidificada. Foram tomadas alíquotas de 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14 e 16 ml, transferindo-se para balão de 1000 ml e procedeu-se como descrito para as soluções amostras. A reta resultante pode ser vista na Figura 1.

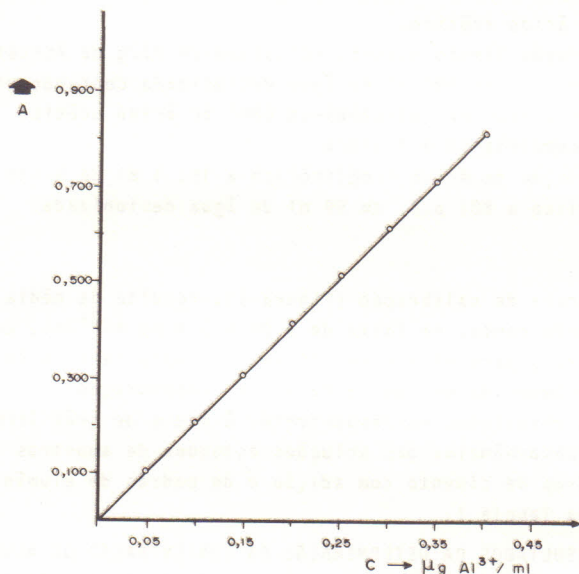


Figura 1. Reta de calibração da determinação espectrofotométrica de Al, com Alizarina S.

#### *COMPROVAÇÃO DO MÉTODO*

##### *Com solução Padrão de Alumínio*

Pesou-se 0,88 g de  $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  e completou-se, assim, uma solução padrão com 5,0% de Alumínio. Procedeu-se da mesma maneira como descrito para as soluções amostras, tomando-se alíquotas de 50 ml, precipitando-se com oxina, extraíndo-se em clorofórmio, mineralizando-se com água-régia, retomando-se com solução ácida e determinando-se com Alizarina S.

##### *Pelo método de Adição*

Pesou-se 1 g de cimento, três vezes, separadamente, adicionando-se, respectivamente, 1,85% Al e 3,70% Al, sob a forma

de  $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ . Procedeu-se a abertura ácida em bomba de teflon e o tratamento analítico como descrito acima para as amostras.

#### Reagentes

1. Solução Ácida de Oxina a 5%: dissolve-se 5 g de Oxina em ácido acético 2N, filtrando-se antes de usar.
2. Solução de Cloreto de Cálcio: dissolve-se 3,264g de  $CaCl_2 \cdot 4H_2O$  p.A. em 1 litro de água desionizada (700 ppm  $Ca^{2+}$ ).
3. Solução de Alizarina S a 0,1%: dissolve-se 0,1g de Alizarina S p.A. em 100 ml de água desionizada contendo gota de ácido acético.
4. Solução Tampão Acetato: dissolve-se 232g de Acetato de sódio p.A. em 500 ml de água desionizada contendo gota de ácido acético; adiciona-se 60ml de ácido acético glacial e completa-se a 1 litro.
5. Solução de Ácido Tioglicólico a 1%: 1 ml de ácido tioglicólico a 80% p.A. em 99 ml de água desionizada.

#### RESULTADOS

A reta de calibração (Figura 1), resulta da média de 6 leituras para cada ponto, na faixa de 0,05 a 0,4 mg  $Al^{3+}$ /ml, com aplicação do teste Q para eliminação de valores marginais; a Lei de Lambert-Beer é obedecida em toda a faixa de concentração.

Os resultados correspondentes à média de três leituras das respectivas absorbâncias das soluções estoques de amostras de cimento, de amostras de cimento com adição e de padrão de alumínio, podem ser vistos na Tabela I.

TABELA I. RESULTADOS DA DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE ALUMÍNIO NAS AMOSTRAS DE CIMENTO E NA SOLUÇÃO PADRÃO DE ALUMÍNIO.

Amostras	Absorbâncias (média)	Solução estoque ( $\mu g Al^{3+}/ml$ )	% $Al^{3+}$	% $Al_2O_3$
Cimento 1	0,284	0,142	2,84	5,37
Cimento 2	0,343	0,172	3,43	6,48
Cimento 3	0,318	0,159	3,18	6,01
Cimento 3 + adição 1	0,529	0,264	5,29	10,00
Cimento 3 + adição 2	0,701	0,350	7,01	13,24
Solução Padrão	0,515	0,258	5,15	9,73

Os graus de recuperação e os dados da comprovação do método do estão contidos na Tabela II.

O resíduo da filtração da abertura da amostra de cimento 3 sofreu nova abertura ácida e tratamento como descrito para as amostras; a absorção da solução final resultante foi desprezível, o que demonstrou a completa solubilização do alumínio das amostras de cimento no procedimento de decomposição ácida adotado.

TABELA II. SOLUÇÕES UTILIZADAS PARA COMPROVAÇÃO DO MÉTODO.

Amostras	Absorbâncias	Solução Estoque ( $\mu\text{g/ml}$ )	Encon- trado (% Al)	Adicio- nado (% Al)	Recupe- ração (%)
Cimento 3	0,318	0,159	3,18	-	100,0
Cimento 3 + 1,85%Al	0,529	0,264	5,29	1,85	105,0
Cimento 3 + 3,70%Al	0,701	0,350	7,01	3,70	102,0
Solução Padrão	0,515	0,258	5,15	-	103,0

## CONCLUSÕES

As amostras de cimento demonstraram teores de Alumínio de 2,84%, 3,43% e 3,18%, respectivamente, correspondendo aos valores encontrados na literatura e nas normas especializadas. O procedimento analítico espectrofotométrico desenvolvido demonstrou ser de aplicação geral para cimentos e materiais afins, sendo relativamente simples, de boa sensibilidade e muito boa precisão. Embora exija controle de pH e seja não muito rápido, pode ser aplicado com vantagens em muitos casos, particularmente naqueles em que a separação de interferentes na determinação do alumínio se faça necessária. Na comprovação do método verificou-se que a recuperação do Alumínio se dá com uma elevação que não ultrapassou 5%, o que atesta a boa precisão e reprodutibilidade deste procedimento analítico.

## BIBLIOGRAFIA CITADA

1. FORD, C.L., *Anal. Chem.* 24, 1934(1952).
2. CLASSEN, A.; BASTONGS, L. and VISSER, J., *Anal. Chim. Acta* 10,373 (1954).
3. PARKER, C.A. and GODDARD, A.P., *Anal. Chim. Acta* 4,517 (1950).
4. KOLTHOFF, I.M. & ELVING, Philip J., *Treatise on Analytical Chemistry*. In: *Analytical Chemistry of Inorganics and Organic Compounds*. John Wiley & Sons, Inc. U.S.A., 1966.
5. Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser, Abwasser-und Schlammuntersuchung, *Bestimmung des Aluminium-Ions* E9, 6. Lieferung, Ausgabe 1971, Verlag Chemie GmbH, Weinheim, Deutschland.

Recebido em abril, 1982; aceito em julho, 1982.

