

Departamento de Higiene e Polícia Sanitária Animal
Diretor: Prof. Dr. Theodoro Lion de Araujo

Departamento de Química Orgânica e Biológica
Diretor: Prof. Dr. Fonseca Ribeiro

SEMI-MICRO MÉTODO FOTOMÉTRICO DE DOSAGEM DO FERRO, PELO ÁCIDO PROTOCATECÚICO, NA TERRA

Arnaldo Costa e Virgilio Bonoldi

Assistentes

E' corrente nas análises de terra a determinação do ferro, sem que ela tenha, é verdade, a mesma importância que a do fósforo, alcalinos e alcalinos-terrosos. Ao lado da sílica, silicatos a mesma é feita com o objeto de fornecer dados que possibilitem estabelecer, por um lado, qual a cultura adequada para o terreno em apreço, por outro, decidir da adição do adubo com que satisfazer as exigências desta ou daquela cultura.

Na prática corrente a determinação do ferro é feita por métodos que conduzem à dosagem, por permanganatometria ou por precipitação (1). Ambos exigem, entretanto, uma série de operações que tornam trabalhosa a determinação. Sugeriu-nos isto, diante da simplicidade do método fotométrico para a determinação do ferro, proposto por R. S. PEREIRA (2), verificar da sua aplicabilidade na determinação do citado elemento na terra.

PARTE EXPERIMENTAL

A terra fina, depois de cuidadosamente seca, foi submetida a digestão nítrica pelo espaço de cinco horas, findas as quais diluiu-se a volume conhecido, diluição esta condicionada a presumível maior ou menor riqueza de ferro na amostra. Numa aliquota, depois de eliminado o ácido nítrico com o auxílio do ácido sulfúrico sem o que não obtivemos resultados satisfatórios, procedeu-se a determinação do ferro de acordo com o referido método do ácido protocatecúico. (2).

MÉTODO

SEMI-MICRO MÉTODO FOTOMÉTRICO DE DOSAGEM DO FERRO, PELO ÁCIDO PROTOCATECÚICO, NA TERRA

De 50 a 100 mg de terra fina, cuidadosamente seca, são submetidos a digestão nítrica, pelo espaço de cinco horas, em banho maria em Erlenmeyer de 50 cm³ de capacidade, usando-se para cada amostra 3 cm³ de ácido nítrico D. = 1,4, isento de ferro. O resultado da diges-

Quadro I

DETERMINAÇÃO DO FERRO NA TERRA PELO MÉTODO ÁCIDO
PROTocatecúico NA MESMA AMOSTRA DE TERRA FINA

Substância seca terra fina mg	Volume de diluição após a digestão nítrica	Aliquota tomada	Volume em que foi a cor desenvolvida	D Por cento de transpa- rência	K Coeficiente de extinção	Por cento em mg de Fe na amostra
50,3	50	0,5	10	73,5	0,134	0,2477
32,4	10	0,1	10	81,8	0,088	0,2525
51,3	50	0,5	10	74,5	0,128	0,2320
59,1	50	0,5	10	69,8	0,156	0,2454
44,8	50	0,5	10	77,5	0,111	0,2304
36,7	10	0,1	10	79,5	0,099	0,2508
56,3	50	0,5	10	71,5	0,146	0,2411
54,7	50	0,5	10	72,5	0,140	0,2380
55,7	50	0,5	10	73,5	0,134	0,2237

Todas as leituras foram feitas no fotômetro do Pulfrich com cuba de 1 cm.

$$\text{Média} = 0,24017$$

$$\text{D. P.} = \sigma = 0,0099$$

$$\text{C. V.} = \sigma_v = 4,1$$

Quadro II

EXPERIÊNCIA DE RECUPERAÇÃO

Amostra	Terra fina seca mg	Ferro inicial presente mg	Ferro adicionado mg	Ferro total encontrado mg	Ferro recuperado mg	Ferro recuperado por cento
1	64,5	0,1242	0,0521	0,1763	0,0506	97
2	53,1	0,1022	0,0433	0,1455	0,0416	96
3	69,1	0,1331	0,0505	0,1836	0,0541	107
4	75,4	0,1452	0,0632	0,2084	0,0591	93,5
5	60,2	0,1159	0,0457	0,1616	0,0471	103
6	68,7	0,1423	0,0527	0,1950	0,0538	102
7	56,8	0,1094	0,0444	0,1538	0,0445	100
8	72,9	0,1404	0,0537	0,1941	0,0571	106
9	63,7	0,1227	0,0526	0,1753	0,0500	95
Média = 99,95						

Os resultados acima evidenciam a aplicabilidade do método fotométrico do ácido protocatecúico, à determinação do ferro na terra.

tão é diluído com água destilada e transportado para um frasco aferido, de 50 ou 100 cm³. Filtra-se ou deixa-se repousar. Transfere-se para tubo de ensaio Pyrex possuindo graduação de 10 cm³, um volume de 0,5 cm³ ou 1 cm³ dessa diluição. Junta-se à alíquota transferida ao tubo Pyrex, 3-4 gotas de ácido sulfúrico 10 N cerca, e, à chama de bico de Bunsen, elimina-se o ácido nítrico. Essa eliminação reconhece-se pela formação de vapores densos de anidrido sulfúrico. Uma vez o tubo frio, lavam-se as paredes do mesmo com 3-4 cm³ de água destilada e procede-se ao desenvolvimento de cor de acordo com o método do ácido protocatecúico de R. S. PEREIRA (2). Da publicação deste autor juntamente com A. COSTA (3), retiramos o seguinte, referente aos reativos e a maneira de operar.

REATIVOS NECESSÁRIOS

- a) Citrato de amônio a 20%.
- b) Ácido protocatecúico. Solução a 1% em álcool etílico a 50%.
- c) Hidróxido de amônio 2 N.
- d) Solução N de sulfato de amônio — solução N de amoníaco (4:1).

Quer se tome a totalidade da solução para a dosagem do ferro, quer se usem alíquotas da mesma, esta, posta em tubo de experiência graduado à altura de 5-7, 5 e 10 cm³, trata-se por 1 cm³ do reativo (a), e em seguida adicionam-se 0,2 cm³ de (b) para cada 5 cm³ de volume total, e, agitando-se o tubo após cada gota ajuntada, o reagente (c), cuidadosamente, até que se desenvolva cor vermelha, o que indica haver-se alcalinizado o meio.

Por meio do SO₄H₂ N, posto cautelosamente às gotas, em quantidade exatamente necessária para atingir o fim em vista, que é acidificar-se levemente o soluto, o que se reconhece pelo desaparecimento da cor vermelha, ou pela transformação desta em violeta, ou em verde azulada, passa-se para meio ácido a solução das cinzas.

Restabelece-se a cor vermelha primitiva por meio do reagente (d) e com este perfaz-se volume convenientemente marcado na parede do tubo.

Ao mesmo tempo, e exatamente sob as mesmas condições, prepara-se um branco, que servirá de líquido de compensação. Ao cabo de 10-40 minutos determina-se a extinção dada pelo fotômetro de Pulfrich, usando o filtro S-50 e cuba de espessura conveniente".

RESUMO

Os autores aplicaram o método do ácido protocatecúico para a valoração do ferro, à determinação desse elemento na terra, tendo obtido, para a mesma amostra, 9 dosagens, D.P. = σ = 0,0099 e C.V. = σ_v = 4,1. Trabalhando com 9 amostras de terra, na prova de recuperação, a porcentagem desta foi de 99,95%.

SUMMARY

The authors applied the method of protocatheuic acid in the determination of iron, for the analysis of this element in the earth, having obtained, in the same sample of earth, in 9 determinations, S.D. = σ = 0,0099 and C.V. = σ_v = 4,1.

Working with nine samples, in the test of recuperation, the percentage in this was 99,95%.

BIBLIOGRAFIA

- 1 — ASSOCIATION OF OFFICIAL AGRICULTURAL CHEMIST — 1940 — Official and Tentative Methods, 5. 5th. ed., Washington.
- 2 — PEREIRA, R. S. — 1941 — A new photometric method for the determination of iron. Journ. Biol. Chem., 137: 417, 28.
- 3 — PEREIRA, R. S. e A. COSTA — 1942 — Determinação fotométrica do ferro nas fezes por meio do método do ácido protocatéuico. Rev. Fac. Med. Vet. de São Paulo, 2: 67-70.

