

ANEXO

DETERMINAÇÃO DE ALUMÍNIO EM VACINAS

A) Proceder conforme Espectrometria de absorção no visível <xxx>

Tampão acetato: dissolver 27,5 g de acetato de amônio em 50 mL de água bidestilada e adicionar 0,5 mL de ácido clorídrico a 25% (p/v). Completar o volume para 100 mL com água bidestilada.

Tampão carbonato: dissolver 20 g de carbonato de amônio em 20 mL de solução diluída de amônia (diluir 17,5 mL de hidróxido de amônio a 10% (p/v) com 32,5 mL de água bidestilada) e completar o volume para 100 mL com água bidestilada.

Reagente de aluminon

Solução A – Dissolver 250 g de acetato de amônio em 500 mL de água bidestilada. Adicionar 40 mL de ácido acético glacial, 0,5 g de aluminon dissolvido em 50 mL de água bidestilada, 1 g de ácido benzoico dissolvido em 150 mL de álcool isopropílico e 225 mL de álcool isopropílico. Completar o volume para 1000 mL com água bidestilada.

Solução B – Dissolver 5 g de gelatina em 125 mL de água bidestilada quente e misturar com 250 mL de água bidestilada fria. Filtrar e completar a 500 mL com água bidestilada.

Preparação – Misturar com agitação as *Soluções A* e *B*. A mistura deve estar completamente límpida quando fria. Armazenar em frasco de polietileno, protegida da luz.

Procedimento para determinação de alumínio na amostra

Transferir para balão de Kjeldahl, 1 mL da amostra e adicionar 2 mL de ácido nítrico. Digerir a mistura até que a solução fique límpida. Transferir para balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com *Tampão acetato*. Transferir 2 mL desta solução para balão volumétrico de 50 mL e adicionar 2 mL de solução recém-preparada de

ácido tioglicólico a 1% (v/v). Deixar em repouso por 2 minutos, adicionar 15 mL do reagente de aluminon e aquecer em banho-maria (100 °C) por 15 minutos. Resfriar, adicionar 10 mL de Tampão carbonato e completar o volume com água bidestilada. Preparar branco contendo água bidestilada no lugar da amostra. As leituras da amostra e dos padrões são realizadas em espectrofotômetro no comprimento de onda de 530 nm, utilizando o branco para ajuste do zero. Calcular a concentração de alumínio (III) na amostra, por interpolação gráfica ou regressão linear. O resultado deve ser expresso em mg de alumínio (III) por dose.

B) Proceder conforme Espectrofotometria de absorção atômica <xxx>

Procedimento para determinação de alumínio na amostra

Transferir para balão de Kjeldahl, 2 mL da amostra e adicionar 4 mL de ácido nítrico. Digerir a mistura até que a solução fique límpida. Transferir para balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com água bidestilada. Em paralelo, preparar branco contendo água bidestilada no lugar da amostra e curva de calibração de alumínio com as concentrações de 20, 40, 60 e 80 ppm. Adicionar à amostra, às soluções para a curva de calibração e ao branco, determinada quantidade de supressor de ionização, de modo a conter no final concentração de 2000 ppm de potássio. Determinar a concentração de alumínio (III) da amostra em espectrofotômetro de absorção atômica no comprimento de onda de 309,3 nm, abertura da fenda 0,2 nm, corrente da lâmpada para alumínio de 10 mA e chama de óxido nitroso/acetileno.