

Determinação de Fluoreto em Soluções por **Eletrodo Íon Seletivo (ISE)**

Desenvolvido por: Nilton Pereira Alves em 07/08/1999

QUIMLAB - Química e Metrologia

Av. Shishima Hifumi, No 2911

Campus UNIVAP - Incubadora de Base Tecnológica, URBANOVA

CEP 12.244-000 - São José dos Campos - SP

Telefax: - (012) 3362307



1 - Introdução

Este método é utilizado para a determinação de fluoreto (F^-) soluções e matérias primas em um intervalo de 0,1 a 1,0 g/L de fluoretos solúveis e se baseia na determinação potenciométrica deste ânion com eletrodo íon seletivo de fluoreto de lantânio. Os potenciais eletroquímicos obtidos contra um eletrodo de referência de calomelanos ou Ag/AgCl são comparados com curva de calibração obtida com padrões de NaF. É aplicado para qualquer equipamento potenciométrico que permite a leitura direta em modo mV.

A teoria envolvida neste procedimento é a mesma utilizada nos equipamentos que permitem as calibrações e leituras diretas das concentrações de fluoreto, denominados com Ion -meters ou medidores de íons específicos.

Importante salientar que a determinação de fluoreto por método íon seletivo somente determina a atividade iônica do íon fluoreto e não sua concentração. Espécies iônicas complexadas com o ânion fluoreto como SiF_6^{--} , FeF_6^{--} , NbF_7^{--} , etc..., não podem ser determinadas por este método.

A determinação de fluoreto em meio contendo HF somente deverá ser realizada após prévio ajuste do pH e força iônica com a solução tampão adequada, para evitar ataque do eletrodo de referência, que geralmente é fabricado com vidro.

2 - Procedimento

2.1 - Curva de Calibração

Pesar 2,2100 g de NaF e diluir para 1000 mL com água destilada (padrão de 1,000 g /L F^- ou 1000 ppm)

Diluir aliquotas de 1, 10 e 100 mL do padrão de 1000 ppm em balões separados para 1000 mL com água destilada. Respectivamente são estes os padrões obtidos: 0.001, 0.010 , 0.100 g/L F^- ou 1 , 10 e 100 ppm F^- .

Tomar aliquotas de 25 mL dos padrões de 1, 10, 100 e 1000 ppm de fluoreto em beckeres separados.

Adicionar em cada um deles 25 mL do TISAB.

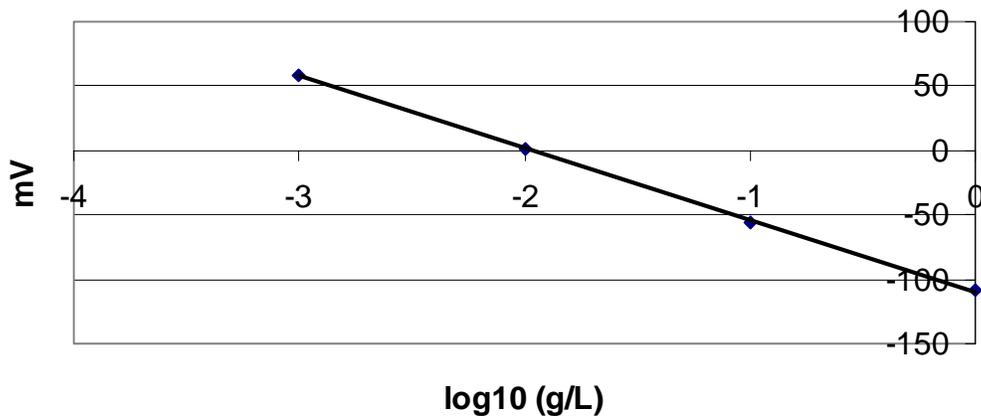
Utilizando pHmetro operando em modo mV, eletrodo íon seletivo de fluoreto e eletrodo de referência de calomelanos ou Ag/AgCl obter o potencial eletroquímico em cada um dos padrões e registrar os valores. Importante usar agitação magnética durante

as leituras para melhorar as estabilizações e reprodutibilidades. O eletrodo de referência não precisa ser utilizado no caso da utilização de eletrodos combinados de fluoreto.

Construir uma curva de calibração utilizando o logaritmo das concentrações de fluoreto versus potencial eletroquímico (Pode-se utilizar o software Excel):

Exemplo:

Padrão (g/L)	Log ₁₀ (conc.padrão)	mV
0.001	-3	58
0.010	-2	2
0.100	-1	-56
1,000	0	-109



$$y = -55.9000x - 110.1000$$

$$R^2 = 0.9997$$

Equação linear obtida:

$$mV = -55,9000 \cdot \log_{10} (g/L F^-) - 110,10$$

$$R^2 = 0,9997$$

Pela equação g/L F⁻ :

$$g/L (F^-) = 10^{((mV+110)/-55.9)}$$

Ex: Para o Padrão de 0,010 g/L F (10 ppm) obteve-se +2 mV

$$\text{g/L (F}^-) = 10^{((2+110)/-55,9)} = 0,00992 \text{ g/L (erro de } -0,82 \% \text{ em relação ao teórico } 0.01 \text{ g/L F}^-)$$

2.2 - Análise das Amostras

Adicionar 25 mL da amostra em um becker plástico.

Adicionar 25 mL do TISAB.

Adicionar uma barra magnética pequena.

Proceder as leituras com ligeira agitação.

Aguardar estabilização o que leva aproximadamente de 2 ou 3 minutos e registrar o valor do potencial.

Caso as concentrações de fluoreto sejam elevadas proceder as devidas diluições e multiplicar os resultados obtidos pelos fatores de diluições correspondentes.

2.3 - Cálculo

Obter a concentração do fluoreto em g/L na amostra analisada utilizando a fórmula obtida pela regressão linear no item 2.1.

Exemplo: Para uma amostra submetida a análise, diluída 100 vezes e cujo potencial obtido foi -5 mV .

A equação de calibração determinada conforme item 2.1.

$$\text{mV} = -55,9000 * \log_{10} (\text{g/L F}^-) - 110,10$$

Pela equação g/L F⁻ :

$$\text{g/L (F}^-) = 10^{((\text{mV}+110)/-55,9)}$$

$$\text{g/L (F}^-) = 10^{((-5+110)/-55,9)}$$

$$\text{g/L (F}^-) = 10^{-1,878}$$

$$\text{g/L (F}^-) = 0,0132 \text{ g/L na solução}$$

$$\text{g/L (F}^-) = 0,0132 \text{ g/L} \times 100 = 1,323 \text{ g/L na amostra}$$

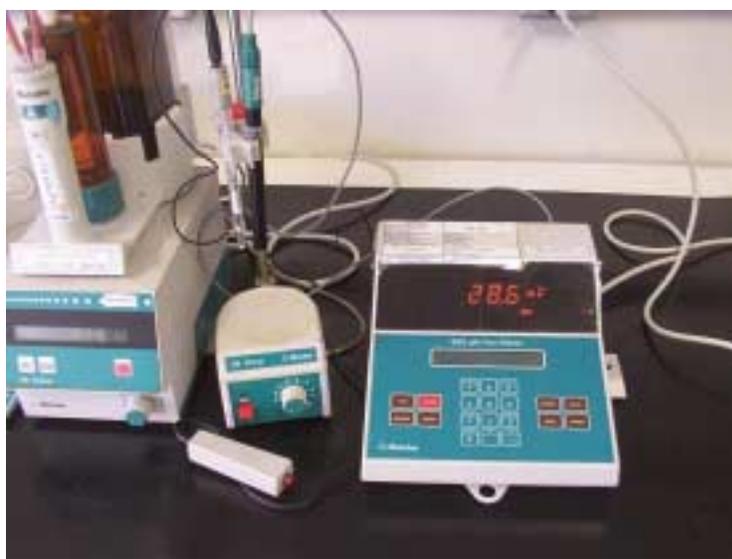
3 - Anexos

3.1 – Equipamento Utilizado

pIon Meter 692 Metrohm ou pHmetro equivalente que opere em modo mV e possua resolução de 1 mV

Eletrodo Referência de Calomelanos Metrohm 6.0702.100

Eletrodo indicador de Fluoreto Metrohm 6.0502.150

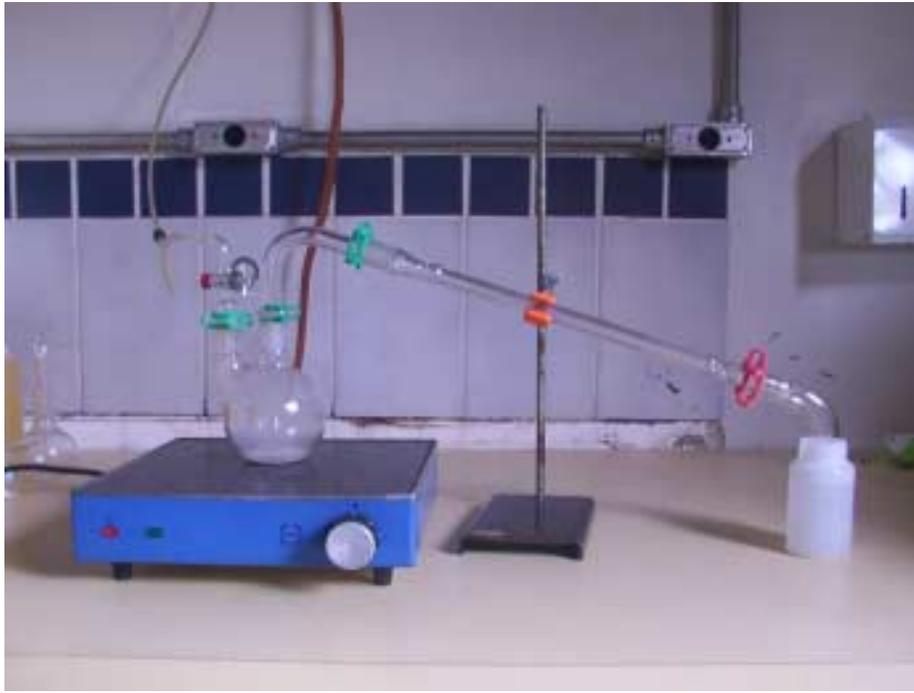


pHmetro utilizado em modo mV



Eletrodos Utilizados

Aparelho de Destilação de HF para Análise de Fluoretos Insolúveis



Observação:

O resíduo contendo o fluoreto (aproximadamente 0,5g) é reagido com 50 mL de ácido sulfúrico 50%. A destilação é realizada até fumos brancos de ácido sulfúrico com passagem de ar ou nitrogênio para arraste de vapores de HF. O HF é recolhido em 100 mL de NaOH 1N e analisado em seguida com o eletrodo íon seletivo (ISE) conforme método anterior.