

Desenvolvimento de um método para a determinação de fluoreto utilizando HR-CS MAS em chama e forno de grafite

Gustavo C. Monteiro* (IC), Silvane Morés (PG), Bernhard Welz (PQ)

*gustavoquimica32@yahoo.com.br

Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis/SC 88040-900

Palavras Chave: HR-CS MAS, fluoreto.

Introdução

A espectrometria de absorção molecular de alta resolução com fonte contínua (HR-CS MAS) utiliza uma única fonte de radiação, um monocromador de alta resolução e um detector que é constituído por um arranjo linear de dispositivos de carga acoplada (CCD), representando um grande avanço para o desenvolvimento de métodos analíticos. As características da técnica, que incluem elevada capacidade de correção de fundo e visibilidade de toda a região espectral na vizinhança da linha analítica, são especialmente atrativas para o desenvolvimento de metodologias eficientes¹.

O flúor é um elemento essencial para o ser humano, apesar dos fluoretos serem capazes de bloquear várias enzimas. A Organização Mundial da Saúde, recomenda suplementação de 1,0-1,5 mg F/dia, de preferência por fluorização da água potável. A média diária de absorção de flúor por meio dos alimentos é em torno de 0,25-0,35 mg. Ossos e dentes contêm entre 0,2 a 2,7 g/kg de flúor^{2,3}.

Este trabalho descreve o desenvolvimento de um método analítico que permita a determinação acurada, sensível e rotineira de fluoreto em amostras biológicas, ambientais e industriais.

Resultados e Discussão

Um espectrômetro de absorção de alta resolução com fonte contínua ContAA 700 *Analytik Jena* (Jena, Alemanha) foi utilizado para a elaboração da técnica de determinação de fluoreto utilizando mono-fluoreto de cálcio. Usou-se lâmpada de arco de Xe, operada a 300 W, sendo os comprimentos de onda de análise selecionados de 606,4400 nm e 606,6900 nm.

Para a determinação de CaF em chama, estudou-se a quantidade de cálcio, em excesso em relação ao fluoreto, que garante a maior conversão de F⁻ em CaF e a melhor resposta analítica. Fixou-se a concentração de fluoreto em 5 g/L e variou-se a concentração de cálcio de 2-14 g/L. Observou-se que para concentrações de cálcio acima de 8 g/L, os valores de absorvância não aumentam significativamente. Para a curva de calibração, fixou-se a concentração de cálcio em 8 g/L e variou-se a concentração de fluoreto de 1 a 14 g/L. Os parâmetros de mérito da curva de calibração externa estão dispostos na Tabela 1.

Para a determinação de CaF em forno de grafite, construiu-se curvas de pirólise e de atomização, onde para a pirólise houve perdas do analito em temperatura superior a 725°C, e a temperatura ótima de atomização foi de 2250°C.

Tabela 1: Parâmetros analíticos de mérito obtidos a partir da curva de calibração externa para CaF em HR-CS F MAS.

Parâmetro	Valor *	Valor **
Limite de detecção (n=10)	13 mg/L	32 mg/L
Limite de quantificação (n=10)	38 mg/L	96 mg/L
Concentração característica	0,28 mg/L	0,16 mg/L
Sensibilidade (B)	0,0156 L/mg	0,0276 L/mg
Coefficiente de correlação (R)	0,9999	0,9978
Faixa linear de trabalho estudada	1 – 14 mg/L	1 – 6 mg/L

*λ = 603,6900 nm **λ = 606,4400 nm

Assim como para a técnica de chama, estudou-se a quantidade de cálcio, em excesso em relação ao fluoreto, a ser adicionada a solução. Fixou-se a concentração de fluoreto em 15 mg/L e variou-se a estequiometricamente a concentração de cálcio de ([Ca]/[F]) de 0,5 a 27,5. Observou-se que para concentrações de cálcio acima de 107 mg/L ([Ca]/[F]=15), os valores de absorvância não aumentam significativamente. Para a curva de calibração, fixou-se a concentração de cálcio em 350 mg/L e variou-se a concentração de fluoreto de 1-30 mg/L. Os parâmetros de mérito da curva de calibração externa estão dispostos na Tabela 2. Não foi possível construir uma curva de calibração satisfatória na linha 606,440 nm.

Tabela 2: Parâmetros analíticos de mérito obtidos a partir da curva de calibração externa para CaF em HR-CS GF MAS.

Parâmetro	Valor / 603,6900 nm	
Limite de detecção (n=10)	0,03 mg/L	0,68 µg
Limite de quantificação (n=10)	0,11 mg/L	2,3 µg
Concentração característica	0,111 mg/L	2,22 µg
Sensibilidade (B)	0,0397 L/mg	0,0397 L/mg
Coefficiente de correlação (R)	0,9994	0,9994
Faixa linear de trabalho estudada	1 – 25 mg/L	20 – 500 µg

Conclusões

O método proposto mostrou-se simples, rápido, confiável e com baixo limite de detecção para a determinação de fluoreto através de CaF por HR-CS MAS tanto em chama como em forno de grafite.

Agradecimentos

CNPq, PIBIC-UFSC, FAPESC, Analytik Jena

¹ Welz, B., Becker-Ross, H., Florek, S., Heitmann, U., High-Resolution Continuum Source AAS, Ed. John Wiley and Sons Inc, **2006**.

² Pourcelami, H.R., Khazaeli, P., Noori, G.R., *Fluoride* **41** (2008) 216.

³ Neal, M., Neal, C., Wickham, H., Harman, S., *Hydrol. Earth Syst. Sci.* **11** (2007) 294.