

Com base nos trabalhos realizados, pôde-se determinar a repetibilidade e a faixa de aplicação do método, incorporando-se essas informações à metodologia analítica a ser armazenada no DATALAB com base nas normas da ASTM.

#### 4. COMENTÁRIOS GERAIS

A implantação do manual de controle proporcionou avanços na rapidez e precisão das análises químicas. Observou-se maior consistência nos resultados laboratoriais, o que facilitará a confecção de materiais de referência para uso próprio e possível comercialização manual de controle da qualidade a ser elaborado para o departamento como um todo.

#### AGRADECIMENTOS

Aos funcionários do Departamento de Análises Químicas e de Meio Ambiente (DQIA); em especial ao orientador Gilberto Mendes de Queiróz e à co-orientadora Nilza Maria Miranda de Oliveira pelo apoio e incentivo à pesquisa. Finalmente, ao PIBIC/CNPq pelo suporte financeiro dado à esta pesquisa.

#### BIBLIOGRAFIA

1. CUNHA, F., Apostila de estatística aplicada em laboratório. Rio de Janeiro: CENPES/PETROBRÁS. 1992.
2. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Volatile matter in the analysis sample of coal and coke, ANSI/ASTM D 3175-77.
3. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Carvão mineral - determinação do teor de matérias voláteis, Projeto de Norma - CE - 1.13:01 - 002.

# PAINEL 12

## *Implantação de Novas Metodologias Analíticas (Determinação de Fluoreto).*

**Carlos Roberto Martoreli Dias**

Bolsista de Inic. Científica, Eng. Química, UFRJ

**Gilberto Mendes de Queiróz**

Orientador, Químico Industrial

**Nilza Maria Miranda de Oliveira**

Co-orientadora, Química

#### 1. INTRODUÇÃO

No presente trabalho foi estudada uma metodologia para análise química de fluoreto, utilizando-se técnica de análise instrumental. Na etapa seguinte a metodologia foi implantada no arquivo do programa DATALAB para posterior utilização dos usuários. Foi introduzido na metodologia um arquivo do *Harvard Graphics*, o qual consta de uma curva, em escalas monolog e linear que proporciona maior rapidez e confiabilidade à determinação da concentração de fluoreto. A metodologia, após testada, mostrou-se adequada às análises de fluoreto presentes em amostras de minérios efluentes, água, etc.

#### 2. OBJETIVO

O objetivo do presente trabalho consiste em elaborar um método de análise química para determinação da concentração de fluoreto, através de potenciometria, utilizando-se eletrodo seletivo de íon.

### 3. METODOLOGIA

A metodologia aqui apresentada resultou da pesquisa bibliográfica (1, 2, 4) e da experiência anterior do CETEM na área de análise química. Para realização deste trabalho utilizou-se um potenciômetro de fabricação METRONAL equipado com um eletrodo seletivo de íon.

Inicialmente foi traçada a curva de calibração do equipamento, que consiste num gráfico monolog, em que na escala log plotam-se as concentrações (ppm) conhecidas da solução padrão e, na escala linear, os valores correspondentes ao potencial de eletrodo (mV), que foram obtidos através de leitura no potenciômetro. Com a curva de calibração, pode-se perfeitamente determinar a concentração de fluoreto na solução teste. Para isso, basta apenas, efetuar a leitura do potencial de eletrodo (mV) e levar esse valor na curva de calibração, obtendo-se a concentração do íon na solução. Finalmente, para o cálculo da percentagem de fluoreto, utiliza-se a equação [1].

$$\%F = \frac{V_1 V_3 C_{\text{ppm}}}{V_2 P_1 10000} \quad [1]$$

Entretanto para facilitar o trabalho dos usuários do DATALAB foi criado um arquivo no *Harvard Graphics* e uma planilha no *Quattro Pro for Windows*, que fornece desde a curva de calibração até o resultado final (percentagem de fluoreto).

#### preparação da curva de calibração

Primeiramente deve-se preparar uma solução padrão de 100 ppm de fluoreto a partir do padrão de 1000 ppm, via NaF, e fazer a curva de calibração da seguinte maneira:

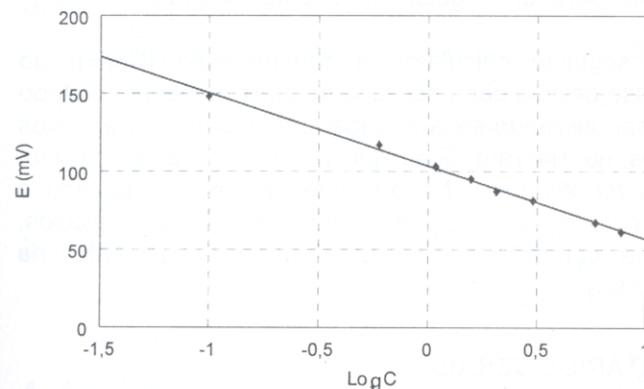
Colocar 100 mL de solução TISAB em bécher plástico com agitador magnético e ler no potenciômetro. Em seguida adicionar sucessivamente 0,1; 0,5; 0,5; 0,5; 0,5; 1,0; 3,0 e 2,0 ml do padrão de 100 ppm de fluoreto e ler a mV à cada adição, esperando sempre a leitura estabilizar.

A cada uma dessas adições, as concentrações são respectivamente : 0,10; 0,60; 1,09; 1,57; 2,06; 3,01; 5,75; 7,49 ppm.

**Tabela 1 - Valores obtidos para traçar a curva de calibração.**

V(Ml)	C(ppm)	LOG (C)	E(mV)
0,1	0,10	-1,0000	148
0,5	0,60	-0,2218	117
0,5	1,09	0,0374	103
0,5	1,57	0,1959	095
0,5	2,06	0,3139	087
1,0	3,01	0,4786	081
3,0	5,75	0,7597	067
2,0	7,49	0,8745	061

Com os dados mostrados na Tabela 1, monta-se a curva de calibração através do *Harvard Graphics* (Figura 1) ou em papel mono-log.



**Figura 1 - Curva de calibração para solução padrão de F<sup>-</sup> obtida em um potenciômetro de fabricação METRONAL (Pelo Harvard Graphics).**

O procedimento da análise química consiste inicialmente na elaboração da curva de calibração seguida das etapas de laboratório:

- a) pesar 0,1 g da amostra previamente seca em estufa a 110°C durante 1 h;
- b) fundir a amostra com 10 lentilhas de hidróxido de sódio em cadinho de zircônio ou níquel por aproximadamente 2 min;
- c) esperar esfriar e adicionar água destilada e deionizada no próprio cadinho para dissolver os sais;
- d) filtrar a solução obtida para balão volumétrico de 250 mL ( $V_1$ ) usando-se papel de filtro (Whatman nº 40), lavar o precipitado, cerca de cinco vezes, com solução de hidróxido de sódio a 1%, avolumar o balão com água destilada e deionizada e homogeneizar;
- e) pipetar uma alíquota de 25 ml ( $V_2$ ), passar para balão volumétrico de 100 ml ( $V_3$ ), avolumar com solução TISAB e homogeneizar. E, finalmente, passar toda a solução do balão de 100 mL para bécher plástico com agitador magnético para, em seguida, ler no potenciômetro.

Na etapa seguinte calcula-se a concentração (C<sub>ppm</sub>) do fluoreto. Esse cálculo pode ser feito de duas maneiras; método convencional utilizando-se a equação [1]; através dos arquivos implantados no Harvard Graphics, e na planilha de cálculo, Quatro pro for Windows. No presente trabalho foi adotado o segundo método. Verificou-se maior rapidez nos cálculos, precisão na obtenção da curva e, conseqüentemente, na análise química.

#### 4. COMENTÁRIOS GERAIS

Durante a etapa que envolveu testes, para a preparação da curva de calibração, surgiu uma discussão quanto à utilização ou da solução TISAB ou da solução de citrato de amônio

dibásico 1 M ( $C_6H_{14}N_2O_7$  ou  $(NH_4)_2C_6H_6O_7$ ). Entretanto, após diversos testes verificou-se que a solução TISAB é mais recomendada pois é uma solução mais estável quando comparada a solução de citrato de amônio. Lembrando sempre que ao utilizar essa solução, deve-se ajustar o pH da mesma para o valor 5,0.

O método em questão também pode ser aplicado em material líquido, mas, nesse caso, o processo prático inicia-se a partir do último item (mencionado anteriormente) da metodologia proposta

Cuidados especiais devem ser tomados para evitar a interferência de íons hidroxila durante a leitura do potencial em mV; portanto, durante o processo prático, deve-se manter o meio ácido.

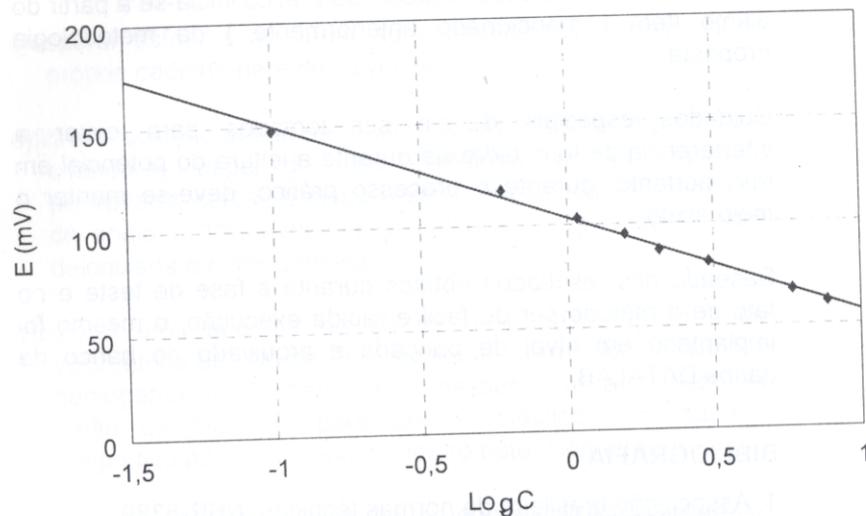
Baseado nos resultados obtidos durante a fase de teste e no fato de o método ser de fácil e rápida execução, o mesmo foi implantado em nível de bancada e arquivado no banco de dados DATALAB.

#### BIBLIOGRAFIA

1. Associação brasileira de normas técnicas, NBR-8389.
2. CLESCERI, L. S., GREENBERG, A. E., TRUSSEL, R. R., Standard methods, For the examination of water and wastewater. 17 Ed. Washington: American public health association. 1989. p. 4-87 - 4-89.
3. MORITA, T., ASSUMPCÃO, R. M. V., Manual de soluções e solventes (padronização, preparo, purificação). 2º Ed. São Paulo: Edgard de blucher LTDA. 1972. p. 1-174, 380-394.
4. WELCHER, F. J., Standard methods of chemical analysis. 6º Ed. Princeton: Van nostrand Reinhold Co., 1962.

## Curva Potenciométrica Padrão

Determinação de Fluoreto



# PAINEL 13

*Aplicação de Controle Estatístico de Processo (CEP) à Análise Química Laboratorial*

**Jaqueline Dias dos Santos**

Bolsista de Inic. Científica, Eng. Química, UERJ

**Roberto Rodrigues Coelho**

Orientador, Engenheiro Químico

**Gilberto Mendes de Queiróz**

Co-orientador, Químico Industrial

## 1. INTRODUÇÃO

A necessidade de implementar e otimizar a Gestão de Qualidade nos processos operacionais aos laboratórios químicos do Departamento de Análises Químicas e de Meio Ambiente (DQIA) tem exigido uma constante crítica da consistência metrológica dos resultados de análise química enquanto produto, e do monitoramento e validação dos métodos de análise para a obtenção de proficiência técnica.

Dentro desse contexto, a aplicação da técnica de Controle Estatístico de Processo (CEP) no monitoramento de dados de análises químicas, através das etapas de implementação de procedimentos padrões de grande praticidade na avaliação da consistência estatística em associação aos sistemas analíticos de controle de amostras de referência, quer da reprodutibilidade intralaboratorial, quer da receptibilidade do método utilizado, tem nos forçado a buscar respostas rápidas à avaliação de tais