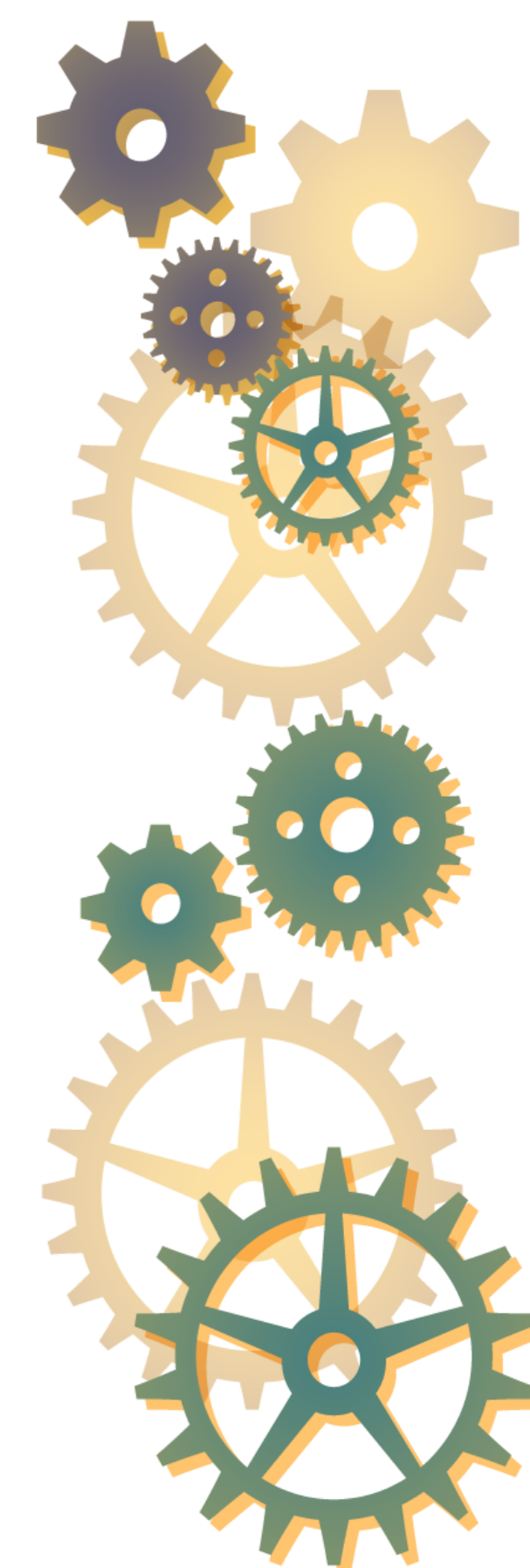


VI Jornada  
PCI

# CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DE AMOSTRAS MINERAIS E MATERIAIS AFINS: determinação de fluoreto em amostras do projeto “Lítio” utilizando potenciometria (eletrodo íon-seletivo)



Chemical characterization of mineral samples and related materials: determination of fluoride in “Silicon” project samples using potentiometry (ion-selective electrode)

Sônia da Silva (Bolsista de Capacitação Institucional, Técnica em Química),  
José Antônio Pires de Mello (Supervisor, Químico)

Coordenação de Análises Mineraiis- CETEM

**Abstract** | A TISAB pH 5.5 solution, containing 1.0 mol L<sup>-1</sup> citric acid and 1.0 mol L<sup>-1</sup> sodium chloride was used. A certified lithium ore reference material was used to validate the method. Satisfactory recoveries (98 and 104%) were obtained for fluoride determined by the standard addition and analytical curve methods, respectively. The method was used for the determination of fluoride in samples from the project under development in CETEM titled "Lithium". The precisions of the two methods were similar (< 10%). Comparison of the fluoride concentration results obtained by the two methods revealed no significant differences. Therefore, the determination of the analyte can be performed using only the analytical curve method.

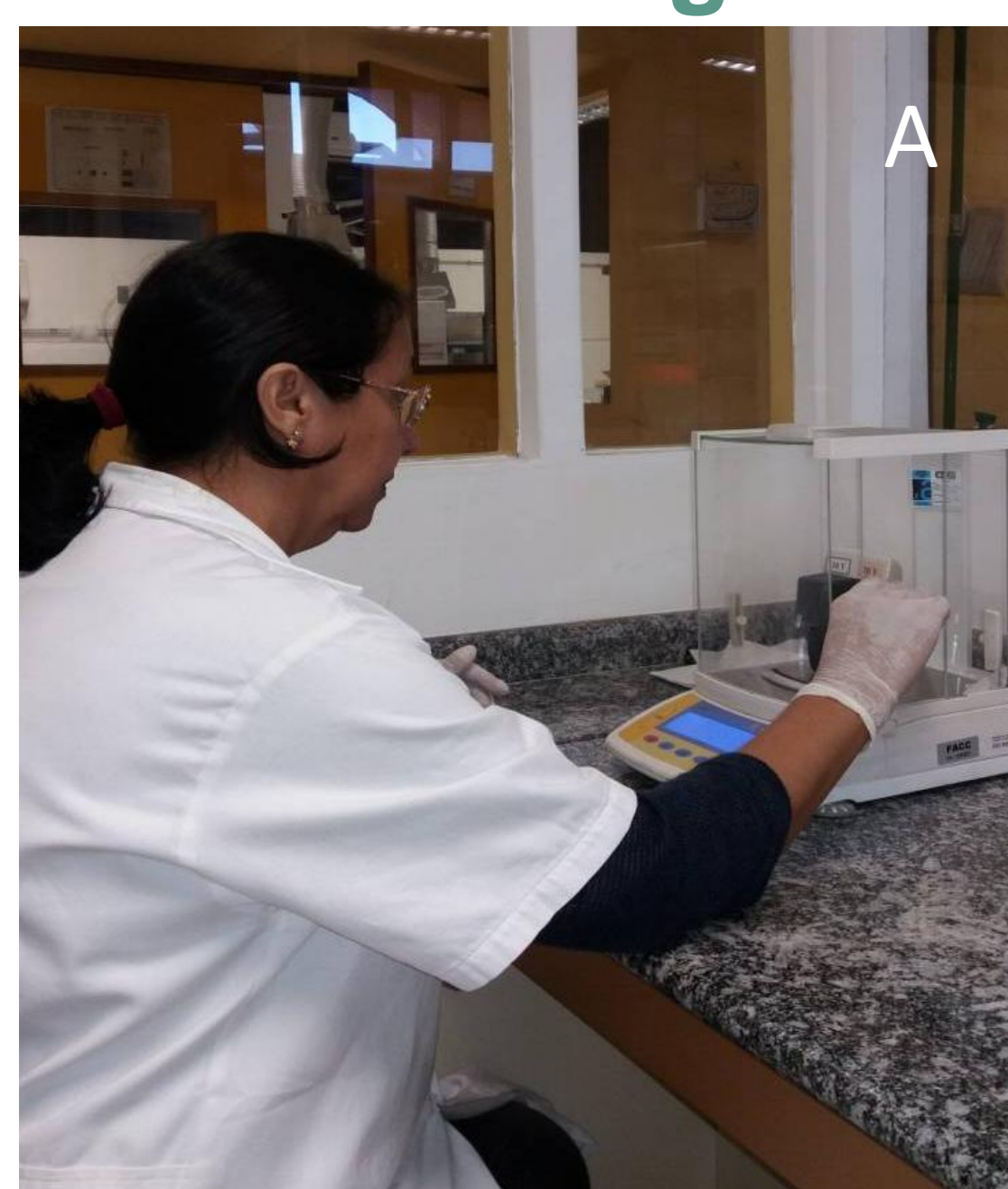
## Introdução

Traços de fluoreto podem ser determinados por vários métodos, destacando-se a potenciometria com eletrodo íon-seletivo (ISE) que é um dos mais seletivos para esse analito. Uma solução chamada de “TISAB” (Total Ionic Strength Adjustment Buffer) é utilizada para minimizar as variações de pH e de força iônica entre a solução-amostra e as soluções-padrão, utilizadas na construção da curva analítica, já que esses parâmetros influenciam a medida do potencial do eletrodo. Muitas das soluções TISAB empregam agentes mascarantes para, preferencialmente, complexar espécies potencialmente interferentes, isto é, cations di e tri-valentes. Os agentes mascarantes usados dependem da provável interferência química.

## Objetivos

Determinar quantitativamente fluoreto em amostras provenientes do projeto em desenvolvimento no CETEM intitulado “Lítio”, utilizando potenciometria.

## Metodologia



Amostra (0,5 g)



+ 4 g NaOH +  $\Delta$



+ água



+ filtração + água até 250 mL



5 mL de solução amostra +  
15 mL de TISAB +  
potenciometria

TISAB:  
500 mL água + 58 g cloreto de sódio + 192 g ácido cítrico + 57 mL ácido acético + hidróxido de sódio (pH = 5,5) + água até 1000 mL

## Resultados e Discussão

**Tabela 1.** Concentrações de fluoreto em MRC NSC DC 86303 e amostras do projeto “Lítio” determinadas por ISE

Amostra	Concentração de fluoreto (%)				
	Curva analítica	RSD %	Método de adição-padrão	RSD %	Certificada
DC 86303	0,66	0,3	0,70	2,7	0,676
A	0,08	0,6	0,08	9,8	
B	0,15	5,9	0,15	5,6	
C	0,17	9,9	0,18	7,7	
D	0,03	1,4	0,03	2,3	

\*NCS DC 86303 – minério de lítio

## Conclusão

Recuperações de 98 e 104% foram obtidas para fluoreto determinado no MRC NCS DC 86303 por ISE utilizando os métodos da curva analítica e de adição-padrão, respectivamente, indicando que ambos os métodos são exatos. As precisões dos dois métodos foram semelhantes (< 10%).

A comparação dos resultados de concentração de fluoreto obtidos pelos métodos de adição-padrão e da curva analítica, utilizando o test-t de Student (nível de confiança de 95%), revelou que não ocorreram diferenças significativas. Portanto, a determinação do analito pode ser realizada utilizando o método da curva analítica.

## Referências

- KATSUÓKA, L. Agentes complexantes no controle analítico de traços de fluoreto por eletrodo íon-seletivo. Dissertação de Mestrado, IPEN/SP, 1996.
- KRUG, F.J., ROCHA, F.R.P. Métodos de Preparo de Amostras para Análise Elementar, SBQ, São Paulo, Brasil, 2016, 572 p.
- MORITA, T., ASSUMPÇÃO, R.M.V. Manual de soluções, reagentes e solventes; padronização, preparação, purificação. 2.ed. São Paulo: Ed. Blucher, 1972, 627p.
- PICKERING, W.F. The effect of hydrolysed aluminium species in fluoride ion determinations. Talanta, v. 33 p. 661-664, 1986.
- RIETIENS, M. Decomplexation of aluminium-fluoride complexes by citrate-based buffers as a function of pH, aluminium and fluoride concentrations. Analytica Chimica Acta, v. 368, p. 265-273, 1998.