

EXPERIMENTO # 2.6

Eletrodo seletivo a íons: determinação de fluoreto com análise de flúor em enxaguante bucal – (potenciometria direta- método da adição de padrão)

Objetivos do experimento

- Aprender a operar um equipamento de eletrodo de íon seletivo
- Determinação de íons fluoreto amostra de enxaguante bucal

Referências

- Skoog e West: Fundamentals of Instrumental Analysis
- Brett, CMA, Brett, ANO, Oxford Science Publ., 1998
- Harris, D. C., Análise Química Quantitativa, LTC editora, 6ª edição, 2005.

Aparelhagem

pHmetro – Adwa (**A**) eletrodo indicador de fluoreto (**B**) termopar

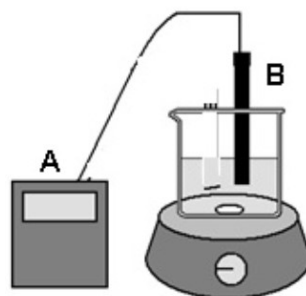
Vidraria

- 3 béqueres de 100, pró-pipeta, pipeta volumétrica de 5,00 10,00 e 50,00 mL, micropipeta de 200 μ L, 2 garras pequenas, 1 garra grande e 3 mufas.

Reagentes fornecidos

- solução padrão de fluoreto -1000 ppm
- amostra desconhecida de fluoreto em água (enxaguante bucal)

Esquema experimental



Procedimento

1. Calibrar as pipetas volumétricas de 5,00; 10,00 e 50,00 mL e utilizar os valores corretos para os cálculos da concentração exata de fluoreto. Também calibrar as micropipetas de 10, 50, 100 μ L e anotar os volumes exatos.
2. **(béquer de A).** Transferir 10 mL de água deionizada para um béquer de 100 mL, adicionar 50,00 mL de tampão TSAB **(Sempre utilizar as pipetas calibradas para todas as transferências)**. Ler e anotar o potencial medido: E/mV vs Eref.
3. **(béquer de A)** - Transferir volumes 10 μ L da solução padrão de fluoreto de 1000 ppm para o béquer A, agitar bem após a adição, cronometrar **exatos 2 minutos** e medir cuidadosamente o valor de potencial. Realizar adições sucessivas do padrão, no mesmo béquer, de 10, 20, 50, 50 e 100 μ L e medir o potencial a cada adição da mesma forma que a anterior.
4. **(béquer de B).** Preparar uma diluição (1:1) com 5,00 mL de enxaguante bucal (água fluoretada fornecida) e 5,00 mL de água deionizada. Adicionar a esta solução 50,00 mL de tampão TSAB. Iniciar a agitação e ler o potencial após 2 minutos.

5. (**béquer de B**). Transferir 7 alíquotas de 100 µL da solução padrão de 1000 ppm de fluoreto para o béquer e medir cuidadosamente o valor de potencial após cada adição, sempre aguardando sistematicamente 2 minutos para cada leitura.

6. Realizar as etapas 4 e 5 em triplicata.

Tratamento de dados

→ **Tratamento dos dados do Bequer A**- Determinar a concentração de fluoreto pelo método da curva padrão - Determinar S traçando a curva do potencial obtido no *béquer A* vs. logaritmo da concentração de fluoreto padrão. (Curva A). A partir dos valores obtidos, determine o coeficiente angular ($S = (RT/nF)$) e a ordenada da relação (k) da equação. Compare o valor do coeficiente angular S obtido e o valor teórico (59,1 mV, T = 25 °C).

$$E = k - \beta \left(\frac{RT}{nF} \right) \log[x]$$

→ Determine a concentração da amostra de enxaguante bucal na curva A. Para isso lance o valor obtido na etapa 4. Calcule o desvio e erro destas medidas.

→ **tratamento dos dados do béquer B**- Determinar a concentração de fluoreto pelo método da adição de padrão para a amostra de enxaguante bucal.

$$E = k - \beta \left(\frac{RT}{nF} \right) \log[x]$$

$$(V_o + V_p)10^{E/S} = 10^{k/S} V_o C_x + 10^{k/S} C_p V_p$$

$$y \dots \dots \dots = b \dots \dots \dots + m \dots \dots \dots x$$

$$y = 0$$

$$- \frac{V_o C_x}{C_p}$$

V_o = volume inicial; V_p = volume de padrão adicionado.

→ Comentar as diferenças com o gráfico anterior.

→ Comparar os resultados obtidos com o valor de referência apresentado pelo fabricante.

Questões

1. Quais são os interferentes esperados para este tipo de análise?
2. Por que é necessário manter o pH próximo de 5,0?

Destino dos resíduos

Ao término do experimento a solução tampão pode ser descartada diretamente na pia uma vez que seu pH está próximo de 5 e não contém nenhum sal nocivo ao meio ambiente. Todas as soluções utilizadas na determinação da concentração de fluoreto podem ser também descartadas na pia.