

## INTRODUÇÃO



## OBJETIVO

Desenvolver um método analítico para a determinação de Flúor em amostras de solo coletadas em diferentes regiões, via molécula diatômica de CaF, através da técnica de Espectrometria de Absorção Molecular de Alta Resolução com Fonte Contínua e forno de grafite (HR-CS GF MAS).

## EXPERIMENTAL

- HR-CS GF MAS: ContrAA 700, CP
- Vaporização em forno de grafite
  - $\lambda = 606,440 \text{ nm}$
- $T_{\text{pirólise}} = 900 \text{ °C}$  e  $T_{\text{vaporização}} = 2100 \text{ °C}$

Parâmetros Instrumentais

- Soluções padrão aquosas de F
- Cálcio como agente formador de molécula
- Amostras de solo de área urbana e rural
- CRM LKSD-4\* (sedimento de lago)

Reagentes e amostras

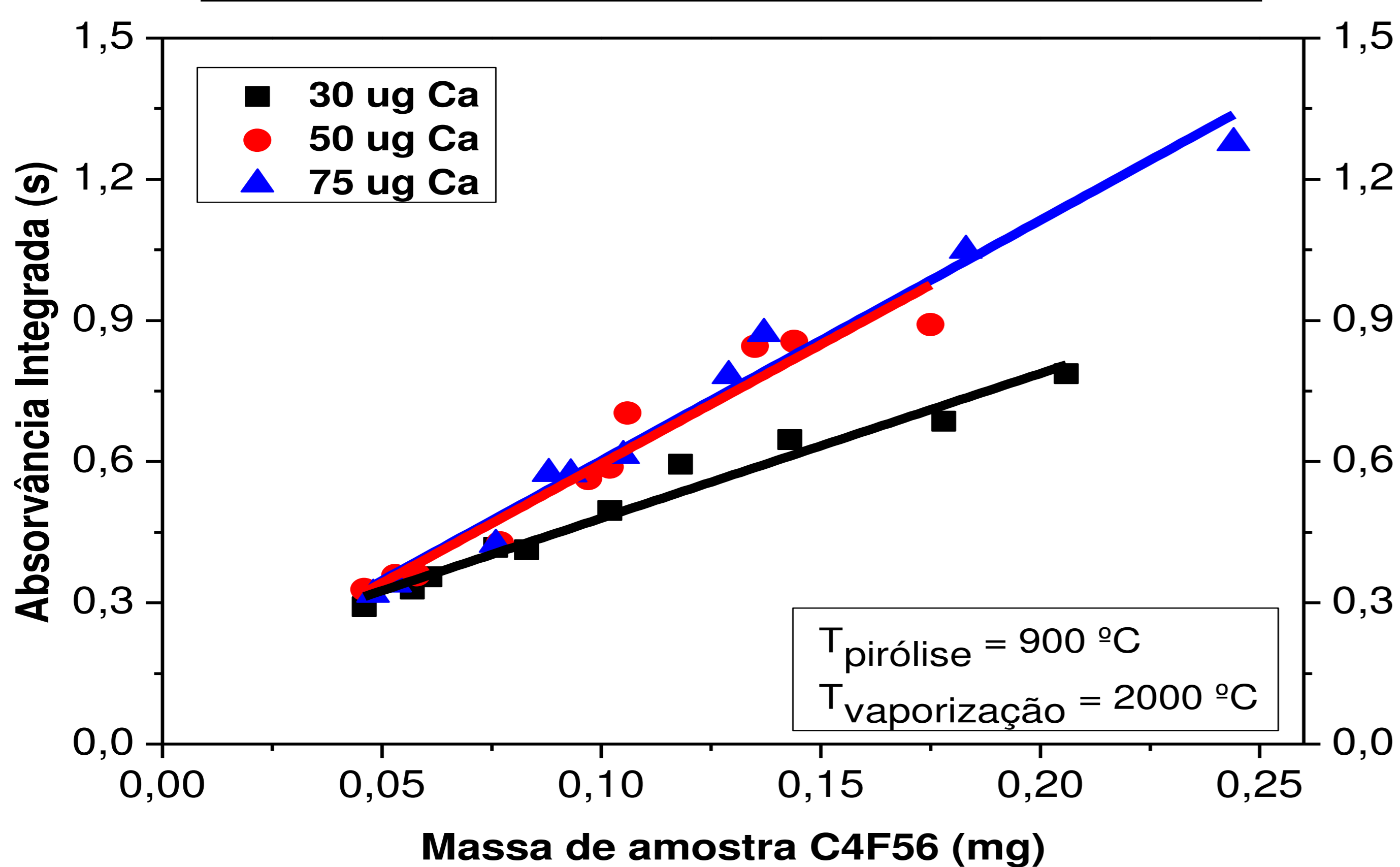
- Acondicionadas em ambiente fechado por 48 horas
- Secadas em estufa por 3 horas
- Maceradas e peneiradas ( $< 250 \mu\text{m}$ )

Preparação das amostras de solo

\* Natural Resources Canada

## RESULTADOS

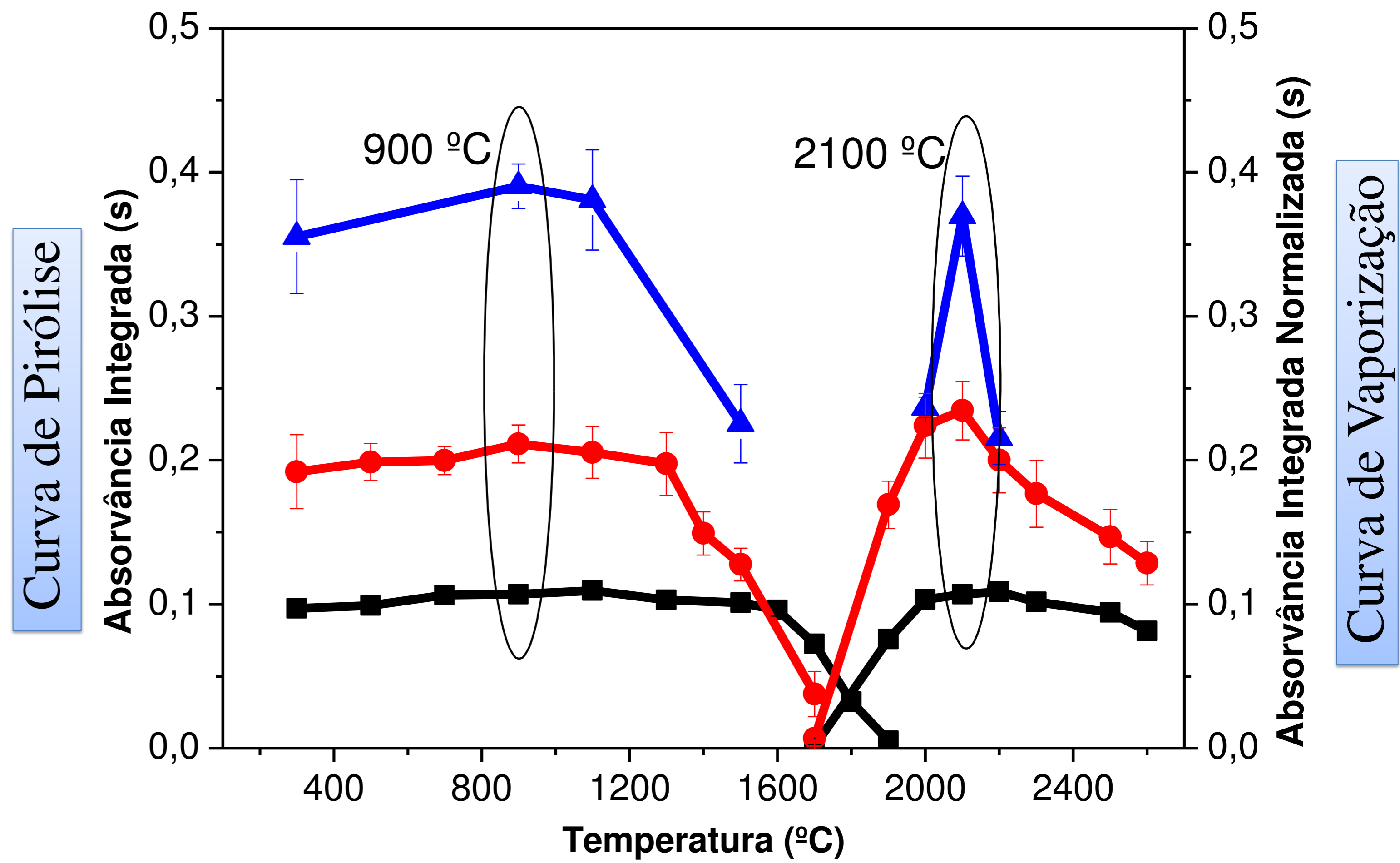
### Estudo de massa de Agente formador e de Amostra



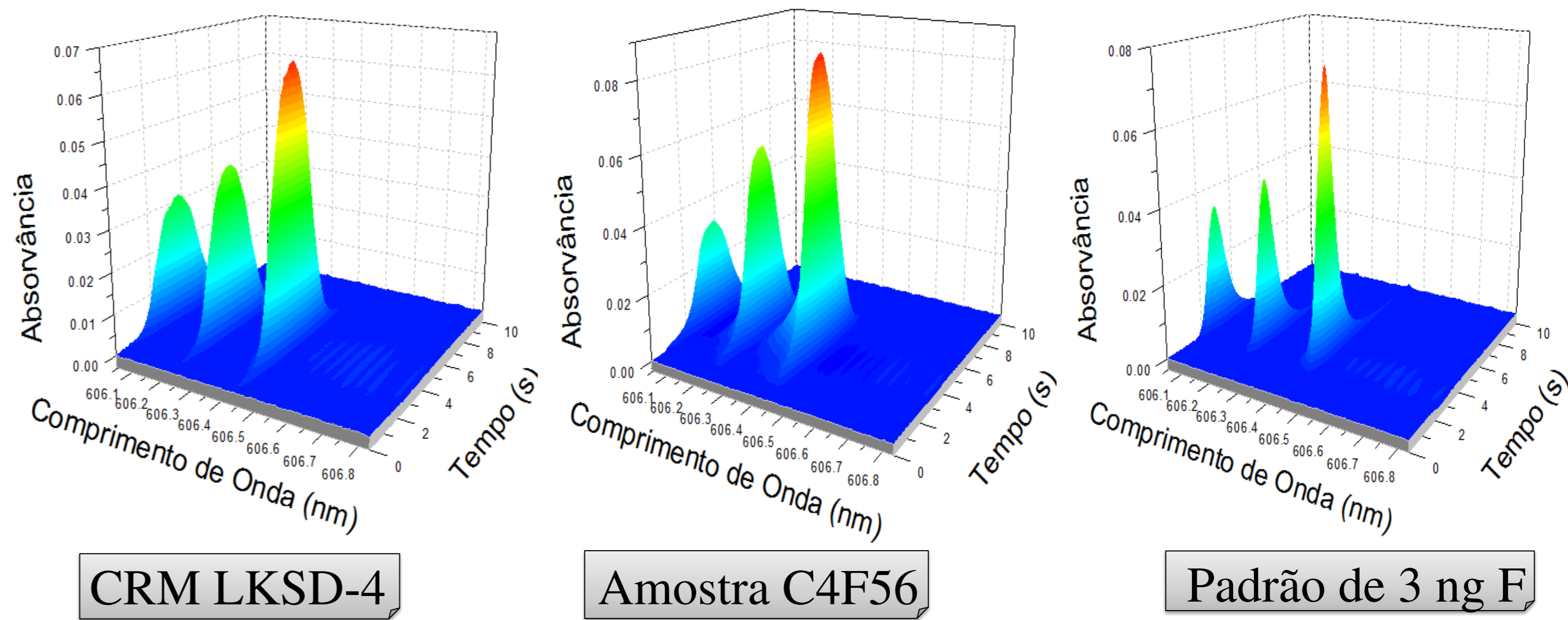
Massa de Ca	Equação da reta	R	RSD (%)
30 $\mu\text{g}$	$A_{\text{int}} = 0,1718 + 3,0782m_a$	0,96649	15,66
50 $\mu\text{g}$	$A_{\text{int}} = 0,0887 + 5,0674m_a$	0,94019	10,38
75 $\mu\text{g}$	$A_{\text{int}} = 0,0920 + 5,1049m_a$	0,97815	7,44

- ✓ Escolha de 75  $\mu\text{g}$  de Ca
- ✓ Maior Sensibilidade
- ✓ Menor RSD (Maior reprodutibilidade)

## Curvas de Pirólise e Vaporização



- ✓ 75  $\mu\text{g}$  de Ca (Pirólise e Vaporização); ■ Padrão aquoso – 3ng F
- Amostra Solo – C4L56 ▲ CRM LKSD-4



## PARÂMETROS DE MÉRITO

Parâmetro	Valores
Equação da Reta	$A_{\text{int}} (\text{s}) = 0,0097 + 0,3272m (\text{ng})$
R	0,9998
LOD ( $\text{ng} / \text{ng mg}^{-1}$ )	0,18 / 0,92*
LOQ ( $\text{ng} / \text{ng mg}^{-1}$ )	0,61 / 3,1*
$m_0 (\text{ng})$	0,13

\* Calculados para 0,20 mg de amostra

## RESULTADOS ANALÍTICOS

	Amostra Zona Urbana (F $\text{ng mg}^{-1} \pm \text{dp}$ )	Amostra Zona Rural (F $\text{ng mg}^{-1} \pm \text{dp}$ )
Jd. Botânico	1614 $\pm$ 129	C1L14 152 $\pm$ 18
Ipiranga	138 $\pm$ 15	C2L25 174 $\pm$ 17
Votorantim	152 $\pm$ 13	C3L44 185 $\pm$ 22
Parque Esteio	232 $\pm$ 18	C4L55 159 $\pm$ 13
		C5L75 151 $\pm$ 14

CRM LKSD-4 ( $\text{ng mg}^{-1}$ )	
Valor Certificado	Valor Encontrado
260 $\pm$ 40	234 $\pm$ 14

## CONCLUSÕES

- O método desenvolvido se mostrou bastante satisfatório para a determinação de F em amostras de solo via molécula diatômica de CaF por HR-CS GF MAS empregando a análise direta;
- A quantidade de agente formador necessária é influenciada diretamente pela quantidade de amostra utilizada;
- Ao se utilizar amostras sólidas a determinação de F pode ser feita em diferentes amostras de solo com um mínimo de pré-tratamento;
- É possível observar que não há diferenças significativas nas amostras de solo da área rural e urbana.