

Síntese e aplicação de um novo óxido misto $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Sb}_2\text{O}_5$ como adsorvente para extração/pré-concentração de íons níquel

Nathália B. Wutke¹(IC), Fernanda M. de Oliveira¹(PG), Marcela Z. Corazza¹ (PG), Emerson S. Ribeiro³(PQ), Bruna T. da Fonseca³(PG), Mariana G. Segatelli¹(PQ), César R. T. Tarley^{1,2} (PQ)

¹Universidade Estadual de Londrina, Departamento de Química, CEP 86050-482, Londrina-PR;

²Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia (INCT) Bioanalítica, Universidade Estadual de Campinas, Departamento de Química Analítica - Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), CEP 13083-970;

³Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Instituto de Química, CEP 21941-909, Rio de Janeiro-RJ

Palavras Chave: óxidos mistos, pré-concentração, níquel

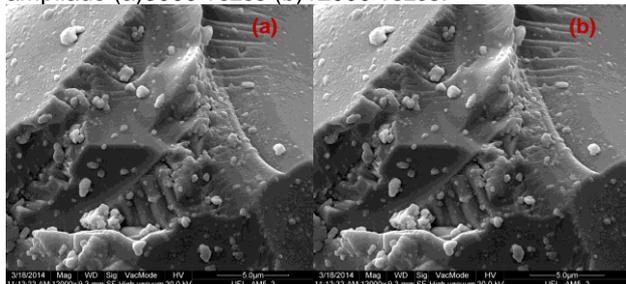
Introdução

O níquel é um metal traço encontrado na água, solo e também no ar. A exposição crônica a este metal pode causar doenças cardiovasculares e exercer atividade carcinogênica¹. Devido à baixa concentração do níquel e a complexidade das matrizes é necessário o emprego de etapas de pré-concentração para sua determinação. A extração em fase sólida (SPE) é a mais utilizada, devido as suas vantagens como baixo custo e facilidade de automação. Dentre os adsorventes investigados atualmente, a dispersão de óxidos em matriz de sílica, resultando nos óxidos mistos ($\text{SiO}_2/\text{M}_x\text{O}_y/\text{M}_z\text{O}_w$), exibe características promissoras para esta aplicação². Estes materiais apresentam menor área superficial e maior reatividade em relação à matriz de sílica, devido à presença de espécies que atuam como sítios ácidos/básicos de Lewis e de Bronsted-Lowry, em decorrência dos metais de transição distribuídos na estrutura molecular³. O objetivo deste trabalho envolveu a síntese, caracterização de um óxido misto constituído de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Sb}_2\text{O}_5$ (SiAlSb) e posterior aplicação para pré-concentração on-line de íons níquel (Ni^{2+}), empregando-se espectrometria de absorção atômica em chama (FAAS) para quantificação.

Resultados e Discussão

O material SiAlSb foi obtido através do processo sol-gel, segundo procedimentos descritos por Fonseca e colaboradores⁴. O aspecto morfológico do material é bastante similar ao de sílica sintetizada pelo processo sol-gel catalisado por ácido, com partículas com formato irregular (Figura 1).

Figura 1 Imagem de MEV para o óxido misto SiAlSb ampliado (a)3000 vezes (b)12000 vezes.



A otimização do método, a partir do planejamento fatorial fracionário 2^{5-1} , resultou nas condições ótimas de pH 7,13; vazão de pré-concentração de $9,5 \text{ mL min}^{-1}$, concentração do eluente de $1,7 \text{ mol L}^{-1}$ (HCl), concentração do tampão Tris-HCl $0,046 \text{ mol L}^{-1}$ e massa do adsorvente de 100 mg. Foi obtido um limite de quantificação (LQ) de $1,61 \mu\text{g L}^{-1}$, limite de detecção (LD) de $0,48 \mu\text{g L}^{-1}$, fator de pré-concentração de 77,5, índice de consumo de $0,258 \text{ mL}$, eficiência de concentração de $36,9 \text{ min}^{-1}$ e frequência analítica de $24,49 \text{ h}^{-1}$. Não foram observados efeitos de interferência para os íons Cu(II) , Zn(II) , Co(II) , Pb(II) e Cd(II) nas proporções analito:interferente 1:1, 1:10 e 1:50, e nem para os cátions Ca(II) , Ba(II) , Mg(II) e K(I) nas proporções 1:10 e 1:50. Após a otimização o método foi aplicado em amostras reais de água, obtendo-se entre 92,9 a 100,6% de recuperação. Foi aplicado também em material certificado MESS-3 (sedimento marinho) e o resultado obtido pelo método ($46,8 \pm 2,7 \text{ mg Kg}^{-1}$) foi estatisticamente igual a concentração do material certificado ($46,9 \pm 2,2 \text{ mg Kg}^{-1}$) no intervalo de 95% de confiança (teste-t).

Conclusões

O óxido misto disperso em matriz de sílica ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Sb}_2\text{O}_5$) foi sintetizado e caracterizado. Os resultados revelaram que o material obtido apresentou-se viável como um adsorvente para pré-concentração de íons Ni^{2+} , devido ao alto fator de pré-concentração, reduzido volume de amostra, baixos valores de LD e LQ. Na aplicação em amostras de água foram obtidas porcentagens satisfatórias de recuperação e no material certificado a concentração calculada foi semelhante.

Agradecimentos

UEL, CNPq, Fundação Araucária, CAPES, INCT de Bionalítica e IQ-UFRJ.

¹Denkhaus, E.; Salnikow, K. Nickel Essentiality, Toxicity and Carcinogenicity. *Crit. Rev. Oncol. Hemat.* **2002**, 42, 35.

²Lima, G.F.; Ohara, M.O.; Nobile, D.C.; Nascimento, D.R.; Ribeiro, E.S.; Segatelli, M.G.; Bezerra, M.A.; Tarley, C.R.T. *Mikrochim. Acta.* **2012**, 178, 61.

³Diniz, K.M.; Gorla, F.A.; Ribeiro, E.S.; Nascimento, M.B.O.; Correa, R.J.; Tarley, C.R.T.; Segatelli, M.G. *Chem. Eng. J.* **2014**, 239, 233.

⁴Fonseca, B.T.; *Dissertação de Mestrado*, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Brasil, **2012**.