

Estudos de Pré-concentração On-line de Cd^{2+} em $\text{SiO}_2/\text{Mn}_2\text{O}_3$ Preparada via Processo Sol-gel e Posterior determinação por FAAS

Vitor Sottero Ferreira (IC)¹, Emerson Schwingel Ribeiro (PQ)², Rafael Franklin Medeiros (IC)², Francisco Manoel dos Santos Garrido (PQ)² e César Ricardo Teixeira Tarley¹(PQ)*

¹Universidade Estadual de Londrina (UEL – PR), Centro de Ciência Exatas, Departamento de Química, Rodovia Celso Garcia Cid | Pr 445 Km 380 |, CEP 86051-980, Londrina – PR. ²Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Instituto de Química, CEP 21941-909, Rio de Janeiro- RJ. * tarley@uel.br

Palavras Chave: cádmio, pré-concentração em fase sólida, $\text{SiO}_2/\text{Mn}_2\text{O}_3$, FAAS

Introdução

Estudos de pré-concentração/extração de íons metálicos vêm sendo desenvolvidos ao longo dos anos visando aumentar o poder de detecção e/ou eliminar interferências em técnicas espectroanalíticas. Neste sentido, o desenvolvimento de novos materiais tem contribuído sobremaneira para melhorar o desempenho dos métodos de pré-concentração. O uso de óxidos binários de $\text{SiO}_2/\text{MxO}_y$, tais como $\text{SiO}_2/\text{Nb}_2\text{O}_5$, $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$, $\text{SiO}_2/\text{Zr}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ e $\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2$ tem sido aplicado com sucesso em propostas analíticas de pré-concentração. Uma característica muito importante é que o óxido metálico disperso sobre a superfície da matriz de sílica apresenta uma maior capacidade de troca iônica do que o óxido sintetizado via *bulk* e, adicionalmente, melhora as propriedades químicas da sílica [1]. No presente trabalho é avaliado o desempenho do óxido metálico Mn_2O_3 disperso sobre a matriz de sílica com um adsorvente de íons Cd^{2+} , visando o desenvolvimento de um método de pré-concentração.

Resultados e Discussão

O óxido misto $\text{SiO}_2/\text{Mn}_2\text{O}_3$ foi preparado via processo sol-gel, de acordo com procedimento descrito na literatura, com algumas modificações [1]. O material obtido foi seco e peneirado (diâmetro de partículas $\leq 106 \mu\text{m}$). Em seguida, uma coluna de polietileno foi recheada com 320 mg do material e conectada em um injetor proporcional se sistema FIA, no local do *loop* de amostragem. Com o objetivo de avaliar a influência de fatores químicos e de fluxo no sistema e a otimização do método foi construída uma matriz de Doehlert para três variáveis, empregando 20 mL de solução de Cd^{2+} $40 \mu\text{g L}^{-1}$. Os fatores estudados foram: pH da amostra (5,5 – 9,5), concentração do tampão (0,08 – 0,20 mol L^{-1}) e vazão de pré-concentração (2 a 10 mL min^{-1}). O eluente adotado foi HNO_3 1,0 mol L^{-1} na vazão de 4,8 mL min^{-1} . De acordo com as superfícies de resposta obtidas a partir da matriz de Doehlert, constatou-se que a vazão de pré-concentração pouco influencia na pré-concentração dos íons Cd^{2+} . Assim sendo, fixou-se a vazão em 10

mL min^{-1} . A superfície de resposta resultante é apresentada na Figura 1, onde as melhores respostas analíticas foram obtidas em torno de pH 9,0 e concentração do tampão Tris-HCl em 0,20 mol L^{-1} .

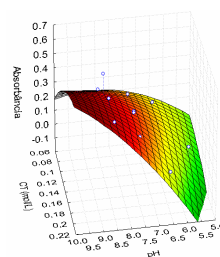


Figura 1. Superfície de resposta pH x CT (concentração do tampão)

O método de pré-concentração proposto apresentou faixa linear dinâmica de 1 até 50 $\mu\text{g L}^{-1}$ ($r = 0,983$), e limites de detecção e quantificação de 0,26 e 0,87 $\mu\text{g L}^{-1}$, respectivamente. O desempenho do sistema proposto foi avaliado com base no fator de pré-concentração de 33,3, índice de consumo de 0,6 mL, eficiência de pré-concentração de 16,65 min^{-1} e frequência de amostragem de 20 determinações por hora. Estudos com alguns elementos metálicos (Ca^{2+} , Mg^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} , Mn^{2+} , Sb^{2+} , Co^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} e Hg^{2+}) mostraram ausência de interferência para até 100 vezes a concentração dos íons Cd^{2+} (40 $\mu\text{g L}^{-1}$). As etapas futuras do método incluem a averiguação da exatidão e aplicação em amostras de interesse ambiental e/ou alimentícia.

Conclusões

Os estudos preliminares envolvendo a pré-concentração indicam que o novo material adotado para a extração em fase sólida apresenta bons resultados frente à determinação de íons cádmio, apresentando um ganho de sensibilidade satisfatório e ausência de interferências.

Agradecimentos

CNPq, INCTBio, Fundação Araucária, CAPES e UEL.

¹ Tarley, C.R.T.; Avila, T.C.; Segatelli, M.G.; Lima, G.F.; Peregrino, G. S.; Scheeren, C.S.; Dias, S.L.P.; Ribeiro, E. S. *J. Braz. Chem. Soc.*, **2010**, 21, 1106.