

Determinação de Mn por Espectrometria de Absorção Atômica em Material Mesoporoso a Base de Sílica

Adriane M. Nunes (PQ)¹, Camila C. Pereira (IC)^{1*}, Tanize dos S. Acunha (IC)¹, Anderson S. Ribeiro (PQ)¹, Marcius A. Ullmann (PG)², Daniela Bianchini (PQ)²

¹Laboratório de Metrologia Química (LabMeQui) e ²Laboratório de Sólidos Inorgânicos
Universidade Federal de Pelotas (UFPEl)
*camila.cpereira@hotmail.com

Palavras Chave: MCM-48, Manganês, F AAS.

Introdução

Sólidos como os silicatos ordenados MCM-48, são cogitados como suporte para metais de transição, como o Mn, os quais possuem intrínseco potencial catalítico e conseqüentemente possuem muitas aplicabilidades no ramo industrial. No entanto, para afirmar a presença do metal nestes materiais, normalmente, são utilizadas técnicas semi-quantitativas, que confirmam apenas a presença de certos elementos na superfície do material, não auxiliando de forma adequada a caracterização destes. Sendo assim, este trabalho tem por objetivo, o desenvolvimento de uma metodologia analítica simples e segura para a quantificação de Mn total nestes materiais a base de sílica, a fim de que uma melhor caracterização possa ser feita, associando os respectivos resultados analíticos aos processos de síntese utilizados.

Resultados e Discussão

Diferentes procedimentos de preparo das amostras de material mesoporoso a base de sílica foram avaliados para a determinação de Mn por F AAS. O estudo foi feito através da digestão das respectivas amostras frente a diferentes misturas ácidas (HNO₃/H₂SO₄, HCl/HNO₃/HF, HNO₃/HF/H₂O₂) em recipientes fechados utilizando aquecimento por microondas. Neste estudo, parâmetros como o tempo de irradiação, bem como a concentração do meio ácido utilizado foram otimizados para obtenção de uma completa digestão.

A Tabela 1 apresenta os resultados analíticos para a determinação de Mn por F AAS, para as amostras de material mesoporoso estudadas. Observando os resultados apresentados, verifica-se que a quantidade de Mn nas amostras cresce na ordem ILMn/MCM-48 < IMn/MCM-48 < Mn-MCM-48, o que está diretamente relacionado aos processos de síntese utilizados na obtenção destes materiais. Através destes resultados foi possível também observar que durante a síntese, o metal de transição se liga preferencialmente a rede do material silicático.

Tabela 1. Determinação de Mn em MCM-48 por F AAS.

Amostras	Concentração (% m/m)	RSD (%)	LOD (mg/g)
ILMn/MCM-48*	0,13 ± 0,011	8,46	0,05
IMn/MCM-48**	1,02 ± 0,015	1,47	
Mn-MCM-48***	5,42 ± 0,035	0,65	

*Suporte impregnado com "Mn" com posterior lavagem

**Suporte impregnado com "Mn" sem posterior lavagem

***Suporte gerado com "Mn" com posterior lavagem

Para verificar a veracidade dos resultados, testes de adição e recuperação de analito foram feitos na presença da matriz da amostra, obtendo recuperações na faixa de 95 a 100%, o que comprova a eficiência da metodologia desenvolvida na quantificação do respectivo metal de transição nas amostras avaliadas.

Conclusões

O método proposto de preparação das amostras em meio ácido com decomposição assistida por radiação microondas, mostrou ser uma metodologia simples e reprodutível para a quantificação do total de Mn nos materiais a base de sílica analisados, requerendo pequenas quantidades de amostras e reagentes, sendo assim, um procedimento adequado para o objetivo que o trabalho se propõe, auxiliando de forma representativa na caracterização destes materiais.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPQ, a CAPES e a FAPERGS pelo apoio financeiro e bolsas concedidas, que auxiliaram na realização deste trabalho.

¹ Martins, L.; Cardoso, D., *Quím. Nova* **2006**, 29, 358.

² Lunsford, J. H., *Catalysis Today* **2000**, 63, 170.

³ Guarino, A. W. S.; Polivanov, H.; Menezes, S. M.C.; San Gil, R. A. S., *J. Braz. Chem. Soc.* **1997**, 8, 581.