

Óxido Misto $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ Disperso em Matriz de SiO_2 Preparado via Método Sol-Gel: Caracterização e Estudos Iniciais de Adsorção de Cu^{2+}

Maikow de Oliveira Ohara (IC)¹, Fernanda Midori de Oliveira (IC)¹, Emerson Schwingel Ribeiro (PQ)², Danielle Raphael do Nascimento (PG)², Sílvio Luis Pereira Dias (PQ)³, César Ricardo Teixeira Tarley (PQ)^{1*}

¹Universidade Estadual de Londrina (UEL), Departamento de Química, Centro de Ciências Exatas, Rodovia Celso Garcia Cid, PR 445 Km 380, CEP 86050-482, Londrina – PR. *tarley@uel.br. ²Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Instituto de Química, CEP 21941-909, Rio de Janeiro- RJ. ³Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Instituto de Química, CEP 91501-970, Porto Alegre – RS.

Chave: $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$, sol-gel, pré-concentração em fase sólida, cobre, FAAS.

Introdução

A quantificação de metais em níveis cada vez menores representa um dos mais importantes alvos de estudo da Química Analítica. Neste contexto, a extração em fase sólida usando sílica modificada possui vantagens em termos de simplicidade, altos fatores de pré-concentração e ausência de solventes tóxicos e agentes complexantes no método de pré-concentração. A modificação da sílica com óxidos metálicos confere maior estabilidade química à sílica, bem como o óxido metálico disperso sobre a superfície da matriz de sílica apresenta uma maior capacidade de troca iônica do que o mesmo sintetizado via método em *bulk* [1]. Alguns trabalhos têm relatado o emprego com sucesso de $\text{SiO}_2/\text{Nb}_2\text{O}_5$, $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$, $\text{SiO}_2/\text{Zr}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ e $\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2$ em propostas analíticas de pré-concentração. O presente trabalho tem por objetivo caracterizar o adsorvente $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ por meio de espectroscopia IV, MEV, área superficial e difração de raios-X, bem como avaliar seu desempenho adsorptivo frente aos íons cobre em condições dinâmicas.

Resultados e Discussão

Para a síntese da sílica, foi adicionado a um reator de 500 mL, 115 mL de tetraetilortossilicato (TEOS 98%), 115 mL de etanol e 13,0 mL de HCl 3,5 mol L⁻¹, para a pré-hidrólise do TEOS. A solução resultante foi submetida a aquecimento (70 °C) e agitação por 3 horas. Em seguida, adicionou-se 66,0 mL butóxido de titânio (IV) 97% e mais 15 mL da solução de HCl. Manteve-se a agitação e o aquecimento por mais 2 horas. Posteriormente, adicionou-se 11,0 g de isopropóxido de alumínio 98% pré-dissolvido em 5 mL de ácido trifluoroacético. Manteve-se agitação e aquecimento por mais 20 horas. A mistura resultante foi transferida para um béquer e aquecida a 70 °C até completa evaporação do solvente para formação do gel e depois aquecido por 4 h em estufa a 70 °C. O material foi cuidadosamente triturado e o solvente remanescente foi evaporado a 70 °C à vácuo por cerca de 4 h obtendo-se um gel completamente seco. Posteriormente, o material foi lavado com Etanol, HNO₃ 0,1 mol L⁻¹ e água deionizada.

Finalmente, o material foi seco à vácuo a 60 °C. O espectro de infravermelho é bastante semelhante ao da sílica pura, sugerindo que os óxidos Al_2O_3 e TiO_2 estão fortemente dispersos na superfície da sílica (Figura 1). A área superficial (BET) foi de 436,9 m² g⁻¹, bastante superior a outros adsorventes. O difratograma de raios-X revelou que $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ é um adsorvente amorfo típico. Como esperado, a morfologia do adsorvente $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ demonstrou nitidamente que as partículas não se apresentam na forma de esferas. Entretanto, esta característica não confere desvantagem num sistema de pré-concentração em baixa pressão.

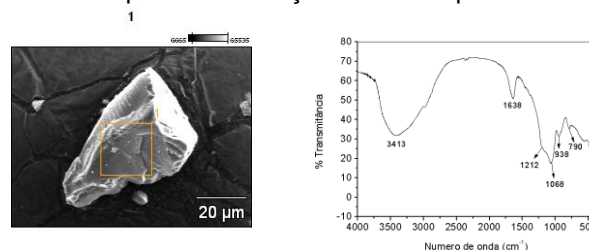


Figura 1. Microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de infravermelho.

Um estudo da capacidade de adsorção exaustiva do material sob condições dinâmicas (curva *Breakthrough*) revelou que o adsorvente retém 1,4 mg de Cu^{2+} /g de adsorvente. Este experimento foi realizado percolando, numa vazão de 5,0 mL min⁻¹, sucessivas alíquotas de 5 mL da solução de Cu^{2+} 5 mg L⁻¹ (pH 8,71 em tampão amoniacal 0,097 mol L⁻¹) através de 190 mg do adsorvente contido em uma mini-coluna, até sua completa saturação.

Conclusões

De acordo com os estudos iniciais, verifica-se que o material possui satisfatória capacidade de adsorção frente os íons Cu^{2+} em condições dinâmicas de extração. Este resultado é bastante promissor visando o desenvolvimento de um método de pré-concentração de Cu^{2+} acoplado on-line com técnicas espectroanalíticas.

Agradecimentos

CNPq, UEL, Fundação Araucária, CAPES, INCTBio.

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.