

## Síntese e caracterização de fases sólidas ( $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ e $\text{SiO}_2/\text{AAP-TMS}$ ) para especiação sequencial de Cr(III) e Cr(VI).

Giovana F. Lima (PG)<sup>1\*</sup>, Danielle R. Nascimento (PG)<sup>2</sup>, Alan R. S. Assis (IC)<sup>2</sup>, Marcos A. Bezerra (PQ)<sup>3</sup>, Emerson S. Ribeiro (PQ)<sup>2</sup>, César Ricardo Teixeira Tarley (PQ)<sup>1,4</sup>. \**gigiquimica@yahoo.com.br*

<sup>1</sup>Universidade Federal de Uberlândia, Av. João Naves de Ávila, 2121, Santa Mônica, 38400-902, Uberlândia-MG.

<sup>2</sup>Universidade Federal do Rio de Janeiro, Av. Athos da Silveira Ramos, 149, Cidade Universitária, 21941-909 - Rio de Janeiro, RJ.

<sup>3</sup>Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Rua José Moreira Sobrinho, s/n Jequiezinho, 45201-190 - Jequié, BA.

<sup>4</sup>Universidade Estadual de Londrina, Rod. Celso Garcia Cid, 445 Km 380, 86050-482, Londrina-PR.

Palavras Chave: Sílica/Alumina/Titânio, Sílica/Amino, especiação, crômio, extração em fase sólida, sol-gel.

### Introdução

O Cr (III) é um elemento essencial à saúde, desempenhando funções no metabolismo de carboidratos, proteínas e glicose. Por outro lado o Cr (VI) é extremamente tóxico, sendo considerado um agente carcinogênico em potencial [1]. Estas espécies comumente são encontradas em baixas concentrações e, portanto para serem monitoradas, requerem métodos sensíveis e seletivos. Estratégias de pré-concentração têm sido empregadas com êxito, objetivando a especiação e simultânea retenção de íon cromo em um mesmo ou diferentes adsorventes. A sílica gel é um dos materiais mais usados para adsorção, podendo sua superfície ser modificada com um ligante ou complexante. Os grupos silanóis presentes em sua superfície, permitem a adsorção física e reação química com moléculas orgânicas e inorgânicas [2]. O presente trabalho baseia-se na caracterização dos adsorventes  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  e  $\text{SiO}_2/3-(2\text{-minoetilamino})\text{propiltrimetoxissilano}$  (AAP-TMS) com posterior estudos de adsorção de Cr (III) e Cr(VI), visando a pré-concentração e especiação sequencial destes elementos.

### Resultados e Discussão

O material  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  foi sintetizado via processo sol-gel usando como agente modificador o butóxido de titânio (IV) e isopropóxido de alumínio. A síntese de  $\text{SiO}_2/\text{AAP}$  foi realizada usando sílica gel micrométrica (99,5%) e 3-(2-minoetilamino)propil trimetoxissilano como agente modificador. Analisando-se a Figura 1(b) observa-se uma similaridade entre os espectros da sílica pura e do  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ , indicando uma boa dispersão dos óxidos mistos na superfície da sílica. O difratograma de raios-X revelou a amorficidade do adsorvente  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ . Além disso, observou-se também que as partículas deste material não são esféricas. Com as análises de BET determinou-se uma área superficial de  $436,9 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ . O espectro de absorção do  $\text{SiO}_2/\text{AAP}$  apresentou bandas características de grupos amino em  $1637 \text{ cm}^{-1}$  representando a

vibração angular no plano do grupo N-H da amina primária.

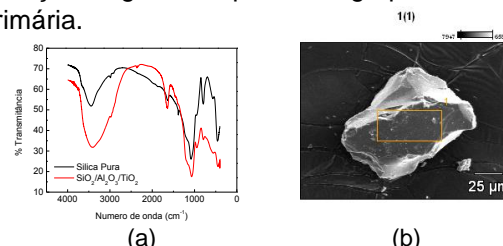


Figura 1. (a) Infravermelho do adsorvente  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ , (b) Microscopia eletrônica de varredura.

Para avaliar a retenção de Cr(III) e Cr(VI) nos adsorventes, percolou-se individualmente pelas colunas 20 mL de Cr(III) e Cr(VI)  $100 \mu\text{g L}^{-1}$  (pH1-9), os íons eluídos foram detectados por FAAS. Os resultados da Figura 2 sugerem a possibilidade de pré-concentrar/especiar Cr(III) e Cr(VI) em pH 5, respectivamente nas colunas  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  e  $\text{SiO}_2/\text{AAP}$ .

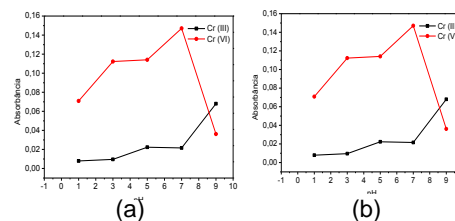


Figura 2: Efeito do pH da amostra na absorbância de Cr(III) e Cr(VI)  $100 \mu\text{g L}^{-1}$ . (a) Coluna de  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ ; (b) Coluna de  $\text{SiO}_2/\text{AAP-TMS}$ .

### Conclusões

Obteve-se uma modificação satisfatória na superfície da sílica tanto com o uso de óxidos mistos quanto com grupos aminos. Além disso, os adsorventes mostram potencial para especiação de Cr(III) e Cr(VI) usando duas colunas diferentes.

### Agradecimentos

CAPES, INCTBio, FAPEMIG, CNPq, UFU e UEL.

<sup>1</sup> Gwizala, A. B.; Johnson, S. K.; Mollah, S. e Houk, R. J. Anal. At. Spectrom. 1997, 12, 503.

<sup>2</sup> Adamson, A.W. Physical Chemistry of Surfaces, 5th Ed., Wiley, New York (1990).