

Determinação de Mn e Zn em Catalisadores Inorgânicos a Base de Sílica por FAAS após Tratamento da Amostra em Microescala

Camila C. Pereira (IC)^{1*}, Eliézer Q. Oreste (PG)¹, Adriane M. Nunes (PQ)¹, Anderson S. Ribeiro (PQ)¹, Emerson S. Ribeiro (PQ)²

¹Laboratório de Metrologia Química (LabMeQui) DQAI – CCQFA – Universidade Federal de Pelotas (UFPel)

²Instituto de Química – Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ)

*camila.cpereira@hotmail.com

Palavras Chave: Catalisadores inorgânicos a base de sílica, Manganês, Zinco, F AAS.

Introdução

Catalisadores inorgânicos a base de sílica, vêm sendo amplamente aplicados como suporte para metais de transição, tendo em vista o seu potencial catalítico, com inúmeras aplicações industriais. A vantagem na utilização desses catalisadores é que são estáveis em diferentes meios reacionais, o que possibilita sua reutilização, contribuindo com a química verde. No entanto, a determinação dos metais nestes materiais, normalmente é feita a partir do uso de técnicas semiquantitativas, com uso de grande quantidade de amostra, muitas vezes incompatível em escala de pesquisa. Para uma caracterização adequada destes materiais se faz necessário o desenvolvimento de novos métodos analíticos, que visem principalmente à etapa de preparo das amostras, já que estas matrizes são difíceis de serem decompostas e a quantidade de amostra disponível para análise é um fator limitante. Neste enfoque, o presente trabalho tem por objetivo o desenvolvimento de um novo método de preparo das amostras, que seja simples e utilize poucos miligramas da amostra. O procedimento foi avaliado para a determinação de Mn e Zn em catalisadores inorgânicos a base de sílica, dopados com estes elementos, o que possibilitará um controle de qualidade e uma caracterização adequada dos novos materiais por técnicas de espectrometria atômica.

Resultados e Discussão

O estudo foi feito através da microdigestão das amostras preparadas pelo processo sol-gel frente a uma mistura ácida (HNO₃/HF/H₂O₂) em recipientes fechados utilizando aquecimento por microondas. Na Tabela 1 e 2 são apresentadas respectivamente, os resultados analíticos para a determinação de Zn e Mn por FAAS em algumas amostras dos catalisadores.

Tabela 1. Resultados para determinação de Zn.

Amostras	Concentração (mg/g)	RSD (%)
SiO ₂ /Nb ₂ O ₅ /ZnO ^a	0,190 ± 0,003	1,7
SiO ₂ /Nb ₂ O ₅ /ZnO ^b	32,97 ± 0,40	1,2

^aSíntese A; ^bSíntese B e n = 3.

35ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Tabela 2. Determinação de Mn em catalisadores inorgânicos a base de sílica por F AAS.

Amostras	Concentração (mg/g)	RSD (%)
SiO ₂ /Mn ₂ O ₃ ^a	25,68 ± 0,47	1,8
SiO ₂ /Mn ₂ O ₃ ^b	86,24 ± 1,41	1,6
SiO ₂ /Al ₂ O ₃ /Mn ₂ O ₃ ^b	49,46 ± 0,94	1,9
SiO ₂ /Mn ₂ O ₃ /C ^c	8,85 ± 0,17	1,9
SiO ₂ /Mn ₂ O ₃ /C ^d	6,84 ± 0,09	1,3
SiO ₂ /Mn ₂ O ₃ ^e	94,12 ± 1,76	1,9

^aNitrato 20%; ^bNitrato 30%; ^cSíntese A; ^dSíntese B; ^eAcetato 30% e n = 3.

Para verificar a exatidão, foram realizados testes de adição e recuperação dos analitos na presença da matriz das amostras, obtendo-se recuperações entre 90 a 95%, comprovando a eficiência da metodologia desenvolvida para a quantificação dos respectivos metais de transição nas amostras inorgânicas avaliadas por F AAS.

Conclusões

A metodologia proposta para o preparo das amostras em meio ácido com decomposição assistida por radiação microondas em microescala, mostrou ser simples, rápida e reproduzível para a quantificação de Mn e Zn nos materiais inorgânicos a base de sílica analisados por F AAS, a qual requer pequenas quantidades de amostras e reagentes. Portanto, mostra-se um procedimento adequado para o objetivo do trabalho, podendo auxiliar de forma efetiva na caracterização destes novos materiais compatível com a escala de pesquisa.

Agradecimentos

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

¹ Cordeiro, S. C.; Silva, R. F.; Wypych, F. e Ramos, P. L.; *Quím. Nova.* **2011**, *34*, 477.

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