

## Síntese e avaliação do óxido misto $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Sb}_2\text{O}_5$ para extração de íons $\text{Mn}^{2+}$ em coluna fechada.

Daiane Caroline Nunes Alves<sup>1</sup> (IC), Bruna Teixeira da Fonseca<sup>2</sup> (PG), Emerson Schwingel Ribeiro<sup>2</sup> (PQ), César Ricardo Teixeira Tarley<sup>1,3</sup> (PQ), Mariana Gava Segatelli<sup>1\*</sup> (PQ).

<sup>1</sup>Universidade Estadual de Londrina (UEL), Departamento de Química. Rodovia Celso Garcia Cid, PR 445 Km 380, CEP 86050-482, Londrina – PR. <sup>2</sup>Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Instituto de Química. Av. Pedro Calmon, 550 – Prédio da Reitoria, 21941-909, Rio de Janeiro-RJ. <sup>3</sup>Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia (INCT) de Bioanalítica, Departamento de Química Analítica - Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Cidade Universitária Zeferino Vaz s/n, CEP 13083-970, Campinas-SP. \*[mariana@uel.br](mailto:mariana@uel.br)

Palavras Chave: Óxido misto, sol-gel, pré-concentração, manganês.

### Introdução

Óxidos mistos baseados no sistema  $\text{SiO}_2/\text{M}_x\text{O}_y/\text{M}_z\text{O}_w$  (onde M = metal) são materiais que possuem elevada área superficial e estabilidade mecânica, sítios ácidos/básicos de Lewis e Bronsted-Lowry e baixa capacidade de intumescimento em solventes orgânicos.<sup>1</sup> Normalmente são sintetizados pelo processo sol-gel, que possibilita a obtenção de materiais estruturalmente mais homogêneos. Apesar destas características, óxidos mistos não têm sido muito explorados em estudos de pré-concentração de íons metálicos. Neste sentido, o objetivo deste trabalho consistiu na síntese do óxido misto  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Sb}_2\text{O}_5$  pelo processo sol-gel, caracterização e utilização como adsorvente de íons  $\text{Mn}^{2+}$  em sistema de pré-concentração on-line empregando-se espectrometria de absorção atômica em chama (FAAS) para quantificação. O óxido foi caracterizado por espectroscopia infravermelho (IV), fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDFRX) e análise de área superficial, volume e diâmetro médio de poros.

### Resultados e Discussão

A síntese do  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Sb}_2\text{O}_5$  envolveu a pré-hidrólise de 115,0 mL de tetraetilortosilicato (TEOS) utilizando 115,0 mL de etanol P.A. e 13,0 mL de solução HCl 3,5 mol L<sup>-1</sup>. A solução resultante foi submetida à agitação (3 h a 70 °C), seguida pela adição, gota a gota, de 12,0 mL de pentacloreto de antimônio(V) pré-dissolvido em 50 mL de etanol, 10,25 g de isopropóxido de alumínio pré-dissolvido em 10 mL de ácido trifluoroacético e 15 mL de solução HCl 3,5 mol L<sup>-1</sup>. A mistura ficou sob agitação a 70 °C até o início da formação do gel, sendo transferida para um béquer e aquecida a 80 °C para a completa evaporação do solvente. O gel resultante foi aquecido a 80 °C por 4 h, triturado e o solvente remanescente evaporado a 80 °C por 4 h. O material foi submetido a várias etapas de lavagens empregando extrator soxhlet com etanol, ácido nítrico, etanol, água deionizada e novamente etanol. Finalmente, o sólido foi seco a 80 °C por 2 h. O espectro IV do óxido revelou absorções em 3428

e 1640 cm<sup>-1</sup> correspondentes aos respectivos modos  $\nu\text{O-H}$  e  $\delta\text{O-H}$ . A região 1074-1160 cm<sup>-1</sup> refere-se ao  $\nu\text{Si-O}$  da matriz de sílica. O ombro em ~956 cm<sup>-1</sup> provavelmente relaciona-se ao  $\nu\text{Si-OH}$  ou à ligação Si-O-Sb e as bandas em 792 e 452 cm<sup>-1</sup>, aos modos  $\nu\text{Si-O-Si}$  e  $\delta\text{Si-O-Si}$ . O óxido possui área superficial, volume e diâmetro médio de poros de 339 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>, 0,19 cm<sup>3</sup> g<sup>-1</sup> e 1,1 nm, respectivamente e composição percentual em massa de 59,89% de  $\text{SiO}_2$ , 9,90% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 30,21% de  $\text{Sb}_2\text{O}_5$ . A melhor condição experimental foi obtida a partir da pré-concentração on-line de 12 mL de solução de  $\text{Mn}^{2+}$  em coluna contendo 100 mg do óxido. Os fatores investigados na Matriz de Doehlert foram: pH (3,5-7,5), concentração do tampão Tris-HCl (CT: 0,005-0,065 mol L<sup>-1</sup>) e vazão de pré-concentração (VP: 2-6 mL min<sup>-1</sup>). Como o modelo quadrático não apresentou falta de ajuste (ANOVA: Análise de Variância), foram construídas superfícies de resposta (Figura 1), resultando nos seguintes valores ótimos: pH 5,55, CT de 0,034 mol L<sup>-1</sup> e VP de 4,16 mL min<sup>-1</sup>.

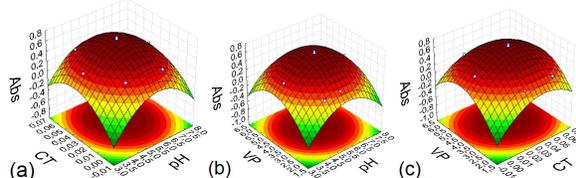


Figura 1- Superfícies de resposta para CT x pH (a), VP x pH (b) e VP x CT (c).

### Conclusões

O óxido misto  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Sb}_2\text{O}_5$  foi sintetizado pelo processo sol-gel e caracterizado estruturalmente e texturalmente. O material se apresentou adequado para a pré-concentração de  $\text{Mn}^{2+}$ , em meio aquoso, com detectabilidade suficientemente baixa.

### Agradecimentos

CNPq, CAPES, INCTBio, Fund.Araucária, UEL.

<sup>1</sup>Diniz, K.M., Gorla, F.A., Ribeiro, E.S., Nascimento, M.B.O., Correa, R.J., Tarley, C.R.T., Segatelli, M.G. *Chem. Eng. J.* **2014**, 239, 233.