

## TRATAMENTO EM MICRO ESCALA DE AMOSTRAS DE CATALISADORES INORGÂNICOS A BASE DE SÍLICA E DETERMINAÇÃO DE Mn E Zn POR FAAS

**CAMILA CORRÊA PEREIRA<sup>1</sup>; ELIÉZER QUADRO ORESTE<sup>1</sup>; ALEXANDER OSSANES DE SOUZA<sup>1</sup>; ADRIANE MEDEIROS NUNES<sup>1</sup>; ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO<sup>2</sup>; EMERSON SCHWINGEL RIBEIRO<sup>3</sup>**

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas- [camila.cpereira@hotmail.com](mailto:camila.cpereira@hotmail.com)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas- [andersonsch@hotmail.com](mailto:andersonsch@hotmail.com)

<sup>3</sup>Universidade Federal do Rio de Janeiro

### 1. INTRODUÇÃO

Com a crescente preocupação com o meio ambiente, as indústrias químicas vêm passando por uma constante pressão através da sociedade civil e das autoridades governamentais para que desenvolvam novas tecnologias, novos materiais, reações e catalisadores mais eficientes, que não agridam o meio ambiente. Uma promissora área é a produção de catalisadores a base de sílica, os quais se mostram como uma alternativa a esses problemas, uma vez que possuem um grande potencial catalítico, podendo assim ser usado industrialmente (PRADO, 2003 e MAGALHÃES, 2006). Esses materiais podem ser aplicados aos catalisadores, como também, na degradação de compostos orgânicos em meio aquoso, sendo esta, uma alternativa para a descontaminação de efluentes em indústrias, como por exemplo, em compostos fenólicos (BRITTO, 2008).

A vantagem na utilização desses catalisadores é que são estáveis em diferentes meios reacionais e atuam de forma heterogênea, assim possibilitando sua reutilização, seguindo uns dos princípios da química verde (PRADO, 2003 e PINHEIRO, 1998).

No entanto, a determinação de metais nestes materiais, normalmente é feita a partir do uso de técnicas semiquantitativas, como fusão utilizando forno mufla, fluorescência de Raios-x, espectroscopia de dispersão de energia de Raios-x (EDS), entre outras técnicas, nas quais utilizam uma grande quantidade de amostra, incompatíveis para a escala de pesquisa, e na maioria das determinações não quantificam os elementos de interesse em sua totalidade. (ULLMANN, 2010, AMORIM, 2009 e RABE, 2003) Com isso, torna-se difícil a caracterização destes materiais e se faz necessário o desenvolvimento de métodos em microescala, que visem principalmente à etapa de preparo das amostras, já que a quantidade de amostra disponível para análise é um fator limitante.

O presente trabalho tem por objetivo o desenvolvimento de uma metodologia de preparo das amostras, que seja simples e que utilize pouca quantidade amostra (na ordem de miligramas), além de fazer uso de uma quantidade reduzida de reagentes, o que está diretamente relacionado com a quantidade de resíduos gerados, contribuindo de forma efetiva para a química verde. Para tais amostras, foram determinadas as concentrações totais de Mn e Zn utilizando a técnica de espectrometria atômica em chama (FAAS).

## 2. MATERIAL E MÉTODOS

### 2.1 Instrumentação

As determinações de Mn e Zn foram realizadas utilizando a técnica de espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS) em um espectrômetro da marca Shimadzu.

### 2.2 Preparo da Amostra

As amostras de catalisadores inorgânicos a base de sílica foram sintetizadas e fornecidas através de uma parceria com o grupo de pesquisa do IQ da Universidade Federal do Rio de Janeiro, assim foram preparadas diretamente em frascos volumétricos de 2,0 mL, pesando-se aproximadamente 10,0 mg da amostra e, posteriormente, adicionando 50,0 µL de HF, 50,0 µL HNO<sub>3</sub> e 25,0 µL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Subsequentemente, essas amostras foram submetidas a um programa de aquecimento de cinco estágios em um forno de microondas, onde, para cada um desses estágios, foi aplicado aproximadamente 700 W de potência durante 120 segundos. Entre cada etapa o sistema foi aberto para o alívio de pressão. Após a mineralização das amostras, a solução resultante foi então avolumada a 2,0 mL com água deionizada.

Para o processo de leitura instrumental, curvas de calibração no mesmo meio de preparo das amostras foram contruídas, a fim de igualar ao máximo as soluções. Com relação as amostras, quando se fez necessário, essas foram diluídas.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

O estudo foi feito através da microdigestão das amostras preparadas pelo processo sol-gel frente a uma mistura ácida (HF/HNO<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) em recipientes fechados utilizando aquecimento por microondas. A metodologia proposta apresentou sensibilidades das curvas de calibração de 0,14 e 0,18 L mg<sup>-1</sup>, para Mn e Zn respectivamente. Ambas as curvas de calibração apresentaram coeficientes de correlação linear superiores a 0,99 e limite de detecção (LD) de 0,49 e 0,028 mg L<sup>-1</sup> para Mn e Zn.

Os resultados analíticos para as concentrações de Zn em algumas amostras dos catalisadores preparadas a partir do método proposto estão apresentadas na Tabela 1.

**Tabela 1.** Determinação de Zn em catalisadores inorgânicos a base de sílica por FAAS. (n=3)

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

<sup>a</sup>Síntese A; <sup>b</sup>Síntese B.

O mesmo procedimento de preparo da amostra foi utilizado para determinação de Mn nos catalisadores inorgânicos a base de sílica, pelos quais foram obtidos os resultados que se encontram listados na Tabela 2.

**Tabela 2.** Determinação de Mn em catalisadores inorgânicos a base de sílica por FAAS. (n=3)

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

<sup>a</sup>Nitrato 20%; <sup>b</sup>Nitrato 30%; <sup>c</sup>Síntese A; <sup>d</sup>Síntese B; <sup>e</sup>Acetato 30%.

Como não há material de referência certificado para as amostras inorgânicas e para verificar a exatidão dos resultados, 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.

#### 4. CONCLUSÕES

A metodologia desenvolvida para o preparo de amostras inorgânicas a base de sílica em microescala, utilizando meio ácido com decomposição assistida por microondas mostrou ser eficiente, simples, rápida e reprodutível para a quantificação dos elementos Mn e Zn nos materiais inorgânicos a base de sílica analisados por FAAS. Isso proporciona a utilização de tal metodologia para adeterminação de outros elementos que possam ser inseridos nesse suporte.

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 e no controle de qualidade. Ampliando os estudos, essa metodologia também pode ser empregada para quantificação de metais tóxicos adsorvidos por zeólitas em águas residuárias ou contaminada, permitindo assim o controle ambiental.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AMORIM, S. A. C.. **Desenvolvimento de Nanocompósitos para Embalagens para Aplicações Médicas**. 2009. Tese (Mestrado em Química Medicinal) – Curso de Pós Graduação em Química Medicinal, Universidade do Minho.
- BRITTO, J. M.; RANGEL, M. C.. Processos Avançados de Oxidação de Compostos Fenólicos em Efluentes Industriais. **Química Nova**, 31, 1. 114-122, 2008.

PRADO, A. G. S.. Química Verde, os Desafios da Química do Novo Milênio. **Química Nova**, 26, 5. 738-744, 2003.

MAGALHÃES, J. B. T.. **Síntese de Peneiras Moleculares MCM-41 Ativas em Catálise Básica para a Produção de Chalconas**. 2006. Tese (Magister Scientiae em Engenharia Química) – Curso de Pós Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro.

RABE, C.; FONTOURA, S. A. B. Caracterização Integrada de um Folhelho da Colômbia. In: **2º CONGRESSO BRASILEIRO DE P&D EM PETRÓLEO & GÁS**, Rio de Janeiro, 2003.

ULLMANN, M. A.. **Propriedades Termocatalíticas de Mn Suportado em Silicatos Mesoporos e suas Possíveis Aplicações Tecnológicas**. 2010. Monografia. Curso de Química Bacharelado, Universidade Federal de Pelotas.

PINHEIRO, A. A.S; JÚLIO, C. A.. **Boletim Técnico PETROBRAS**, Rio de Janeiro, 41. 160-168, 1998.