

## Pré-concentração on-line de $Sb^{3+}$ usando óxido misto $SiO_2/Al_2O_3/SnO_2$ acoplado a HG AAS.

Guilherme Orlandin Ferreira (PIBITI/PROITI/UJEL)<sup>1</sup>, Leandro Luan G. de Oliveira (PG)<sup>1</sup>, César Ricardo Teixeira Tarley (Orientador)<sup>1,2</sup>, ctarleyquim@yahoo.com.br.

<sup>1</sup>Universidade Estadual de Londrina, Departamento de Química, CCE, <sup>1,2</sup>Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia (INCT) de Bioanalítica, Instituto de Química, UNICAMP

### Ciências Exatas e da Terra/Química

Palavras Chave: Antimônio, óxido misto, HG-FAAS.

#### Introdução

Antimônio é um elemento tóxico e sua toxidez depende do seu estado de oxidação. Por essa razão, Agências internacionais tem estabelecido uma concentração máxima de  $10 \mu g L^{-1}$  em águas superficiais. Devido a sua baixa detectabilidade, a Espectrometria de Absorção Atômica com Geração de Hidretos (HG AAS) é uma das técnicas mais adequadas para a determinação de  $Sb^{3+}$ , enquanto  $Sb^{5+}$  é parcialmente reduzido. A utilização dessas técnicas aliadas aos protocolos de extração em fase sólida (SPE) é caracterizada pelos altos fatores de enriquecimento, frequência analítica e de fácil regeneração da fase extratora. Tais características dependem da escolha do material e da interação superfície/analito.

#### Problema

Apesar de adequada para a quantificação de antimônio, a redução seletiva de  $Sb^{3+}$  por HG AAS pode ser influenciada pelo excesso de  $Sb^{5+}$ , que sob meio fortemente ácido ou redutor reduz a taxa de velocidade de formação da estibina ( $SbH_3$ ) interferindo na determinação de  $Sb^{3+}$ .

#### Solução e Benefícios

Procedimentos analíticos têm sido desenvolvidos nos últimos anos para resolver o problema causado pela especiação química do Sb. Nesse sentido, o trabalho tem como objetivo o desenvolvimento de um novo método baseado na extração em fase sólida utilizando o óxido ternário de  $SiO_2/Al_2O_3/SnO_2$  acoplado a HGAAS para a extração/pré-concentração seletiva e determinação online de  $Sb^{3+}$ . A capacidade de reter seletivamente o  $Sb^{3+}$  não afeta, portanto, a taxa de velocidade de formação da estibina ( $SbH_3$ ).

#### Potencial de Mercado e Diferencial Competitivo

Adsorventes a base de sílica ( $SiO_2$ ) tem baixa adsorção de metais e pouca estabilidade em meio ácido ou básico. A inserção de óxido mistos de  $Al_2O_3$  e  $SnO_2$  na matriz de sílica gel é uma tática com potencial para obter materiais com alta área de superfície, alta resistência a ácido e bases, alta reutilização, sensibilidade, seletividade e uma interessante estratégia para a pré-concentração de  $Sb^{3+}$  devido a formação de sítios com características de ácido de Lewis e/ou Bronsted. A retenção de antimônio pelo  $SiO_2/Al_2O_3/SnO_2$  foi avaliada em uma ampla faixa de pH (3,5-9,0). O óxido ternário mostrou capacidade de reter  $Sb^{3+}$  em meio ácido (pH 3.5), enquanto  $Sb^{5+}$  não foi retido durante toda faixa avaliada. Para a aplicação do método

online, a otimização foi realizada por meio de um planejamento fatorial  $2^4$  com ponto central em triplicata. As melhores condições obtidas para o sistema foram: 8.2 e 3.5  $mL min^{-1}$  para a vazão de pré-concentração e eluição, respectivamente. Concentração de HCl (eluente) 2.5 mol L<sup>-1</sup> e massa de 50.0 mg do óxido ternário foram fixadas como melhor nível. O  $NaBH_4$  3.0%, (m/v) em NaOH 0.5% (m/v) foi mantido a uma vazão de 0,8  $mL min^{-1}$ . Para a determinação de Sb total, o  $Sb^{5+}$  foi previamente reduzido a  $Sb^{3+}$  na presença de L-cisteína 0,1% (m/v) e a concentração de  $Sb^{5+}$  foi calculada pela diferença entre Sb total e  $Sb^{3+}$ .

#### Considerações Finais

O estudo de pré-concentração de antimônio usando o óxido ternário de  $SiO_2/Al_2O_3/SnO_2$  foi desenvolvido e mostrou precisão, exatidão e sensibilidade adequada para a determinação de  $Sb^{3+}$ . O método mostrou linearidade na faixa de 0,50–15,0  $\mu g L^{-1}$  ( $r = 0.999$ ), com limite de detecção e quantificação de 0,17 e 0,50  $\mu g L^{-1}$ , respectivamente. O fator de pré-concentração obtido pela razão entre a curva analítica obtida com e sem pré-concentração foi de 136 vezes. Outras características incluem, índice de consumo de 0,147 mL, com uma frequência analítica de 24 análises por hora. A precisão inter-dia foi estimada em dois níveis de concentração 4.58% (2.5  $\mu g L^{-1}$ ) e 1.72% (10.0  $\mu g L^{-1}$ ), enquanto que para a intra-dia foi de 3.39% (2.5  $\mu g L^{-1}$ ) e 1.65% (10.0  $\mu g L^{-1}$ ). Finalmente, o método proposto foi aplicado com sucesso para a pré-concentração e especiação de  $Sb^{3+}$  and  $Sb^{5+}$  em água mineral.

#### Estágio de Desenvolvimento da Tecnologia

( x ) Laboratório ( ) Mercado  
( ) Scale-up (mudança de escala) ( ) Protótipo

#### Agradecimentos

INCT Bioanalítica, CNPQ, CAPES, UEL

#### Contato Institucional

Rodovia Celso Garcia Cid - Pr 445 Km 380 - Cx. Postal 10.011 - Campus Universitário, Londrina - PR, 86057-970  
Universidade Estadual de Londrina

<http://www.uel.br/>  
(44)3371-4000