

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)¹, Leandro Luan G. de Oliveira (PG)¹, César Ricardo Teixeira Tarley (Orientador)^{1,2}, ctarleyquim@yahoo.com.br.

¹Universidade Estadual de Londrina, Departamento de Química, CCE, ^{1,2}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 toxicidade 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⁻¹ 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

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