

OTIMIZAÇÃO DO pH PARA DETERMINAÇÃO DO TEOR DE FERRO IMPREGNADO EM SBA-15 POR DIFERENTES MÉTODOS DE QUANTIFICAÇÃO DE FERRO II E III

WANDERSON RORIZ¹; GABRIEL COUTO²; CELIA ROSA³; DANIELA BIANCHINI⁴

¹Universidade Federal de Pelotas - (UFPEL) – wanderson.silvaroriz@gmail.com

² Universidade Federal de Pelotas (UFPEL) – gabrieltcouto08@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas (UFPEL) – celia.centeno@yahoo.com.br

⁴Universidade Federal de Pelotas (UFPEL) – Danielabianchini.ufpel@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

A sílica SBA-15 é um material altamente especializado e amplamente estudado na área de nanotecnologia e nanomateriais. Trata-se de uma forma altamente porosa de sílica mesoporosa (BENVENUTTI et al., 2009). A SBA-15 possui uma estrutura altamente organizada, consistindo em uma rede tridimensional de poros cilíndricos uniformes com um diâmetro típico na faixa de 5 a 30 nanômetros. Esses poros são dispostos em uma matriz hexagonal regular, conferindo uma alta área superficial (ZHAO et al., 1998).

A sílica SBA-15 é sintetizada pelo método sol-gel, o que permite um controle preciso do tamanho, forma e distribuição dos poros e a torna um material versátil para o armazenamento e liberação controlada de substâncias químicas. A superfície interna é altamente modificável, permitindo a funcionalização com várias moléculas e grupos químicos, o que a torna adequada para as mais diversas aplicações (VERMA et al., 2020).

A modificação da sílica SBA-15 usando ferro é uma estratégia interessante que tem várias aplicações, principalmente em catálise e remediação ambiental. A sílica SBA-15 impregnada com ferro, pode ser utilizada como um adsorvente eficaz para remover poluentes inorgânicos e orgânicos de águas residuais e solos. A presença de ferro neste material pode melhorar a capacidade de adsorção dos mais diversos contaminantes (Hassanzadeh-Afruzi., 2022).

A introdução de ferro na superfície da sílica SBA-15 pode ser realizada de várias maneiras, incluindo impregnação, adsorção, síntese *in situ*, ou mesmo incorporação direta de íons de ferro durante a síntese da SBA-15 (Hassanzadeh-Afruzi., 2022).

É importante salientar que a eficácia da sílica SBA-15 modificada com ferro na remediação ambiental depende de vários fatores, incluindo a concentração de ferro na superfície da SBA-15, o tipo de contaminantes presentes e o pH da água. Portanto, projetar sistemas de tratamento personalizados e otimizados é essencial para maximizar o sucesso na remediação de ambientes contaminados. Essa tecnologia representa uma abordagem eficaz e sustentável para a restauração de ecossistemas afetados pela poluição industrial e química (Nozaki et al., 2002).

Sendo assim, este estudo visa definir qual a melhor faixa de pH, para que se consiga obter os melhores resultados na sílica SBA-15 modificada com ferro II e III. Assim como avaliar o melhor método para a quantificação de ferro neste material.

2. METODOLOGIA

A proposta geral se dá em introduzir íons de ferro II e III na estrutura da SBA-15 e, em seguida, quantificar o ferro incorporado. Sendo assim, partindo de umas das possibilidades de modificar a SBA-15 com ferro, foi adotada a impregnação como método de modificação, o que envolve a imersão da SBA-15 na solução do precursor de ferro. A solução resultante contendo o ferro dissolvido pode ser analisada usando técnicas analíticas, como espectrofotometria UV-Vis.

O íon Fe(II) pode ser determinado usando o reagente de complexação 1,10-fenantrolina ($C_{12}H_8N_3$). Esta reação forma um complexo colorido que pode ser detectado e quantificado por espectrofotometria (SCHILT et al., 2013). Já o íon Fe(III) pode ser determinado espectrofotometricamente com um reagente bastante seletivo, o tiocianato de amônio (NH_4SCN), formando o complexo vermelho sangue $[Fe(SCN)_3]^{3-}$, que possui uma cor intensa.

Para estas análises foram preparadas soluções estoques de Fe II e III, de 50,0 mg L⁻¹. Em seguida foi, preparado, através de diluição, soluções com as seguintes concentrações finais de Fe II e III: 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 mg/L⁻¹ em balões volumétricos de 10 mL com distintos pH.

Sendo assim o estudo do pH é importante pois desempenha um papel fundamental na determinação precisa das concentrações de ferro em soluções aquosas. O pH afeta diretamente a solubilidade do ferro em solução, o que por sua vez influencia a capacidade de detecção e a precisão das análises.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Inicialmente foi realizado uma varredura nas diferentes concentrações utilizando as duas metodologias para obtermos o máximo de absorção, que é fundamental para obter leituras precisas e sensíveis. Sendo assim, os picos de absorção mais significativos do complexo ferro-fenantrolina ocorrem em torno de 510-520 nm, como mostrado na Figura 1.

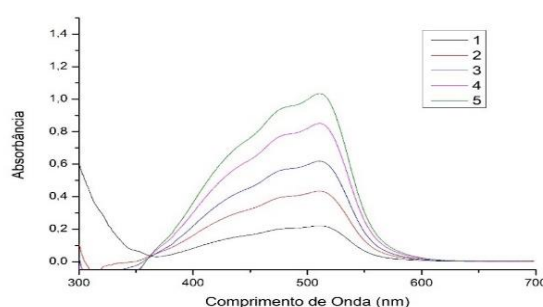


Figura 1. Espectros de UV-Vis do complexo Ferro (II)-Fenantrolina.

O complexo de ferro(III)-tiocianato $[Fe(SCN)_6]^{3-}$ absorve luz visível na faixa de comprimento de onda entre 450 e 485 nm. (DE BERG et al., 2016). Também apresenta um pico na região do ultravioleta em 260-280 nm, como podemos observar na Figura 2.

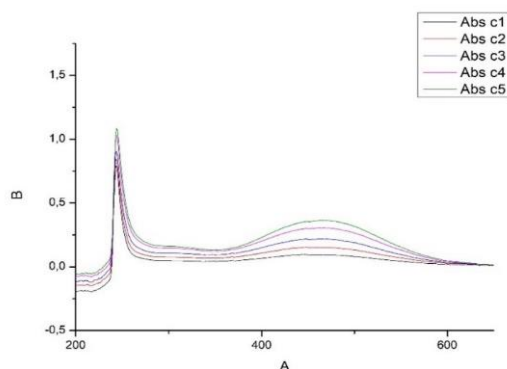


Figura 2. Espectros de UV-Vis do complexo Ferro (III)-Fenantrolina

Levando em consideração o pH, temos que o comportamento é um tanto similar para ambos os complexos, onde em pH mais ácido ocorre a degradação dos ligantes, fazendo com que eles fiquem em sua forma iônica, impossibilitando que o reagente consiga complexar o ferro. Já em pH mais básicos ocorre a precipitação do ferro na forma de hidróxido, inviabilizando que o reagente possa formar o complexo. Ao analisar os dados temos que a faixa de pH ideal para formação do complexo Fe(III) – tiocianato se dá na faixa de 3-5, como podemos observar na Figura 3.

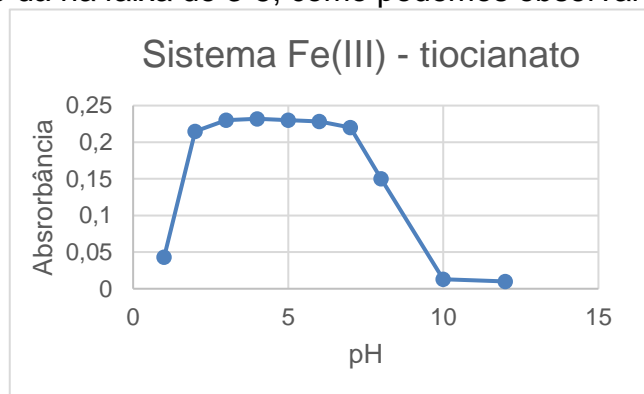


Figura 3. Fe(III) – tiocianato e sua relação com o pH.

Contudo para a formação do complexo Fe(II) – 1,10-fenantrolina temos que o pH entre 4-5 é o ideal, por isso é de fundamental importância o uso de um agente tamponante para este complexo, como pode ser observado na Figura 4.

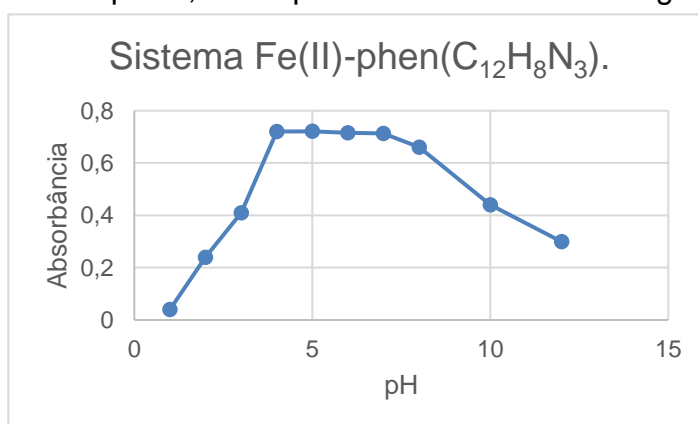


Figura 4. Fe (II) – 1,10-fenantrolina e sua relação com o pH.

Após a otimização e definição de qual a melhor faixa de pH, já é possível obter uma curva de calibração com uma maior confiabilidade e precisão para quantificação de ferro.

4. CONCLUSÕES

Em conclusão, a capacidade de controlar e quantificar a presença de ferro na sílica permite otimizar o desempenho desses materiais de acordo com as necessidades específicas de cada aplicação. O método UV-Vis juntamente com o ajuste do pH é uma ferramenta poderosa para quantificar com precisão o teor de ferro na sílica modificada, fornecendo informações cruciais para o desenvolvimento de materiais sob medida.

Portanto levando em consideração a proposta a ser seguida e aonde será aplicada, deve-se fazer uma ponderação de qual metodologia será utilizada, ressaltando que para este trabalho o método utilizado para determinação de ferro III se mostrou mais eficiente, pois o ferro é facilmente oxidado a ferro III, portanto se faz necessário o uso de mais reagentes para realização da análise e estabilidade do complexo com a fenantrolina.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BENVENUTTI, E. V.; MORO, C. C.; COSTA, T. M. H.; GALLAS, M. R. Materiais Híbridos à Base de Sílica Obtidos pelo Método Sol- gel. **Química Nova**, v. 32, n. 7, p. 1926–1933, 2009.
- DE BERG, K.; MAEDER, M.; CLIFFORD, S. A new approach to the equilibrium study of iron (III) thiocyanates which accounts for the kinetic instability of the complexes particularly observable under high thiocyanate concentrations. **Inorganica Chimica Acta**, v. 445, p. 155-159, 2016.
- Hassanzadeh-Afrouzi, F., Esmailzadeh, F., Asgharnasl, S., Ganjali, F., Taheri-Ledari, R., & Maleki, A. Efficient removal of Pb (II)/Cu (II) from aqueous samples by a guanidine-functionalized SBA-15/Fe₃O₄. **Separation and Purification Technology**, v. 291, p. 120956, 2022.
- Nozaki, C., Lugmair, C. G., Bell, A. T., & Tilley, T. D. Synthesis, characterization, and catalytic performance of single-site iron (III) centers on the surface of SBA-15 silica. **Journal of the American Chemical Society**, v. 124, n. 44, p. 13194-13203, 2002.
- SCHILT, A.A. Analytical applications of 1,10-phenanthroline and related compounds: international series of monographs in analytical chemistry. **Elsevier**, 2013.
- VERMA, P., Kuwahara, Y., Mori, K., Raja, R., & Yamashita, H. Functionalized mesoporous SBA-15 silica: recent trends and catalytic applications. **Nanoscale**, v. 12, n. 21, p. 11333-11363, 2020.
- ZHAO, D.; HUO, Q.; FENG, J.; CHMELKA, B. F.; STUCKY, G. D. Tri-, Tetra-, and Octablock Copolymer and Nonionic Surfactant Syntheses of Highly Ordered, Hydrothermally Stable, Mesoporous Silica Structures. **Journal American. J. Am. Chem. Soc.**, 1998.