

Uso da Espectroscopia de Emissão no Infravermelho Próximo na Caracterização de Materiais Empregados em Cromatografia Líquida

Fabiano B. Gonzaga (PG)¹, Celio Pasquini* (PQ)¹, Isabel C. S. F. Jardim²
pasquini@iqm.unicamp.br

Instituto de Química – Universidade Estadual de Campinas

¹Grupo de Instrumentação e Automação em Química Analítica, ²Laboratório de Pesquisas em Cromatografia Líquida

Palavras Chave: espectroscopia de emissão, infravermelho próximo, cromatografia líquida.

Introdução

Apesar da grande utilização da espectroscopia de emissão no infravermelho médio e da ampla aplicação analítica da espectroscopia de absorção no infravermelho próximo (NIR), há poucos trabalhos na literatura envolvendo a espectroscopia de emissão no NIR (NIREs) e sua exploração para fins analíticos e nenhum envolvendo sua aplicação na caracterização de materiais sólidos.

O presente trabalho demonstra a aplicação da espectroscopia de emissão no NIR no estudo da área superficial de sílicas nuas e na avaliação da estabilidade térmica de fases estacionárias.

Resultados e Discussão

O espectrômetro de emissão utilizado nesse trabalho foi desenvolvido em laboratório e é baseado num filtro óptico-acústico sintonizável (AOTF) operando na região entre 1500 e 3000 nm [1]. Todos os espectros foram obtidos com resolução de 5 nm e utilizando alíquotas de 2,0 mg das amostras.

Para o estudo da área superficial de sílicas nuas, foram utilizadas seis amostras com valores de área superficial específica entre 87 e 653 m²/g. Os espectros de emissão foram obtidos a 180 °C na região entre 2050 e 2400 nm. Para comparação, os espectros de absorção de quatro amostras, após secagem em estufa, foram obtidos via reflectância difusa num instrumento comercial. Os espectros são mostrados na Figura 1.

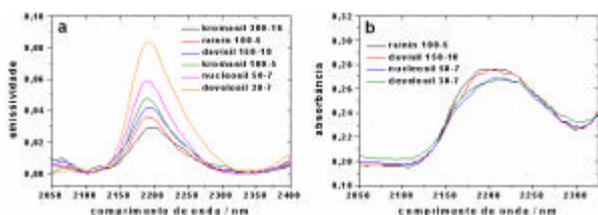


Figura 1. Espectros de (a) emissão e (b) absorção das amostras de sílica nua.

Obteve-se uma relação linear entre a intensidade da banda de emissão a 2200 nm, relacionada a grupos OH, e a área superficial específica das amostras, o que não foi observado para a banda de absorção. Para a avaliação da estabilidade térmica de fases estacionárias, foram utilizadas duas amostras

Lichrosorb contendo diferentes materiais de cobertura: octilsilano e octadecilsilano. Foram obtidos espectros de emissão a 220 e 250 °C na região entre 2100 e 2600 nm e observou-se o decréscimo de intensidade da banda a 2290 nm para ambas as amostras decorrente de suas degradações. Assim, as estabilidades térmicas relativas das amostras foram avaliadas através da monitoração da intensidade de emissão a 2290 nm ao longo do tempo de aquecimento a 220 e 250 °C. Os espectros da amostra contendo octilsilano e variação das intensidades a 2290 nm ao longo do tempo de aquecimento são mostradas na Figura 2.

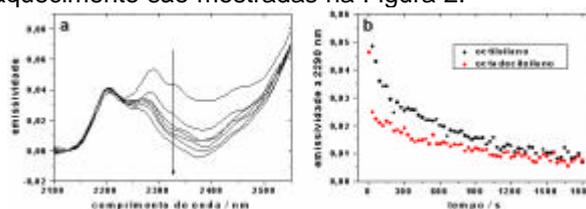


Figura 2. (a) Espectros de emissão da amostra contendo octilsilano e (b) variação da emissividade a 2290 nm em função do tempo (250 °C).

Observou-se que a amostra contendo octilsilano apresentou uma maior estabilidade térmica, o que também foi comprovado através da análise termogravimétrica das amostras.

Conclusões

Foi demonstrado o uso da NIREs no estudo da área superficial e da estabilidade térmica de materiais empregados em cromatografia líquida. Tais parâmetros são importantes no desenvolvimento e avaliação de fases estacionárias.

Frente a outras técnicas comumente utilizadas na caracterização desses materiais, a NIREs reúne numa única técnica as características de baixo custo instrumental, baixo consumo e ausência de pré-tratamento de amostra, e alta velocidade analítica.

Agradecimentos

FBG agradece à UNICAMP – Programa Piloto de Bolsas para Instrutores Graduados.

¹ Gonzaga, F. B.; Pasquini, C. *Anal. Chem.* **2005**, *77*, 1046.