

Desenvolvimento de método alternativo para determinar o volume de poro de sílica para CLAE utilizando espectroscopia NIR.

Flávia Panontin* (PG), Ivo M. Raimundo Jr. (PQ), Camila R. M. Vigna (PG), Carol H. Collins (PQ), Kenneth E. Collins (PQ)

Instituto de Química – UNICAMP, CP 6154, CEP 13084-971, Campinas – SP. E-mail: flaviap@iqm.unicamp.br

Palavras Chave: NIR, sílica, volume de poro.

Introdução

Na caracterização das fases estacionárias utilizadas em cromatografia líquida de alta eficiência, um parâmetro importante a ser avaliado é o volume de poro da sílica empregada no desenvolvimento de fases estacionárias reversas. Usualmente este parâmetro é determinado com o método BJH, que necessita de dados experimentais referentes à isotermas de adsorção, obtidos com equipamentos de alto custo e procedimentos lentos.

Neste trabalho é descrito um procedimento simples e rápido para a determinação de volume de poros de sílicas, no qual o volume de poli(metiloctilsiloxano) (PMOS) necessário para o preenchimento destes poros é determinado por meio de medidas empregando-se espectroscopia no infravermelho próximo (NIR).

Parte Experimental

Inicialmente, amostras com diferentes massas específicas (g PMOS / g sílica) foram preparadas, pela adição de 100 mg de sílica em soluções de PMOS em diclorometano com diferentes concentrações. As suspensões resultantes foram agitadas por 3 horas e, após a evaporação do solvente à temperatura ambiente (6 dias), as amostras foram submetidas a análise no NIR. Foram registrados espectros de reflectância difusa (média de 128 varreduras) na região de 1100 a 2300 nm, empregando-se um espectrofotômetro Brimrose, Luminar 2000, provido do acessório *free space* 2030. Os espectros obtidos foram submetidos à primeira derivada e as intensidades em 1688 nm (primeiro sobretom de ligações C-H) foram empregadas para a construção de uma curva em função da carga inicial (massa PMOS / massa PMOS+sílica) da amostra, a partir da qual pode ser obtido o volume de poro da sílica.

Resultados e Discussão

Foram utilizadas as sílicas comerciais Kromasil, Polygosil e Davisil, com tamanhos de partículas iguais a 6, 7 e 150-200 μm , respectivamente. Sete amostras com diferentes massas específicas foram preparadas para cada uma dessas sílicas. A Figura 1

mostra a curva obtida para a sílica Kromasil, a qual apresenta dois ramos lineares. O primeiro ramo (praticamente paralelo à abscissa) indica que o PMOS está imobilizado no interior dos poros da sílica, resultado que concorda com experimentos preliminares realizados com este polímero e capilares de vidro. No segundo ramo, nota-se um aumento crescente dos valores de 1ª derivada, indicando um aumento da quantidade de PMOS na superfície externa da sílica. A intersecção destas duas retas fornece o valor da massa específica equivalente ao

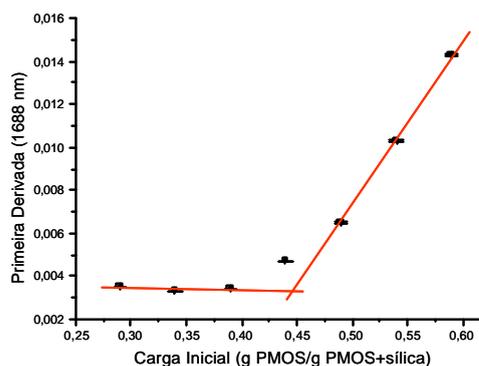


Figura 1: Curva de preenchimento de poros da sílica Kromasil com PMOS.

Os valores de massa específica (e volume de poro, calculado empregando-se a densidade do polímero) foram concordantes com os obtidos pelo método BJH, apresentando desvios menores 5,0 %. A precisão do método foi avaliada realizando-se determinações em triplicata, obtendo-se desvios padrão relativos menores que 1,0 %. Medidas de reflectância realizadas após a evaporação do solvente por 1 dia forneceram resultados similares aos obtidos após 6 dias de secagem.

Conclusões

Os resultados obtidos neste trabalho indicam que o método proposto para a determinação de volume de poro de sílicas empregadas em CLAE é simples, rápido e de baixo custo quando comparado ao tradicionalmente utilizado para este fim.

Agradecimentos

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

Ao CNPq pelo apoio financeiro.