

Procedimento para a limpeza da superfície de sílica hidroxilada por desgasificação.

Vanessa Regina Camargo* (IC), Carol H. Collins (PQ), Kenneth E. Collins (PQ)

vanessa@iqm.unicamp.br

Palavras Chave: sílica, desgasificação, reidratação, secagem.

Introdução

A simples secagem das superfícies da maioria das sílicas pode ser feita pelo aquecimento a 150 °C ou menos [1].

Já a desgasificação, ou seja, o processo de remoção de água e contaminantes mais firmemente adsorvidos (geralmente encontrados nos microporos), pode requerer temperaturas bem acima de 200 °C. Por outro lado, acima de 200 °C, a superfície hidroxilada da sílica perde massa pela reação:



Gobet e Kováts tem mostrado que sílicas robustas (como as pirogênicas) podem ser quantitativamente reidroxiladas depois de desidroxiladas até altas temperaturas (~ 1000 °C) [2]. Outras sílicas sofrem mudanças na estrutura a partir de ~ 600 °C sendo passível de reidroxilação [2]. Assim, desde que o tratamento com altas temperaturas desgasifica mais efetivamente a superfície das sílicas e estas sílicas mais puras podem ser reidroxiladas e posteriormente secas em baixas temperaturas, um procedimento de três passos pode ser seguido para desgasificar e limpar a superfície da maioria das sílicas, com destaque para as sílica cromatográficas, ainda não sujeitas a este procedimento.

Passo1: desgasificação em alta temperatura(>200 °C);

Passo2: reidroxilação com água líquida ou vapor de água em temperatura de 100 °C ou menos;

Passo3: secagem da sílica entre 100-150 °C.

Resultados e Discussão

Kromasil (100-5) é uma sílica gel particulada e porosa. Amostras dessa sílica foram aquecidas em uma série de temperaturas que confirma que uma vez que a sílica é seca à 150 °C, não ocorre perda de massa significativa por desidroxilação, até a temperatura acima de 200 °C. O procedimento de três passos envolve as etapas:

1) Secagem da amostra durante 16 horas à 150 °C, resfriamento em dessecador seco, e pesagem até $\pm 10^{-5}$ g;

2) Aquecimento na temperatura desejada durante 16 horas e reidratação à 22 °C em dessecador com humidade relativa de 100% durante 8 horas;

3) Repetição da etapa 1.

A Tabela 1 mostra os resultados para quatro amostras de Kromasil. Utilizando como referência a massa inicial seca a 150 °C, as amostras foram submetidas a uma série de tratamentos de três passos em várias temperaturas diferentes. A Tabela mostra o teste do procedimento de três passos.

Tabela 1. Massa das amostras seguindo o aquecimento (150 °C) ou desgasificação através de altas temperaturas utilizando o procedimento de três passos.

Tratamento		Amostra			
		1	2	3	4
a	massa seca (150°C)	5,06053	5,21161	5,24129	5,21434
b	200°C	--	5,20834	5,23494	5,20975
c	240	--	--	5,23236	5,21163
d	300	--	--	--	5,19102
e	150	5,05981	5,21309	5,23928	5,19947
f	550	4,99284	5,14848	5,18112	5,15526

A tabela 2 mostra os correspondentes valores de massa perdida (em mg por g de sílica). A média de massa perdida por amostra aquecida à temperatura de 200-300 °C foi de 1,8 mg/g. A média de massa perdida para as quatro amostras aquecidas até 550 °C foi de $12,07 \pm 0,93$ mg/g.

Tabela 2. Massa perdida em mg/g de Kromasil na sequência de vários tratamentos.

Tratamento		Amostra				média
		1	2	3	4	
a	massa seca (150°C)	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
b	200°C	--	0,63	1,21	0,88	0,91
c	240	--	--	1,7	0,52	1,11
d	300	--	--	--	4,47	4,47
e	150	0,14	-0,28	0,38	2,85	0,77
f	550	13,37	12,11	11,48	11,33	12,07

Assumindo que o procedimento de reidroxilação usando neste experimento foi quantitativo [2], a massa perdida de 12,07 mg/g pode ser atribuída a diminuição da volatilidade do matéria a 550 °C. A massa perdida até 200-300 °C (~ 1,8 mg/g) pode similarmente ser atribuída à menor volatilização do material.

Conclusões

O procedimento de três passos, com desgasificação a 300 °C, reidratação e posterior secagem a 150 °C é um procedimento que, entre outras aplicações, poderia dar mais segurança à qualidade das sílicas cromatográficas utilizadas na confecção de fases estacionárias.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao apoio financeiro da FAPESP e CNPq.

¹ Roquerol, F.; Roquerol, J.; Sing, K. S. W. "Adsorption by Powders and Porous Solids, Academic Press: San Diego, 1999

² Gobet, J.; Kovats, E. *Adsorpti. Sci. Technol.* **1984**, 1, 74-32.