

Digestão de polímeros em forno de microondas com radiação focalizada por adição de amostra ao reagente pré-aquecido

*Daniela Schiavo (PG)¹, Lílían C. Trevizan (PQ)² e Joaquim A. Nóbrega (PQ)¹

danischiavo@yahoo.com.br

¹Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP

²Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, CENA/USP, Piracicaba, SP

Palavras Chave: polímeros, adição de amostra, reagente pré-aquecido

10 mL de HNO₃ conc + 15 mL H₂SO₄ conc. Massa da amostra 1,5 g.

Introdução

Polímeros são materiais de difícil digestão quando se empregam procedimentos convencionais em fornos de microondas. Um procedimento alternativo de decomposição em forno de microondas com radiação focalizada foi proposto para a digestão ácida de materiais poliméricos, tais como, garrafas PET e partes plásticas de telefone celular. No procedimento proposto, alíquotas da amostra são gradualmente adicionadas ao reagente pré-aquecido. A mistura ácida mantida sob alta temperatura eleva a capacidade de formação de radicais com elevado poder de oxidação de compostos orgânicos. Portanto, ocorre uma digestão prévia parcial da primeira alíquota anteriormente à adição da segunda alíquota aumentando a eficiência do processo de digestão.¹

Resultados e Discussão

O forno de microondas focalizado (Star System 2, CEM, Matthews, NC, EUA) foi empregado para a decomposição das amostras. O ICP OES (Varian, Mulgrave, Austrália) com configuração axial foi utilizado para a determinação de carbono residual operando com 1,3 kW de potência, 1,0 L min⁻¹ de vazão do gás de nebulização e 1,0 s de tempo de integração do sinal. Ítrio foi empregado como padrão interno (Y II 371,029 nm) e a linha de emissão C I 193,023 nm foi monitorada. A acidez dos digeridos foi determinada através da titulação ácido-base usando uma solução de NaOH 0,888 mol L⁻¹ e fenolftaleína foi empregada como indicador.

O procedimento convencional está de acordo com o manual do equipamento.² Esse programa tem duração de 28 min para a digestão de 2 g de amostra e são consumidos no total 32 mL de HNO₃, 10 mL de H₂SO₄ e 20 mL de H₂O₂. A máxima temperatura desse programa foi de 280 °C. O programa de aquecimento para o procedimento proposto está apresentado na Tabela 1.

O teor de carbono residual foi de 0,7% e a eficiência da decomposição foi de aproximadamente 99% para ambos os procedimentos. A acidez dos digeridos variou entre 0,6 e 1,5 mol L⁻¹ para o procedimento proposto. Para o procedimento convencional a acidez do digerido foi de 0,7 mol L⁻¹.

Tabela 1. Programa de aquecimento proposto para a digestão de polímeros com adição gradual de amostra ao reagente pré-aquecido. Mistura inicial:

32ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Etapas	Tempo (rampa)	T (°C)	Tempo patamar (min)	Adição	Alíquota
1	3 min	90	4	0,5 g	0,5 g/min
2	4 min	240	1	-	-
3	1 s	200	10	10 mL *	2 mL
4	1 s	180	10	10 mL #	2 mL
5	4 min	200	10	10 mL *	2 mL
6	1 s	180	5	10 mL #	2 mL

* HNO₃ e # H₂O₂

Salienta-se que empregando o procedimento convencional somente foi possível digerir amostras de garrafas PET. O procedimento alternativo proposto possibilitou digerir além de garrafas PET (sem a necessidade das etapas 5 e 6), amostras de polímeros de baixa densidade e partes plásticas de telefone celular.

Conclusões

O procedimento alternativo foi aplicado com eficiência para a digestão de amostras de polímeros, incluindo amostras não digeridas pelo procedimento convencional. Os digeridos apresentaram baixos teores de carbono residual e acidez (diluição 1:5 v v⁻¹) viabilizando a introdução em equipamentos com nebulizadores pneumáticos. Além disso, o procedimento alternativo possibilita promover uma digestão eficiente sob temperaturas menores que o procedimento convencional.

Agradecimentos

Os autores são gratos ao apoio proporcionado pelas agências CAPES, CNPq e FAPESP.

¹ Bressani, F. A.; Silva, H. O. e Nóbrega, J. A. *Quím. Nova*. **2006**, 29, 1210

² CEM. Application Procedures Open Cavity Microwave Sample Preparation. 1996.