

## Preparo de monolitos de nanotubos de carbono e sílica visando aplicação em cromatografia líquida

Mariana Roberto Gama\* (PG)<sup>1</sup>, Ana Paula Lemes (PQ)<sup>1,2</sup>, Carla Beatriz Grespan Bottoli (PQ)<sup>1</sup>.

\*marianaroberto@gmail.com

<sup>1</sup> Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas.

<sup>2</sup> Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Federal de São Paulo, Campus São José dos Campos.

Palavras Chave: processo sol-gel, sílica, cromatografia líquida, nanotubos de carbono.

### Introdução

Nanotubos de carbono (CNT, do inglês *carbon nanotubes*) são estruturas exclusivamente formadas por átomos de carbono. Devido a suas propriedades especiais, estas nanoestruturas são aplicadas em diversas áreas da ciência e tecnologia como eletrônica, mecânica e desenvolvimento de materiais<sup>1</sup>. Tratando-se de materiais para a cromatografia, a aplicação de CNT tem sido pouco explorada, sendo descritas algumas aplicações como materiais adsorventes em técnicas de (micro)extração em fase sólida<sup>2</sup> ou em colunas para eletrocromatografia capilar e cromatografia líquida<sup>3</sup>. O processo sol-gel tem apresentado grande aceitabilidade no preparo de fases estacionárias para cromatografia líquida. Por meio dele, é possível preparar sílica *in situ*, com controle das propriedades físicas e químicas do material. Neste trabalho, foram testadas diferentes estratégias de preparo de monolitos baseados em sílica por processo sol-gel empregando CNT funcionalizados (f-CNT) e primitivos (p-CNT), visando posterior aplicação em colunas cromatográficas capilares.

### Resultados e Discussão

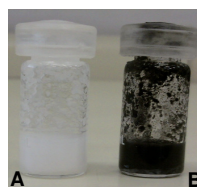
Os estudos iniciais mostraram que CNT que não sofreram qualquer tipo de funcionalização (p-CNT) são de difícil suspensão em diferentes tipos de solventes, como metanol, acetona ou até dimetilformamida. Dessa maneira, os estudos foram conduzidos utilizando-se CNT submetidos à oxidação ácida, realizada com ácido nítrico e ácido sulfúrico 3:1 (v/v), em banho de ultrassom durante 90 minutos. O material, após ter sido filtrado e lavado com grande quantidade de água, foi seco em estufa a vácuo. A obtenção de f-CNT do tipo CNT-(COOH)<sub>n</sub> permitiu que tal material fosse suspenso em meio aquoso, em quantidades da ordem de miligramas por litro. Foram testadas diferentes estratégias de preparo dos monolitos, envolvendo massa ou suspensão de f-CNT, tetraetoxissilano (TEOS), polidimetilssiloxano (PDMS) e catalisadores ácido (HCl) e básico (NH<sub>4</sub>OH). A Tabela 1 mostra o tempo necessário para a formação do gel empregando diferentes condições de preparo.

**Tabela 1.** Tempo de formação do gel no preparo de monolitos f-CNT/SiO<sub>2</sub>.

	f-CNT	Catalisador	Gelificação
1	massa <sup>a</sup>	HCl <sup>c</sup>	não
2	suspensão <sup>b</sup>	HCl 25%	não
3	-	HCl 25%	não
4	massa	NH <sub>4</sub> OH <sup>c</sup>	< 5 min
5	suspensão	NH <sub>4</sub> OH <sup>c</sup>	< 10 min
6	suspensão	NH <sub>4</sub> OH 25%	< 15 min
7	suspensão	NH <sub>4</sub> OH 10%	< 4 horas
8	massa	NH <sub>4</sub> OH 10%	< 8 horas
9	massa + PDMS	NH <sub>4</sub> OH 10%	> 1 dia
10	-	NH <sub>4</sub> OH 10%	< 4 horas
11	suspensão	NH <sub>4</sub> OH 5%	não

<sup>a</sup>massa de 2,0 mg, <sup>b</sup>suspensão 15 mg L<sup>-1</sup>, <sup>c</sup>concentrado.

Como o enchimento de colunas capilares é de lenta execução, as gelificações mais lentas são as mais interessantes. Entretanto, a fim de tornar a etapa de gelificação mais rápida do que até 8 horas, as amostras 7, 8 e 10 foram colocadas em forno a 80 °C, o que reduziu o tempo de formação do monolito para 2 horas (Figura 1).



**Figura 1.** Aspecto final das amostras 7 (A) e 8 (B).

### Conclusões

Por processo sol-gel, a catálise básica com NH<sub>4</sub>OH 10 % (v/v) foi a condição mais apropriada para a obtenção do monolito. A amostra preparada com a suspensão de f-CNT se mostrou mais adequada para o enchimento de capilares do que a amostra preparada com f-CNT sólido.

### Agradecimentos

CAPES, CNPq, Fapesp.

<sup>1</sup> Souza Filho, A. G.; Fagan, S. B. Quim. Nova **2007**, 30, 1695.

<sup>2</sup> Ravelo-Pérez, L. M. et al. J. Chrom. A **2010**, 1217, 2618.

<sup>3</sup> Li, Y. et al. Anal. Chem. **2005**, 77, 1398.