

Aparelhagem para Fotólise de Compostos Sensíveis a Oxigênio e Umidade e Lâmpada a Vapor de Mercúrio de Alta Pressão

Marco Aurelio de Paoli e Carlos Feliciano Rodrigues

Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas

Campinas, SP – Brasil

(Recebido em 1/9/77)

Em reações fotoquímicas a escolha da fonte de luz utilizada é da maior importância. Dependendo da faixa de comprimento de onda a serem usadas na reação podem ser usadas diversas lâmpadas. No entanto existem fontes de luz que fornecem radiação com um espectro mais largo como é o caso das lâmpadas a vapor de mercúrio de alta pressão (VMAP). Neste caso basta ter um tipo de fonte de luz e utilizar filtros. A lâmpada a VMAP tem um espectro praticamente contínuo, dependendo da pressão, indo de 248 a 690 nm (sem a emissão de 254 nm)¹. Na região do visível a lâmpada a VMAP fornece ainda mais luz do que as lâmpadas comuns de filamento. Para o trabalho fotoquímico sintético e qualitativo, que não precisa de uma grande estabilidade e reprodutibilidade na intensidade da luz, a lâmpada a VMAP surge como a fonte ideal. No campo da química de compostos organometálicos quase a totalidade dos laboratórios de pesquisa usa este tipo de lâmpada².

No Brasil não se fabricam lâmpadas VMAP especialmente para a pesquisa. No entanto a Philips S/A. fabrica uma lâmpada deste tipo usada em iluminação de ruas. Esta consiste de um tubo de descarga envolto em um bulbo de vidro que funciona como filtro para a radiação ultra-violeta.

A lâmpada chama-se HPL-N e é encontrada nas intensidades de 80 a 2000 W, sendo recomendadas para fotólise as de 125 e 250 W. Para a sua utilização basta cortar o bulbo de vidro externo, retirando-o e, conforme a conveniência da montagem, retirar o soquete de rêsca. Desta maneira a lâmpada poderá ser usada em uma camisa de refrigeração de 2,5 cm de diâmetro conforme o esquema de aparelhagem que discutimos a seguir.

Para a fotólise de reagentes ou produtos sensíveis ao ar e/ou umidade tem-se utilizado a aparelhagem esquematizada na Fig. 1. Com este sistema obtém-se uma refrigeração eficiente da lâmpada de 125 W. Recomenda-se usar na linha de água uma chave automática que desligue a lâmpada toda vez que faltar água.

A entrada inferior é utilizada para degaseificar a aparelhagem e para borbulhar gás através da solução. As juntas esmerilhadas laterais poderão ser usadas para várias finalidades, tais como: conexão a uma bureta de gás (no caso de reação com carbonilas metálicas para medir a produção de CO), instalação de condensador de refluxo, de funil de adição e etc... A saída lateral oblíqua tem sido utilizada para retirar amostras durante a reação, e depois da reação para acoplar um balão e transferir a solução.

Para selecionar o comprimento de onda incidente na solução fotolisada podem ser usados dois expedientes. Bombear, em circuito fechado, através da camisa de refrigeração uma solução que absorve luz nos comprimentos de onda não desejados. Ou então fabricar diversas camisas de refrigeração de diferentes vidros, utilizando-se uma junta esmerilhada padrão.

Para uma agitação mais eficiente da solução poderá ser utilizada a seguinte peça, Fig. 2. Uma placa de teflon de aproximadamente 2 mm de espessura é cortada com o formato do fundo do aparelho de fotólise e furada no diâmetro de um agitador magnético.

¹J. G. Calvert e J. N. Pitts Jr., "Photochemistry" John Wiley, USA, 1966.

²Ver publicações no J. of Organometal Chem.

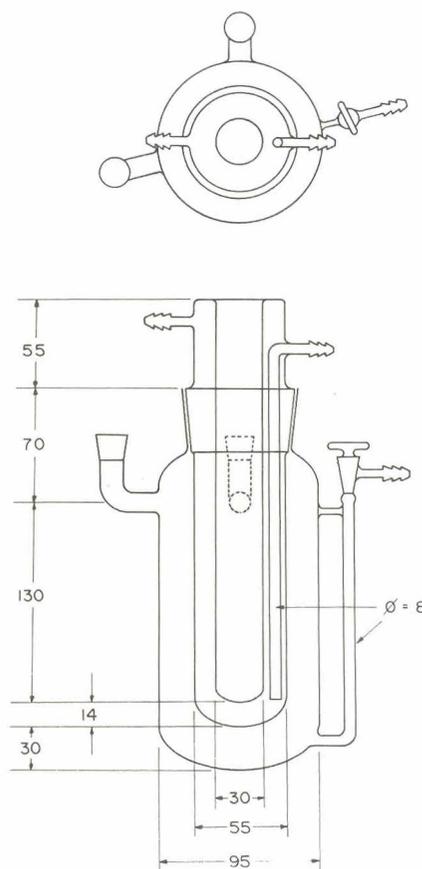


Fig. 1 – Aparelho para fotólise. Os diâmetros fornecidos são as medidas externas dos tubos, em mm. As distâncias são dadas em mm.

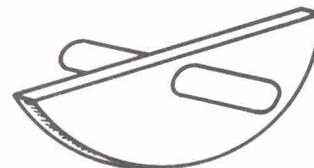


Fig. 2 – Agitador