

RECUPERAÇÃO DE SÍLICA-GEL: NOVA ALTERNATIVA

Antonio P. Loureiro, Jovino A. de Souza, David Aparecido e João B. Fernandes
Departamento de Química – Universidade Federal de São Carlos-SP.

Recebido em 21/06/90

Silica gel for column chromatography is recovered by washing with methanol and water and heating at 800°C during 4-8 hours. After washing again with water until pH 7 the silica is activated at 120°C.

Sílica-gel, ao lado de Alumina, é o adsorvente mais utilizado para isolamento e purificação de produtos naturais ou sintéticos, principalmente de baixa e média polaridade.

Riehl e Pinto¹ citam a importância de recuperação de sílica-gel, os principais métodos e seus inconvenientes.

O método agora sugerido consta da calcinação da sílica-gel previamente lavada com metanol e água, seguida de lavagem com água até pH neutro e ativação em estufa. A análise da sílica-gel tratada desta forma mostra que a mesma apresenta características da sílica-gel nova (Tabela 1), inclusive a mesma eficiência na separação da mistura de α e β -naftol (RF = 0,42 e 0,36 respectivamente). Este método permite uma grande economia em termos de material adsorvente e daqueles utilizados na sua recuperação.

Comparando os sistemas de recuperação, as grandes vantagens do novo método são: 1 – menor número de etapas; 2 – baixo teor ou inexistência de manganês na sílica-gel tratada; 3 – ausência de material oxidante após o tratamento; 4 – não utilização de reagentes inorgânicos; 5 – baixo custo de operação; 6 – recuperação de grandes quantidades de sílica gel de uma só vez.

EXPERIMENTAL

Foram realizados ensaios comparativos entre sílica-gel recuperada e sílica-gel nova dos tipos 60 G e "Flash".

A sílica-gel usada (1 Kg), em um funil de placa sinterizada adaptado a um quitassato sob vácuo, é lavada com metanol (aprox. 500 ml) e água (1-2 litros) e a seguir calcinada em forno ou mufla a 800°C durante 4 a 8 horas. A seguir procede-se a nova lavagem com água até pH neutro e coloca-se para secar a 120°C. Após resfriada a sílica-gel está pronta para uso. Se necessário, a sílica deve ser lavada, após calcinar a 800°C, com solução 1N de HCl, seguida por água e por fim com solução diluída de NH₄OH. A seguir seca-se a 300° e usa-se.

As sílicas-gel recuperadas após o tratamento acima e as novas foram analisadas quanto ao teor de carbono total, de manganês (MnO), de ferro (Fe₂O₃), de sódio (Na₂O) e de perda ao fogo (PF). Os resultados confirmam a eficiência do método (Tabela 1).

TABELA 1. Resultado das análises de teor em porcentagem de carbono, manganês (MnO), Ferro (Fe₂O₃), sódio (Na₂O) e perda ao fogo (PF).

Sílica	Teor de (%)				
	C	MnO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	P.F.
70-230 mesh ASTM nova*	0,0054	NE**	0,0038	0,084	5,017
70-230 mesh ASTM recuperada	0,0028	NE	0,0046	0,042	0,986
230-440 mesh ASTM ("Flash") nova*	0,0026	NE	0,0030	0,075	3,850
230-400 mesh ASTM ("Flash") recuperada	0,0047	NE	0,0050	0,042	0,593

* Merck Art. 7734 e 9385; ** NE = não detectado

As análises dos teores de carbono, manganês, sódio, ferro e peso fixo foram realizadas por análise de carbono, espectrofotometria molecular [periodato de potássio (Mn), periodato de potássio/ácido tioglicólico (Fe)], espectrofotometria de absorção atômica, (Mn, Na, Fe), gravimetria (perda ao fogo 1000°C, P.F.) e Análise Térmica Diferencial (ATD). Foram utilizados os equipamentos: Espectrofotômetro Digital Mode-

lo B342 11 Micronal; Atomic Absorption 240 MARK 2 Spectrophotometer; LECO WR12 Carbon Determinator e RIGAKU DTA E DTG.

REFERÊNCIA:

1. Riehl, C.A.S.; Pinto, A.C.; *Química Nova*, (1988), 11, 329.