

CELSO R. BLATT e REMOLO CIOLA

INSTRUMENTOS CIENTÍFICOS CG LTDA
Av. Vereador José Diniz 2421 04603 - São Paulo - SP.

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
Depto Química analítica Instituto de Química - SP.

1 - INTRODUÇÃO

As análises de aditivos e impurezas de polímeros são muito importantes porque pode haver migração dos mesmos para o seu exterior. Como por exemplo, das embalagens plásticas para os alimentos ou de materiais inertes como o teflon para reações químicas. A análise desses compostos pode ser complicada devido às suas propriedades físicas e às extrações da matriz polimérica não serem quantitativas e reprodutíveis. A principal dificuldade encontrada com a extração clássica Soxhlet é a grande quantidade de amostra e que podem ser necessários 48 horas para uma extração completa [1]. Outro fator importante é o uso de solventes tóxicos e a necessidade de concentrar o solvente após a extração [2,3].

Uma alternativa promissora é a extração com dióxido de carbono em estado supercrítico. Os fluidos supercríticos têm baixa viscosidade, alta difusibilidade, alto poder de solvatação, são rápidos na transferência de massa, extraem seletivamente e permitem o acoplamento on-line do extrator com qualquer técnica cromatográfica (GC, HPLC ou SFC). O dióxido de carbono tem muitas vantagens como solvente, entre elas, não é tóxico e nem inflamável, pouco reativo, baixa temperatura de operação, custo baixo e principalmente é um gás a pressão ambiente [4,5].

2 - PARTE EXPERIMENTAL

Neste trabalho, foram extraídos as impurezas e aditivos de materiais poliméricos (10 mg), entre eles, tubo, lá e fita de teflon e também de septos de sílica.

Os polímeros foram extraídos a 300 atm e a 50°C com dióxido de carbono por 20 minutos. A pressão era mantida dentro da célula de extração com um restritor de sílica fundida com 2 cm de comprimento e 10 µm de diâmetro interno. O material extraído foi condensado no injetor com temperatura programada (PTV) a 30°C. A análise on-line foi iniciada após o término da extração no cromatógrafo a gás CGMASTER. Foi usado uma coluna capilar (25m x 250 µm D.I.) com fase estacionária quimicamente ligada CG-FI-53. O detector foi o de ionização de chama e o gás de arraste o hidrogênio a 0,8 atm. A programação de temperatura na coluna foi de 30 - 120°C a 25°C/min, seguido de 4°C/min até 290°C. O acoplamento do extrator com fluido supercrítico ao cromatógrafo a gás está descrito na figura 1.

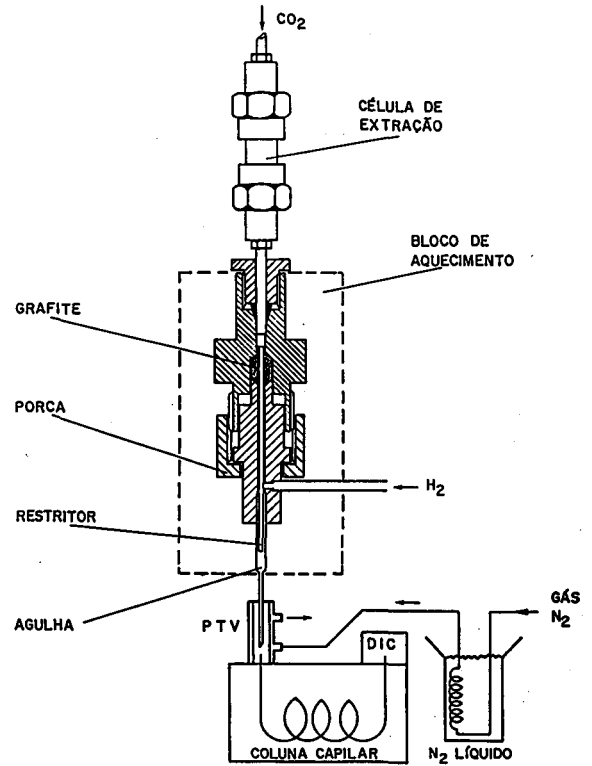


FIGURA 1: Esquema genérico do sistema de extração SFE-PTV-GC.

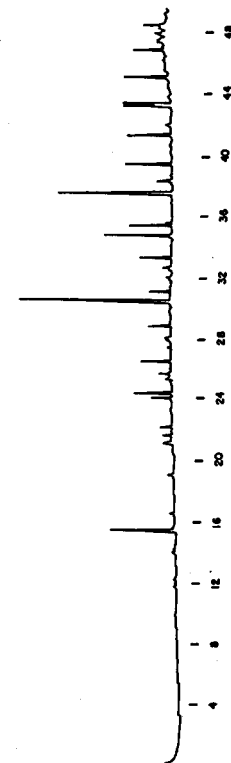


FIGURA 2: Cromatograma da extração SFE-PTV-GC de tubo de teflon.

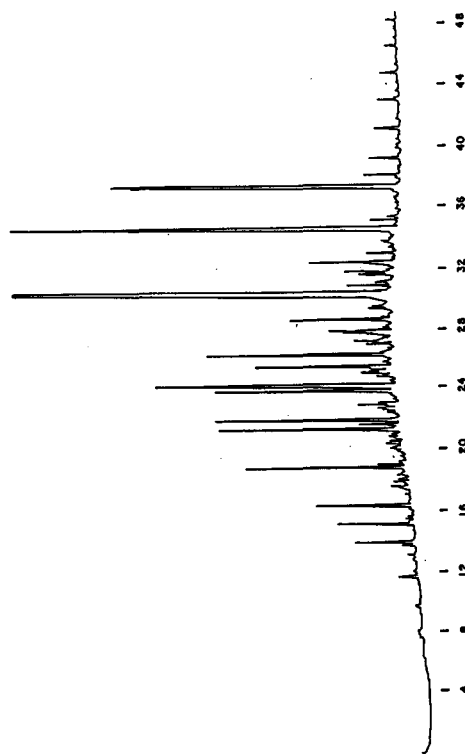


FIGURA 3: Cromatograma da extração SFE-PTV-GC lá de teflon.

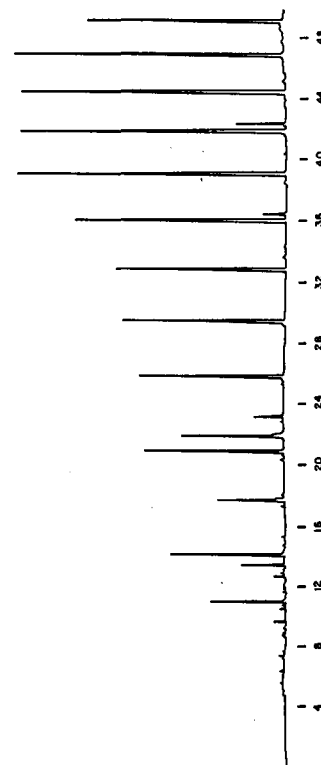


FIGURA 5: Cromatograma da extração SFE-PTV-GC de septo de sílica.

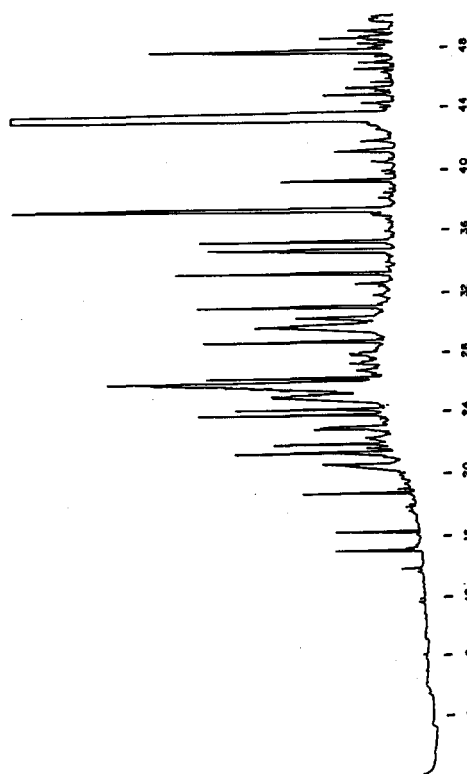


FIGURA 4: Cromatograma da extração SFE-PTV-GC de fita de teflon.

3 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os cromatogramas resultantes da extração com fluido supercrítico estão nas figuras 2 a 5.

As análises mostraram uma quantidade diferente e enorme de impurezas mesmo quando se tratava do mesmo polímero, como no caso da fita, lá e tubo de teflon. As impurezas podem ser oligômeros homólogos do teflon e também aditivos usados na preparação ou acabamento do produto final. No septo de sílica também observamos os oligômeros homólogos.

Além da extração como procedimento analítico, podemos também purificar os polímeros, como por exemplo, as fases estacionárias para cromatografia a gás.

Como a extração é seletiva, alguns componentes mais polares e maiores não foram extraídos, devido a baixa polaridade do dióxido de carbono. Porém, a polaridade do CO₂ pode ser alterada com um gradiente de solvente (metanol).

4 - BIBLIOGRAFIA

- [1] - Cotton, N.J., Bartle, K.D., Clifford, A.A., Ashraf, S., Moulder, R. e Dowle, C.J., HRC & CC (1991), 14, 164
- [2] - Ashraf, M. e Levy, J.M., HRC & CC (1990), 13, 742
- [3] - Ryan, J.W., Yocklovich, S.G., Watkins, J.C. e Levy, E.J., J. Chromatogr. (1990), 505, 273
- [4] - Hawthorne, S.B., Anal. Chem. (1990), 62, 633A
- [5] - Vannoort, R.W., Chervet, J.P., Lingeman, H. De Jong, G.J. e Brinkman, A., J. Chromatogr. (1990), 505, 45