

CONSTRUÇÃO DE CÂMARA DE LUZ ULTRAVIOLETA PARA FOTOPOLIMERIZAÇÃO DE FASES ESTACIONÁRIAS MONOLÍTICAS

Fernando Antonio Simas Vaz e Marcone Augusto Leal de Oliveira*

Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal de Juiz de Fora, 36036-330 Juiz de Fora – MG, Brasil

Marco Polo Garcia de Queiroz

Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial, 36035-000 Juiz de Fora – MG, Brasil

Sidney José Lima Ribeiro

Departamento de Química Geral e Inorgânica, Instituto de Química de Araraquara, Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, 14801-970 Araraquara – SP, Brasil

Recebido em 1/11/07; aceito em 12/6/08; publicado na web em 5/11/08

COINSTRUCTION OF ULTRAVIOLET-LIGHT CHAMBER FOR MONOLITHIC STATIONARY PHASES PHOTOPOLYMERIZATION. The assembly of a photochemical reactor with six fluorescent lamps, used for photopolymerizations is described. This chamber presents a mobile support, allowing the placement of samples at different heights and a safety lock that interrupts the radiation, if it is opened during operation. The mirrored internal walls avoid the dispersion and non-uniform distribution of light. There is no high heating because the own character of the used lamps. All parts could be purchased in commerce with less than US\$ 150,00. This reactor was successfully used for monolithic stationary phase photopolymerization.

Keywords: photochemical reactor; photopolymerization; ultraviolet crosslinker.

INTRODUÇÃO

Desde que foi percebida uma maior eficiência em alguns processos e reações químicas, quando estes são provocados por radiação eletromagnética, aumentou-se consideravelmente o número de equipamentos de emissão de ondas deste tipo vendidos em todo o mundo. Estes aparelhos incluem desde reatores fotoquímicos, capelas germicidas até fornos de microondas, que vêm sendo utilizados nos laboratórios.¹⁻³ Tal eficiência está relacionada ao fato de que determinados sistemas químicos podem absorver energia eletromagnética de forma mais efetiva do que, por exemplo, energia térmica. Entretanto, os equipamentos de emissão de ondas eletromagnéticas para laboratório são geralmente caros e nem sempre oferecem características desejadas, como dimensões e potência compatíveis. Desta forma, a construção de dispositivos alternativos com componentes de fácil acesso pode tornar-se necessária.

Este trabalho descreve a montagem de uma câmara fotoreatora para promover fotopolimerização com emissão de luz na faixa do ultravioleta. A câmara foi utilizada na preparação de fases estacionárias monolíticas (FEM) no interior de capilares de sílica fundida recobertos com poliacrilato para aplicação em eletrocromatografia capilar (CEC).^{4,6}

PARTE EXPERIMENTAL

Materiais

0,70 m² de madeira *medium density fiberboard* (MDF) de 15 mm de espessura; 0,25 m² de prancheta MDF de 3 mm de espessura; 0,45 m² de espelhos de 2 mm de espessura; 6 lâmpadas fluorescentes negras (UV) de 15 W, *Starlux*, F15-T8; temporizador eletrônico *Masterclear TS-EB1 (timer digital)* com período mínimo de 1 min de operação;

3 reatores (cada um com suporte para 2 lâmpadas fluorescentes); micro *switch*, fusível de 1,5 A e porta fusível; parafusos para madeira, arruelas, porcas, alças, dobradiças, suportes (pés) de borracha; cola para madeira, adesivo instantâneo, lixas e verniz; soquetes, conectores elétricos e abraçadeiras para as lâmpadas, cabo para alimentação elétrica e tomada.

Medidas de emissão das lâmpadas

As medidas de emissão das lâmpadas foram realizadas em um espectrofotômetro UV-Vis (modelo USB 2000, Ocean Optics, USA), equipado com fibra óptica e detector CCD (1601PC, Shimadzu, Kyoto, Japan).

Considerações sobre a montagem

Para a construção do reator fotoquímico, é aconselhável seguir a orientação de técnicos especializados, como marceneiro e, principalmente, eletricista para montagem de um sistema elétrico seguro.

Pranchas de madeira MDF foram devidamente cortadas, respeitando-se as dimensões internas e encaixadas de maneira a não permitir a transmissão de luz para o meio externo. As peças cortadas foram coladas e parafusadas para aumentar a resistência mecânica da caixa, o que permite que eventuais transportes e manuseios em geral possam ser feitos com segurança. As portas foram instaladas com dobradiças.

Dimensões internas da câmara

A largura longitudinal permite comportar colunas capilares estendidas com até 50 cm de comprimento sem a necessidade de torção. Esta configuração favorece uma homogênea polimerização ao longo da coluna. Além disso, as lâmpadas utilizadas possuem aproximadamente 46 cm de comprimento. Portanto, esta largura foi

*e-mail: marcone.oliveira@ufjf.edu.br

devidamente determinada levando-se em consideração o tamanho das colunas e das lâmpadas.

A largura transversal de 21,5 cm foi calculada em função do número de lâmpadas utilizadas, bem como dos espaços entre elas (6 lâmpadas x (2,5 cm de diâmetro + 1 cm de espaço)).

A altura de 16,0 cm possibilita a disposição da amostra em diferentes distâncias a partir da fonte de emissão, além de contribuir para a dispersão de calor gerado pelas lâmpadas após algum tempo em funcionamento.

Características das paredes internas

Todas as paredes internas, com exceção da base, foram recobertas com espelhos de 2 mm utilizando-se cola de madeira. Para o apoio da amostra, foi feita uma prateleira, também espelhada, com uma prancha de MDF de 3 mm de espessura. Esta prateleira pode ser apoiada na própria base da câmara ou sobre um macaco mecânico, permitindo ajustar a distância entre a amostra e as lâmpadas. No caso dos capilares transparentes de sílica, é possível que o material fotopolimerizável seja totalmente exposto à luz sem a necessidade de girá-lo, como mostra a Figura 1.

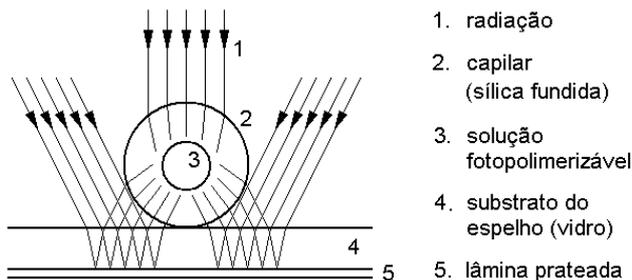


Figura 1. Esquema mostrando diferentes ângulos de incidência da luz sob a solução fotopolimerizável na seção transversal do capilar

Duas portas independentes foram instaladas, sendo uma frontal mais leve, para manuseio da amostra e uma outra superior, para manutenção, limpeza e troca de lâmpadas. A Figura 2 mostra desenho com as características internas e a Figura 3 mostra a câmara fechada.

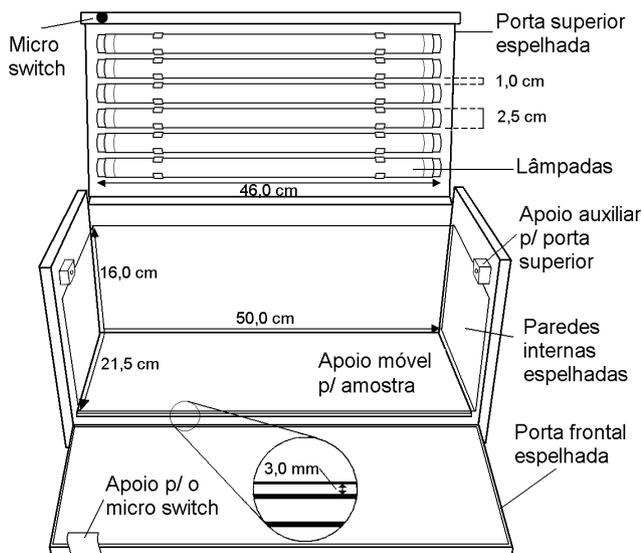


Figura 2. Reator fotoquímico com as portas frontal e superior abertas, mostrando as lâmpadas e o espaço interno disponível para amostras

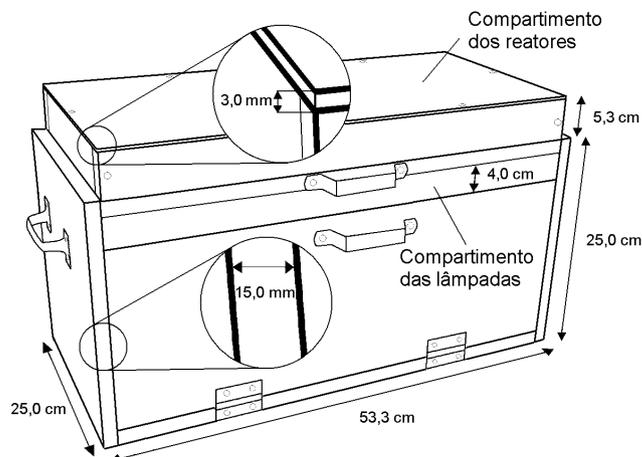


Figura 3. Reator fotoquímico fechado, mostrando a aparência externa e algumas dimensões

Circuito elétrico

Para o funcionamento das lâmpadas fluorescentes, são necessários reatores elétricos específicos para cada faixa de potência. A câmara foi montada com três reatores, sendo um para cada duas lâmpadas. Como as lâmpadas foram instaladas no teto, a melhor posição para a instalação dos reatores foi acima da porta superior, permitindo maior facilidade na instalação elétrica. Desta maneira, as lâmpadas ficaram separadas dos reatores pelo espelho e pela tampa de madeira de 15 mm. Para fornecer um ambiente arejado aos reatores, o seu compartimento foi perfurado na parte posterior. Uma tampa de MDF de 3 mm foi parafusada a cerca de 3 cm acima dos reatores.

A Figura 4 mostra o esquema do circuito elétrico implementado na câmara, composto por um timer eletrônico doméstico, com a função de controlar a chave liga-desliga no tempo desejado, associado aos três reatores elétricos em paralelo com suporte para duas lâmpadas de 15 W cada. Desta forma, o funcionamento de cada uma das seis lâmpadas é independente, sendo possível conectar um número inferior, caso seja necessário. Os reatores, protegidos por um fusível de 1,5 A, foram configurados para operar com voltagem em 110 V.

É importante que um equipamento que emita luz com comprimentos de onda na região do ultravioleta ofereça segurança ao operador.

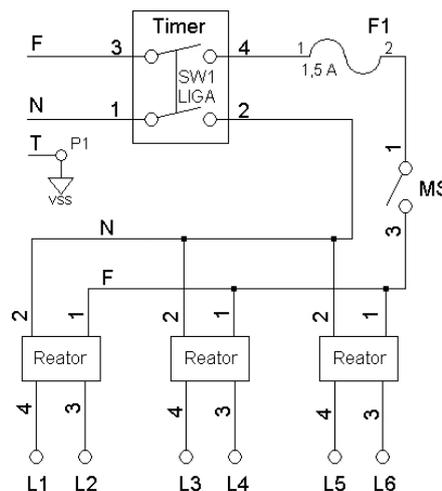


Figura 4. Esquema do circuito de alimentação elétrica utilizado na montagem da câmara. F: fase; N: neutro; T: terra; F1: fusível; MS: micro switch; L1-6: lâmpadas fluorescentes

Em função disto, entre o *timer* e os reatores, foi instalado um micro *switch*, dispositivo que interrompe a passagem de corrente elétrica, caso as portas sejam abertas (efeito similar ao de um microondas doméstico), evitando que o operador seja exposto à radiação.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Espectros de emissão das lâmpadas

A Figura 5 apresenta os espectros de emissão de uma lâmpada negra e de uma branca, obtidos com auxílio de uma fibra ótica e o espectro de absorção do reagente fotoiniciador utilizado (Irgacure 819, cedido pela CIBA, São Paulo). O espectro da lâmpada branca é mostrado apenas para lembrar que a faixa de comprimentos de onda de emissão pode ser alterada em função da obtenção de lâmpadas com emissão compatível com a faixa de comprimento de onda de absorção do material reagente de interesse. A câmara configurada para o presente trabalho consistiu de seis lâmpadas negras, com faixa espectral de emissão abrangendo parte do espectro de absorção do fotoiniciador.

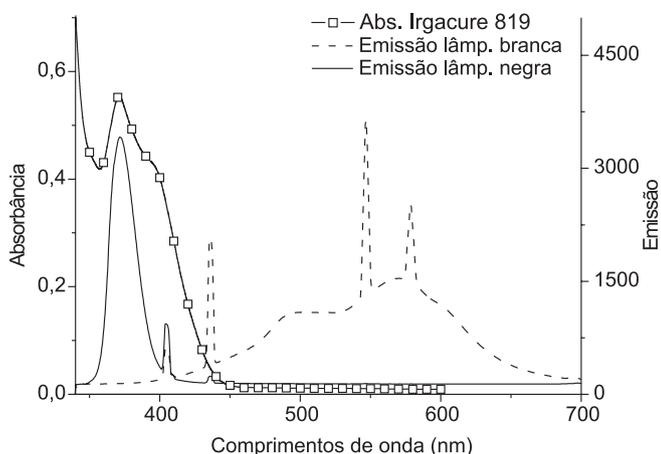


Figura 5. Espectro de absorbância do Irgacure 819 dissolvido em tolueno 0,03% (m/v) e espectros de emissão de uma lâmpada negra e uma branca, obtidos da câmara

Aplicação da câmara na preparação de FEM

A fotopolimerização das fases estacionárias foi realizada via método sol-gel, onde uma solução na fase líquida denominada sol contendo um precursor polimérico (metacriloxipropiltrimetoxissilano - MPTMS), um solvente orgânico (tolueno), água, catalisador (HCl) e fotoiniciador perde totalmente sua fluidez, formando um gel.⁷ O sol foi inserido no capilar pré-tratado e o gel foi obtido através da fotopolimerização *in situ*.⁸ O processo de fotopolimerização é possível graças à ativação de um reagente fotoiniciador, presente na solução monomérica, que absorve fótons em torno de 370 nm e se rompe, liberando radicais. Estes dão início ao processo de polimerização pela adição às duplas C=C dos grupos metacrilato presentes nos precursores poliméricos.⁹

Amostras de solução fotopolimerizável foram irradiadas na câmara nos capilares. Para a polimerização das colunas, o tempo necessário foi em torno de 20 min. É importante ressaltar que o aquecimento na amostra é mínimo, quando comparado com câmaras de lâmpadas de

diferentes naturezas, como as halógenas ou as de vapor de mercúrio a alta pressão. Com o propósito de medir o aquecimento gerado no ambiente, um béquer com água e termômetro foi exposto à radiação da câmara por 1 h e a temperatura interna manteve-se inferior a 40 °C. Além disso, a polimerização é visivelmente reproduzida para um determinado tempo de exposição, fato que nem sempre ocorre com câmaras com lâmpadas que necessitam de grande tempo de aquecimento para total funcionamento (vapor de mercúrio a alta pressão) ou aquecem excessivamente o ambiente da amostra (halógenas). Recentemente, Vaz et al. demonstraram a aplicação da câmara através da preparação de fases estacionárias monolíticas fotopolimerizadas, as quais foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e avaliadas com êxito na separação de mistura padrão contendo tiouréia, propilbenzeno, fenantreno e pireno.¹⁰

CONCLUSÕES

Neste trabalho, foi proposta a construção de um reator fotoquímico *home-made* de luz UV equipado com seis lâmpadas fluorescentes negras de 15 W de potência. Levando em consideração todos os custos, a montagem da câmara não ultrapassou a quantia de R\$ 300,00. É importante ressaltar que uma câmara comercial importada equipada com funções semelhantes foi cotada em US\$ 1.650,00 na mesma época da construção. Além disto, algumas modificações podem ser feitas, como número, tipo e potência das lâmpadas, geometria e tamanho da caixa e até janela para observação, de acordo com a conveniência e propósito da aplicação desejada para o fotoreator.

AGRADECIMENTOS

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), Universidade Federal de Juiz de Fora (UFJF) e à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG) pelo suporte e apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- Duarte, E. T. F. M.; Xavier, T. P.; Souza, D. R.; Miranda, J. A.; Machado, A. E. H.; Jung, C.; Oliveira, L.; Sattler, C.; *Quim. Nova* **2005**, *28*, 921.
- Alvarenga, E. S.; Saliba, W. A.; Milagres, B. G.; *Quim. Nova* **2005**, *28*, 927.
- <http://www.inmetro.gov.br/consumidor/produtos/microondas.asp>, acessada em Julho 2007.
- Vaz, F. A. S.; *Sessão Coordenada da 30ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química*, Águas de Lindóia, Brasil, 2007.
- Tavares, M. F. M.; *Quim. Nova* **1997**, *20*, 493.
- Silva, J. A. F.; Coltro, W. K. T.; Carrilho, E.; Tavares, M. F. M.; *Quim. Nova* **2007**, *30*, 740.
- Brinker, C. J.; Sherrer, G. W.; *Sol-Gel Science – The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, Academic Press: San Diego, 1990.
- Vaz, F. A. S.; *Dissertação de Mestrado*, Universidade Federal de Juiz de Fora, Brasil, 2007.
- Gong, W. J.; Zhang, Y. J.; Zhang, Y. P.; Choi, S. H.; *Chin. Chem. Lett.* **2006**, *17*, 813.
- Vaz, F. A. S.; Castro, P. M.; Molina, C.; Ribeiro, S. J. L.; Polachini, F. C.; Messaddeq, Y.; Nunes, A. P.; Oliveira, M. A. L.; *Talanta* **2008**, *76*, 226.