



OTIMIZAÇÃO DO PREPARO E CARACTERIZAÇÃO DE MONOLITOS DE SÍLICA ANINHADOS EM ESPONJA MÁGICA COMO SORVENTE PARA PREPARO DE AMOSTRAS

Roberta Marcelino^{1*}, Allyson L. R. Santos¹, Lucas M. Rocha¹, Anizio M. Faria¹

¹Instituto de Ciências Exatas e Naturais do Pontal, UFU, Ituiutaba, Minas Gerais, 38304-402.

*e-mail: roberta.marcelino@ufu.br

Sorventes monolíticos têm possibilitado uma maior versatilidade no preparo de amostra em análises químicas. Os monolitos podem ser preparados dentro de moldes com alta reprodutibilidade em diversos tamanhos e formas, e a sua macroporosidade possibilita o fluxo de líquidos pelo seu interior, resultando em uma alta capacidade de interação e alto fator de concentração dos analitos.¹ Monolitos a base de sílica possuem alta resistência mecânica e facilidade de modificação, possibilitando um ajuste fino de seletividade dos sorventes. No entanto, monolitos de sílica se tornam quebradiços e se encolhem significativamente quando apresentam dimensões maiores que aquelas produzidas no interior de tubos capilares. Assim, uma estratégia simples e eficiente para a preparação desses monolitos para fins de preparação de amostra no formato desejado é a policondensação de organossilanos dentro de esponjas.² Neste trabalho foi realizado um planejamento fatorial²³ para a otimização da síntese de monolitos de sílica dentro de esponjas de melamina para uso em extrações sortivas com monolito de sílica aninhado em esponja (SiMNS, *silica monolith nested in sponge*). Para o preparo do SiMNS, primeiramente, realizou-se o tratamento das esponjas de melamina com sol. HNO₃ 1% (v/v). Em seguida, a mistura monomérica com tetraetoxissilano (TEOS), ureia e polietilenoglicol (PEG-10k) foi preparada em sol. ácido acético 10 mmol L⁻¹, sendo adicionada dentro de cubos de 1 cm³ das esponjas pré-tratadas. As esponjas embebidas com a solução monolítica foram submetidas a tratamento térmico a 80 °C por 20 h, avaliando o volume de TEOS, (350, 425 e 500 µL), massa de ureia (40, 50 e 60 mg) e temperatura de polimerização (60, 70 e 80 °C) em função da densidade de formação da estrutura monolítica nas esponjas. Os SiMNS obtidos foram avaliados por microscopia óptica eletrônica, espectroscopia no infravermelho (IV) e Termogravimetria (TGA).

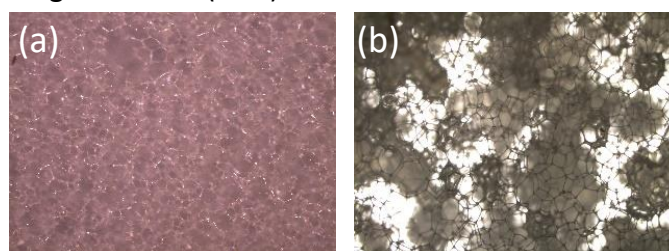


Figura 1. Micrografias ópticas de esponjas de melamina antes (a) e após a formação de monolitos de sílica (b).

De acordo com a Figura 1, é possível observar a formação da estrutura monolítica de sílica nos poros da esponja. Os espectros IV apresentaram sinais em 1113 e 812 cm⁻¹, atribuídos a estiramentos simétricos (Si-O-Si) e assimétricos (Si-OH), respectivamente. Em 3440 cm⁻¹ foi registrada uma banda intensa devido à vibração O-H dos grupos silanóis, confirmando o sucesso da policondensação do TEOS. As condições ótimas para obtenção do SiMNS foram com 450 µL de TEOS, 60 mg de ureia e 80 °C de temperatura, resultando em SiMNS com alta área superficial (>100 m² g⁻¹) e a maior densidade mássica da estrutura monolítica.

Agradecimentos: FAPEMIG (APQ-01901-22); UFU (ICENP/PROPP)

[1] Lin, J.; Li, G.; Liu, W.; Qiu, R.; Wei, H.; Zong, K. e Cai, X. J. *Mat. Sci* **2021**, 56, 10812.

[2] Morales, N.; Thickett, S. C. e Maya, F. J. *Chromatogr. A* **2023**, 1687, 463668.