

# Preparação de pastilhas de KBr e análise de sólidos por FTIR

Nota Técnica – FTIR

NT-011

## Introdução

Métodos de transmissão são sem dúvida as mais populares formas de análise por espectrometria de infravermelho, fornecendo além de um excelente espectro, custo extremamente menor quando comparados a outros métodos de análise. Métodos alternativos, tais como métodos de reflexão, embora exijam menor experiência e tempo de preparo de amostra, não apresentam sensibilidade e relação sinal/ruído tão elevadas. Dentre as técnicas de transmissão, a utilização de pastilha de KBr é a mais recomendada para análise de sólidos, especialmente sob a forma de pó, todavia o preparo inadequado de amostras pode resultar em análises incorretas, vez que a qualidade do espectro é diretamente afetada pela qualidade do disco.

Erros no preparo de amostra podem ser facilmente evitados e, por este motivo, são apresentados nesta nota técnica os procedimentos necessários para obtenção de um bom espectro de infravermelho por transmissão com a utilização de pastilhas de KBr.

Para preparação de pastilhas de KBr (disco de 13 mm de diâmetro), os seguintes acessórios e materiais são necessários:

- ✓ Molde para pastilhas (P/N 202-32010)
- ✓ Prensa hidráulica (P/N 200-64175)
- ✓ Bomba de vácuo (P/N 261-79017)
- ✓ KBr, grau espectroscópico (P/N 202-34141)
- ✓ Almofariz e pistilo (P/N 200-93508)
- ✓ Espátula, balança e etanol

Alternativamente, pode-se preparar pastilhas de 4 mm de diâmetro com o acessório Mini prensa (Mini Hand Press MHP-1 P/N 200-66747), sem necessidade de utilização de prensa hidráulica ou bomba de vácuo.

## Procedimento para preparação de pastilha de KBr

1. Colocar 400 mg de KBr em um almofariz e moer até obtenção de um pó fino e homogêneo, de tamanho igual ou menor a 2,5  $\mu\text{m}$ . Para moagem rápida e eficiente pode-se utilizar um moinho elétrico (Wig-L-Bug).
2. Colocar de 2 a 4 mg de amostra (cerca de 0,5 a 1,0 % da quantidade de KBr) em um almofariz e moer até obtenção de um pó fino e homogêneo. Após moagem, misturar com o pó de KBr até obtenção de uma solução sólida homogênea.
3. Montar o molde conforme descrito no manual (Instruction manual for KBr tablet die, 206-96470K). Colocar quantidade suficiente da mistura de KBr e amostra no molde de amostra, aproximadamente 200 mg, sem excessos.
4. Pressionar o molde por cerca de 5-10 minutos, utilizando prensa hidráulica, a fim de formar a pastilha. Aplica-se em geral uma pressão de 8 toneladas, sob purga de vácuo no molde do pastilhador.
5. Desmontar o molde e retirar cuidadosamente o disco de KBr formado, evitando sua quebra e colocando-o imediatamente no suporte de pastilha.
6. Antes da leitura da amostra no espectrofotômetro é necessário realizar a leitura de background. Recomenda-se a utilização de background obtido com pastilha de KBr sem a presença de amostra. Entretanto deve-se observar que discos de KBr de diferentes espessuras e empacotamentos podem ter propriedades óticas muito distintas. Por tal motivo deve-se seguir um procedimento padrão para preparação dos discos de KBr. Eventualmente, pode-se utilizar dados de background obtidos da leitura sem pastilha de KBr.

## Notas

- ✓ Recomenda-se a utilização de KBr de boa qualidade, preferencialmente grau espectroscópico, armazenado em dessecador a vácuo.
- ✓ Quando for observado sinal de umidade no KBr, pode-se colocá-lo em estufa a 120-150 °C por 12-24 horas, mantendo em dessecador após retirada da estufa.
- ✓ Recomenda-se não manter o frasco de KBr aberto por tempo demasiado, em função da elevada higroscopicidade do material. Para evitar a absorção de umidade, recomenda-se a abertura do frasco de KBr sob iluminação direta de uma luminária.

- ✓ Partículas de KBr ou amostra maiores que 2,5 µm podem dispersar a radiação infravermelha, ocasionando possíveis variações de linha de base. Após a etapa de moagem, pode-se selecionar o tamanho de partícula passando-se o material triturado em uma peneira (inclusa no P/N 202-32010).
- ✓ Purga a vácuo do pastilhador durante a preparação da pastilha elimina possíveis contaminações com ar e umidade na amostra, resultando em um disco mais homogêneo.

Embora pouco reativo, KBr pode reagir com amostra quando são aplicados pressão e aquecimento, em especial no processo de moagem. Por este motivo recomenda-se a moagem de ambos separadamente.

Se o disco quebrar-se ao ser removido do molde, isto indica que o disco formado é muito fino, resultante da adição de pouca mistura KBr/amostra ou mesmo da aplicação de pressão em excesso. Pode-se corrigir este erro através da adição de mais amostra ou utilização de menor pressão para formação da pastilha.

Um disco de KBr pouco translúcido pode resultar em um espectro de baixa resolução, vez que pouca radiação infravermelha irá passar através deste.

Se o disco não se apresentar translúcido, isto pode ser resultante de diversos fatores:

- ✓ Distribuição desigual de amostra no molde.
- ✓ Amostra ou KBr em excesso.
- ✓ Água no disco.
- ✓ Aplicação de pressão insuficiente ou por um curto espaço de tempo.

Eventualmente pode ocorrer a formação de um disco de KBr opaco ou marrom, resultante de processo de oxidação da amostra.

Pontos brancos no disco de KBr indicam que a amostra não foi suficientemente triturada ou está pouco dispersa no pó de KBr.

Variações na linha de base são geralmente relacionadas à baixa dispersão da amostra na pastilha de KBr e a partículas de tamanho elevado, que promovem a dispersão do feixe infravermelho.