

## DESENVOLVIMENTO DE UMA METODOLOGIA ALTERNATIVA PARA ENSAIOS QUALITATIVOS DE SUBSTÂNCIAS VISCOSAS EM ESPECTRÔMETRO DE INFRAVERMELHO

SOARES, Lillian Amélia<sup>1</sup>, GIL, Eric de Souza<sup>2</sup>, REZENDE, Kênnia Rocha<sup>3</sup>

Palavras-chave: Infravermelho, Substâncias viscosas, Filme de PVC.

### 1- INTRODUÇÃO

A espectrofotometria é o processo instrumental de medição baseado nas propriedades de absorção, emissão e reflexão de energia eletromagnética em alguma região do espectro eletromagnético [PAVIA, 1996; SILVERSTEIN, 1987]. A espectroscopia do infravermelho (IV) compreende a região do espectro eletromagnético de comprimentos de onda variando de 0,75 a 1.000  $\mu\text{m}$ . A região do infravermelho entre 2,5 e 14,9  $\mu\text{m}$  ( $670$  a  $4000\text{ cm}^{-1}$ ) concentra o maior interesse dos químicos, embora as regiões do infravermelho próximo (0,75 a 2,5  $\mu\text{m}$ ) e do infravermelho distante (14,9 a 50  $\mu\text{m}$ ) venham angariando maior atenção, ultimamente. Absorções de energia desta magnitude, provocam perturbação nas frequências específicas das diferentes ligações químicas. Ou seja, a frequência de cada ligação corresponde a um nível vibracional e depende da superfície de energia potencial da molécula, da geometria molecular, das massas dos átomos e eventualmente do acoplamento vibrônico. Deste modo, grupos funcionais distintos apresentaram absorção com intensidade e em regiões distintas do espectro de infravermelho (Tabela-1), fazendo da espectrometria de infravermelho (IR), uma metodologia bastante útil na identificação de compostos orgânicos [MILMAN, 2006; SKOOG, 2002].

Tabela 1– Faixas de absorção e intensidade relativa para diferentes grupos funcionais

Grupo Funcional	Faixa de Absorção ( $\text{cm}^{-1}$ )	Intensidade
N-H	3500-3300	Fraca a forte
O-H	3650-2700	Variável alargada
C-H	3200-2800	Média a forte
C $\equiv$ C	2300-2100	Fraca
C $\equiv$ N	2300-2200	Forte
C=C	1600-1500	Variável
C=O	1760-1690	Forte
C-X	1100-550	Média a fraca

A partir da década de 80, a técnica tem evoluído bastante, destacando-se a substituição gradual de espectrômetros dispersivos, por espectrômetros com transformada de Fourier (FTIR) e o desenvolvimento de aplicações na região do infravermelho próximo (NIR) e distante (Tabela 2) [KAROUI, 2006; BODECCHI, 2005; BAULSIR, 1996]. A criação de vários acessórios, viabilizou a aplicação do IV a amostras sólidas, líquidas e gasosas. Além da prensa hidráulica, molde evacuável,

almofariz e pistilo (idealmente de ágata) todos para empastilhamento (confeção de pastilhas de KBr), outros acessórios úteis em rotinas de controle de qualidade incluem: células desmontáveis para líquidos e materiais viscosos, células seladas para líquidos, células para gases, cartões de amostras, kit para produção de filmes de polímeros, entre outros [SKOOG, 2002; VOGEL, 2002, WHO, 1997; SILVERSTEIN, 1987; HINITZ, 1970].

Tabela 2 – Principais aplicações da Espectrometria no Infravermelho

<b>Região</b>	<b>Técnica</b>	<b>Tipo de Análise</b>	<b>Tipo de Amostra</b>
IV próximo	Reflectância difusa	Quantitativa	Misturas sólidas ou líquidas
	Absorção	Quantitativa	Misturas gasosas
IV médio	Absorção	Qualitativa	Compostos puros sólidos, líquidos ou gasosos
	Absorção	Quantitativa	Misturas complexas
	Reflectância	Qualitativa	Compostos puros sólidos ou líquidos
	Emissão	Quantitativa	Amostras atmosféricas
IV distante	Absorção	Qualitativa	Espécies puras inorgânicas ou organometálicas

Todavia, o custo para aquisição de todos estes acessórios é relativamente alto, fato que muitas vezes inviabiliza a realização de medidas mesmo de líquidos viscosos. Assim, neste trabalho investigou-se um procedimento alternativo simples e barato para análise qualitativa de substâncias viscosas em espectrômetro de infravermelho, utilizando-se como base suporte para amostras viscosas filme de PVC. As vantagens do procedimento proposto são: a simplicidade, o baixo custo e a rapidez. Avaliações preliminares foram feitas comparando-se os espectros obtidos de amostras de lanolina e vitamina E em PVC com pastilhas de KBr bem como com dados da literatura.

## 2- METODOLOGIA

## 2.1 Preparo das pastilhas de KBr

O KBr Vetec<sup>®</sup> foi previamente dessecado e pulverizado em graal de ágata liso. Posteriormente procedeu-se compressão do pó em Prensa Hidráulica Perkin Elmer<sup>®</sup> para obtenção das pastilhas finas e transparentes. As pastilhas de maior espessura foram descartadas.

## 2.2 Análise em Pastilhas de KBr

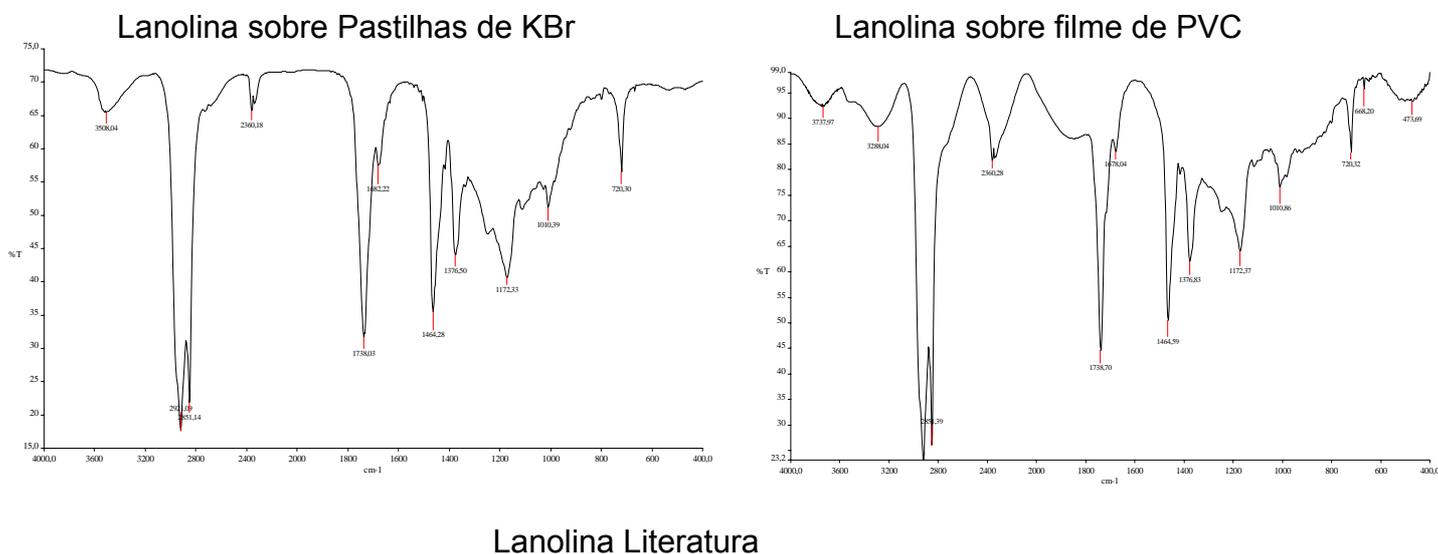
A amostra de Lanolina Anidra GALENA<sup>®</sup> e de Vitamina E (alfa-tocoferol) GALENA<sup>®</sup> foram colocadas sobre pastilhas de KBr, com auxílio de uma espátula, obtendo-se espessuras finas da amostra. A pastilha com a amostra foi colocada no compartimento de leitura do Espectrômetro de Infravermelho BX/RX Perkin Elmer<sup>®</sup>. A amostra foi analisada, sendo obtido o espectro da amostra. O procedimento foi realizado em triplicata.

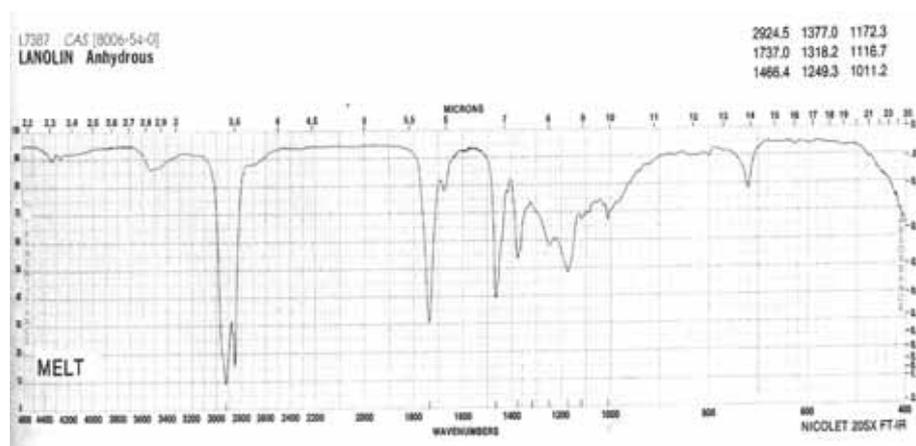
## 2.3 Análise sobre filme de PVC

Um filme de PVC de tamanho 2X2cm íntegro foi colocado no suporte para pastilhas do espectrômetro de forma permanecer bem tensionado. Sobre este filme foram colocadas as amostras de Lanolina Anidra e de Vitamina E, com auxílio de uma espátula, obtendo-se camadas bem finas da amostra. Fez-se a leitura das amostras em espectrômetro de infravermelho. O procedimento foi realizado em triplicata.

# 3- RESULTADOS E DISCUSSÃO

## 3.1 Comparação entre os espectros de Lanolina Anidra obtidos em pastilhas de KBr, Filme de PVC, e dados da literatura [ALDRICH LIBRARY, 1985]

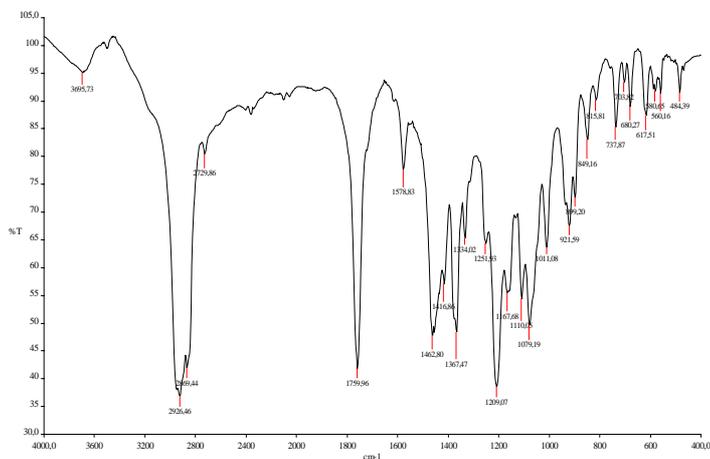




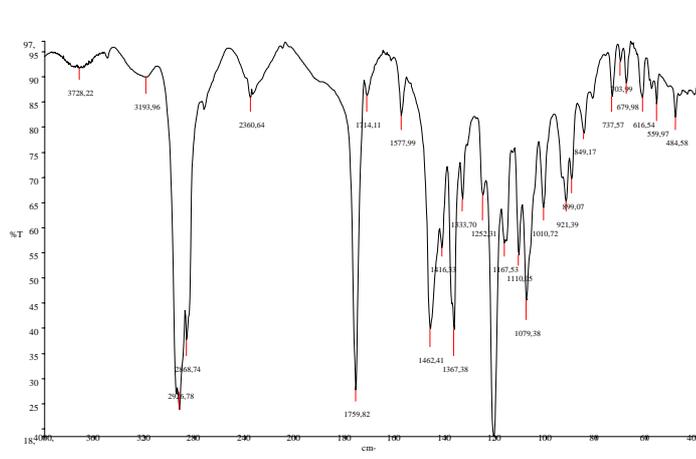
Comparando-se os espectros de Lanolina Anidra sobre diversos suportes: pastilhas de KBr, filme de PVC e com dados da literatura, podemos observar uma semelhança muito forte, evidenciado pela presença das bandas: 2924, 2851, 1737, 1464 $\text{cm}^{-1}$ , o que mostra claramente que a técnica sugerida, com utilização de filme de PVC, não interfere na qualidade dos espectros obtidos, garantindo sua aplicabilidade em ensaios qualitativos e quantitativos.

### 3.2 Comparação entre os espectros de Vitamina E obtidos em pastilhas de KBr, Filme de PVC e dados da literatura.

Vitamina E pastilhas de KBr

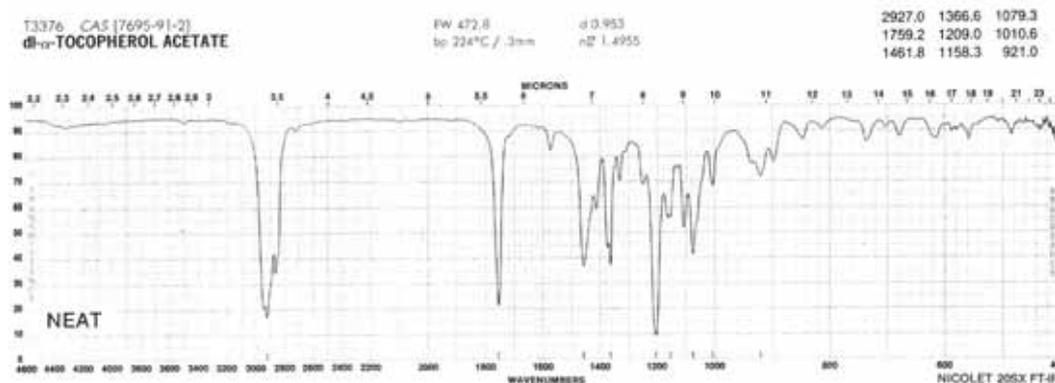


Vitamina E sobre filme de PVC



Vitamina E Literatura

SOARES, L. A.; GIL, E. S.; REZENDE, K.R. Desenvolvimento de uma metodologia alternativa para ensaios qualitativos de substâncias viscosas em espectrômetro de infravermelho. In: CONGRESSO DE PESQUISA, ENSINO E EXTENSÃO DA UFG - CONPEEX, 2006, Goiânia. *Anais eletrônicos do III Seminário de Pós-Graduação da UFG* [CD-ROM], Goiânia: UFG, 2006 n.p.



Através da comparação dos espectros obtidos sobre diversos suportes: pastilhas de KBr, filme de PVC e com dados da literatura não observamos diferenças significativas entre os espectros. Podemos observar as semelhanças através da obtenção de bandas características em todas as análises: 2927, 1759, 1462, 1367, 1209, 1010, 921 $\text{cm}^{-1}$ , assim, infere-se que a utilização do filme de PVC não interfere na qualidade dos espectros obtidos.

#### 4- CONCLUSÃO

As pastilhas de KBr para análise de substâncias viscosas apresentam como grande desvantagem a dificuldade de se obter discos de espessura homogênea, a probabilidade de ocorrência de fissuras e a dissolução do KBr além do tempo gasto para a obtenção das pastilhas. A metodologia proposta, com utilização do filme de PVC, é barata, mais rápida e mais fácil pois não necessita de procedimentos prévios para o filme.

#### 5- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Aldrich Library of FTIR Spectra, 3v, Milwaukee, 1985.

BAULSIR, C. F.; SIMLER, R. J. Design and evaluation of IR sensors for pharmaceutical testing, *Advanced Drug Delivery Reviews*, Vol. 21, Issue 3, 11 Oct 1996, Pag 191-203

BODECCHI L. M.; COCCHI, M.; MALAGOLI, M.; MANFREDINI, M.; MARCHETTI, A. Application of infrared spectroscopy and multivariate quality-control methods in PVC manufacturing, *Anal. Chim. Acta*, Vol554, Issues 1-2, 4 Dec 2005, Pag 207-217

HINITZ, H.J.; Inexpensive near-infrared and infrared cell holders for disposable liquid infrared cells, *Analytica Chimica Acta*, Volume 51, Issue 3, September 1970, Pages 548-553.

KAROUI, R.; BAERDEMAEKER, J. A review of the analytical methods coupled with chemometric tools for the determination of the quality and identity of dairy products, *Food Chemistry*, In Press, Corrected Proof, Available online 10 July 2006.

SOARES, L. A.; GIL, E. S.; REZENDE, K.R. Desenvolvimento de uma metodologia alternativa para ensaios qualitativos de substâncias viscosas em espectrômetro de infravermelho. In: CONGRESSO DE PESQUISA, ENSINO E EXTENSÃO DA UFG - CONPEEX, 2006, Goiânia. **Anais eletrônicos do III Seminário de Pós-Graduação da UFG** [CD-ROM], Goiânia: UFG, 2006 n.p.

MILMAN, B. L. Identification of chemical compounds. *Anal. Chem.* Vol 24, Issue 6, Jun 2005, Pag 493-508

PAVIA, D.L.; LAMPMAN, G.M.; KRIZ, G. S. Introduction to spectroscopy: A guide for students of organic chemistry. Philadelphia: Saunders, 1996. 511p.

SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X. Identificação Espectrométrica de Compostos Orgânicos. 6.ed. Rio de Janeiro: LTC Editora, 2000, 460p.

SKOOG, D.A.; HOLLER, F.J.; NIEMAN, T.A. Princípios de Análise Instrumental, 5a ed., Porto Alegre: Bookman-SBQ, 2002.

VOGEL, Análise Química Quantitativa, 6ª ed., Rio de Janeiro: LTC, 2002.

WHO (World Health Organization), Quality Assurance of pharmaceuticals, v. 1, 1997.

---

<sup>1</sup> Mestranda Ciências Farmacêuticas/Faculdade de Farmácia/ UFG. [lillianas@gmail.com](mailto:lillianas@gmail.com)

<sup>2</sup> Departamento de Controle Qualidade Físico-Químico/Faculdade de Farmácia/UFG. [ericsgil@farmacia.ufg.br](mailto:ericsgil@farmacia.ufg.br)

<sup>3</sup> Orientadora/ Faculdade de Farmácia/UFG. [kennia@farmacia.ufg.br](mailto:kennia@farmacia.ufg.br)