



## LOM3228 – Métodos Experimentais da Física I (1º semestre de 2019)

### LABORATÓRIO 2 CRIOSSORÇÃO: O FENÔMENO, DETERMINAÇÃO TEÓRICA E EXPERIMENTAL EM ZEOLITAS E CARVÃO ATIVADO.

Certas substâncias, como as zeolitas e o carvão ativado, têm uma superfície interna muito grande, e por isso são muito úteis no bombeamento criogênico, ou em temperatura ambiente, de gases. Alguns tipos de zeolitas e de carvões minerais ou vegetais chegam a ter centenas de metros quadrados de área interna por grama.

A propriedade adsorvente de um determinado material é caracterizada por sua isoterma de adsorção, que fornece, para uma dada temperatura de adsorção, a relação entre pressão e quantidade do gás adsorvida. Frequentemente, essa quantidade, chamada de  $C_N$ , é expressa em [Torr.litro/grama], nas CNTP.

Quando uma monocamada de gás é adsorvida, a área interna por grama do material **A**, pode ser calculada pela expressão:

$$A = N \cdot (d^2 / m) \quad (1)$$

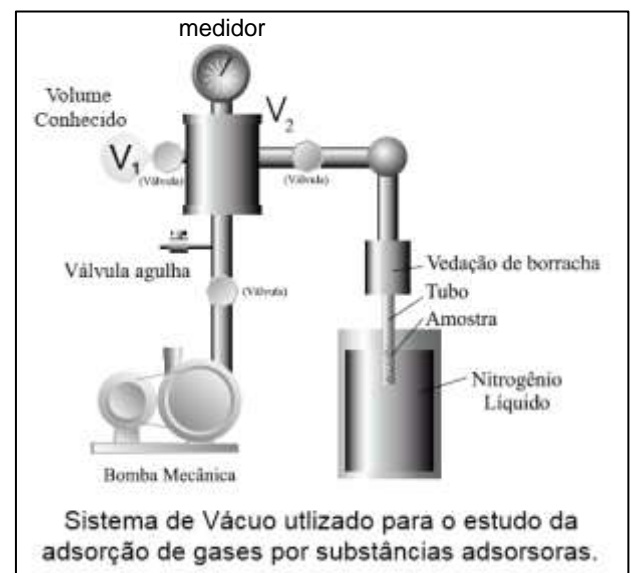
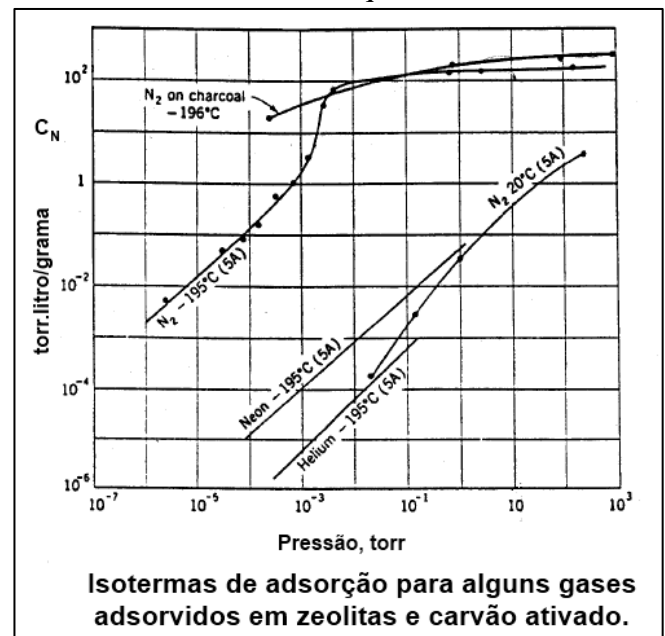
onde **N** é o número de moléculas adsorvidas, **d** o diâmetro da molécula adsorvida e **m** a massa do material adsorvente.

O objetivo deste experimento é estudar a adsorção de ar, que é composto essencialmente de  $N_2$  e  $O_2$ , por zeolitas do tipo Grace Worms 544H e por carvão mineral ativado (se o tempo de aula permitir).

O sistema de vácuo usado no experimento consiste de uma câmara de aço inox ligada por válvulas a um volume calibrado, a medidores Pirani e Penning, a uma válvula agulha e a uma bomba mecânica e, finalmente, a um tubo que contém a substância adsorsora.

FAÇA O EXPERIMENTO PELO SEGUINTE ROTEIRO:

1) PROCEDIMENTO PARA A DETERMINAÇÃO DO VOLUME  $V_2$  DA CÂMARA. Isso pode ser feito colocando-se uma pressão conhecida no volume calibrado ( $V_1$ ), fechando a válvula que o liga à câmara, evacuando a câmara, e fazendo uma expansão isotérmica. Lendo as pressões iniciais e finais determina-se o volume





desejado ( $V_2$ ). Como os alunos estarão divididos em grupos, cada grupo fará de 4 a 5 medidas e as disponibilizarão aos outros.

- 2) **ATIVAÇÃO DA SUBSTÂNCIA ADSORSORA.** Isto é conseguido aquecendo-se o tubo com um aquecedor conveniente (que pode ser um soldador ou um soprador de ar quente) enquanto o tubo está sendo evacuado com a bomba de vácuo. Após a ativação (cerca de 30 minutos), o tubo deve ser isolado, sob vácuo, do resto do sistema.
- 3) **ADSORÇÃO DE AR PELA SUBSTÂNCIA ADSORSORA.** Isola-se então a câmara da bomba de vácuo e, através da válvula agulha, admite-se certa quantidade de ar dentro da câmara. Sugerimos começar com uma pressão de 50 mbar. Coloca-se o tubo dentro do nitrogênio líquido, espera-se o equilíbrio térmico (10 minutos é suficiente), e faz-se a expansão do gás para o tubo. Ao entrar em contacto com a substância adsorsora ativada, o gás é adsorvido, e a pressão do sistema é abaixada. Faça a medição da pressão versus tempo ( $P \times t$ ) iniciando em intervalos de 1 minuto. Altere o intervalo de tempo (para mais ou para menos) se achar conveniente. Como a superfície interna do material adsorvente é muito grande, nessa primeira adsorção a pressão cairá a valores muito baixos, próximos do limite do Pirani. Repita novamente o processo, colocando mais pressão (moléculas), até obter uma pressão diferente da limite (geralmente na segunda ou terceira tentativa), sempre medindo  $P \times t$ . Com as variações de pressão medidas, utilizando a equação de estado dos gases ideais, calcula-se a quantidade de gás adsorvida  $N = n \cdot N_A$  que está em equilíbrio com a fase gasosa na pressão medida, onde  $n$  é o número de moles de nitrogênio (supondo majoritário no ar) e  $N_A$  é o número de Avogrado. **Este par  $N \times P$  é um ponto da isoterma de adsorção da substância na temperatura do nitrogênio líquido ( $77,15K = -196^\circ C$ ).** A partir de  $N$  obtenha um parâmetro mais usado, que denotaremos por  $C_N$  dado em unidades de [pressão]x[volume]/[massa], que é obtido através da razão  $P \cdot V/m$  onde  $P$  é a pressão atmosférica,  $V$  é o volume que as moléculas adsorvidas ocupariam nas CNTP e  $m$  é a massa do adsorvente. Demonstre que:

$$C_N = V_C \cdot (P_o - P_{eq}) / m \quad (2)$$

onde  $V_c$  é o volume da câmara,  $P_o$  é a pressão inicial na câmara e  $P_{eq}$  é a pressão final de equilíbrio.

Deve ser lembrado que no gráfico da isoterma, apresentado no início deste roteiro, a quantidade de gás é dada em termos de Torr.litro/grama (nas condições normais de temperatura e pressão, CNTP), para se comparar os dados experimentais com os obtidos aqui se deve usar o volume a  $0^\circ C$ . Esse procedimento deve ser feito com as zeolitas e com uma amostra de carvão ativado (caso haja tempo disponível). Com os dados de saturação, e sabendo que o diâmetro da molécula de  $N_2$  é  $3,7 \text{ \AA}$ , calcule a área interna por unidade de massa (em  $m^2/g$ ) para cada amostra, assumindo que a superfície interna do adsorvente está saturada com uma monocamada de gás. Faça uma análise crítica indicando possíveis causas de discrepâncias com os dados da literatura. Use os valores de  $R=83,374 \text{ mbar.L/(K.mol)}$  e  $N_A = 6,02 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ .

## ORIENTAÇÕES PARA O RELATÓRIO DO EXPERIMENTO 2

Nos RESULTADOS E ANÁLISE DE DADOS apresente o seguinte:

- 1) Apresentação sobre as zeolitas e o carvão. Formação na natureza e modos sintéticos de obtenção.
- 2) Volume  $V_2$  da câmara. Explicação da física do procedimento e cálculos. Tudo precisa incluir “erros”.
- 3) Tabela contendo a variação de pressão versus tempo, a quantidade de moléculas adsorvidas até a pressão final de equilíbrio e o parâmetro  $C_N$  ( $P \cdot V/m$ ) para as zeolitas e o carvão (mostre os cálculos).
- 4) Gráficos de pressão vs. tempo ( $P \times t$ ) para zeolitas e carvão. Compare seus resultados com os das curvas fornecidas no início do roteiro. Compare também com dados da literatura.
- 5) A área interna por unidade de massa  $A$  (em  $m^2/g$ ) das substâncias utilizadas. Compare com a literatura.