

Boggio, R.; Carugati, A.; Lodi, G.; Trasatti, S.; *J. Appl. Electrochem.* (1985) 15, 335.

Reverchon, A.; Ducamp, M.; *'Matemática su Personal Computer'*, Vol. 1, Ed. Tecniche Nove, Milão, (1986) chap. 6.

7. AGRADECIMENTOS

J.F.C.B. agradece ao PADCT/FINEP pelo auxílio financeiro recebido. O.L.B. agradece o CNPq pela bolsa de Doutorado. Os autores agradecem ao Prof. Dr. L. Degreve pelas úteis discussões.

NOTA TÉCNICA

CONSTRUÇÃO DE UMA CÂMARA SECA

Roque Rodrigues, Alfredo J. Zara e Luis O.S. Bulhões

*Laboratório Interdisciplinar de Eletroquímica e Cerâmica –
Departamento de Química – UFSCar; C. Postal 676; 13650 – São Carlos (SP).*

(Recebido em 22/6/88; cópia revisada em 7/12/88)

INTRODUÇÃO

As primeiras câmaras secas foram desenvolvidas para possibilitar o manuseio de substâncias higroscópicas, como tetracloreto de titânio ou zircônio que apresentam apreciáveis mudanças na composição química quando em contato com o ar.

É encontrado na literatura diversos projetos de construção de câmaras secas¹⁻⁴ cujas características, tais como, dimensões e quantidades residuais de água e oxigênio na atmosfera interior, dependem da finalidade pela qual esta foi construída. Diferentes tipos de câmaras secas são disponíveis comercialmente cujo custo depende do grau de sofisticação das mesmas.

A presente nota técnica descreve com detalhes a montagem de uma câmara seca para a realização de medidas eletroquímicas em meio não aquoso e manipulação de compostos higroscópicos.

DESCRIÇÃO DA MONTAGEM

A Figura 1, mostra os detalhes dos principais componentes da câmara seca. Basicamente, a câmara seca é composta de dois compartimentos cilíndricos construídos em aço inoxidável com 3 mm de espessura. O primeiro denominado de câmara principal Fig. 1 (1) com 570 mm de diâmetro interno e 600 mm de comprimento, o segundo denominado de antecâmara Fig. 1(2) com 225 mm de diâmetro interno e 300 mm de comprimento. Uma das vantagens de utilizar

o aço inoxidável na construção da câmara está associado à possibilidade de atingir pressões da ordem de $1,33 \times 10^{-1}$ Pa, o que permite reduzir substancialmente o conteúdo de água e oxigênio na atmosfera interior.

Nas extremidades deste tubo circular, foram soldadas duas flanges de aço de 15 mm de espessura utilizando-se de solda de argônio. A finalidade destas flanges é a de permitir a conexão das tampas laterais fixas Fig. 1(11) à câmara principal. Em cada flange foi torneada uma cavidade de 3 mm de profundidade e 6 mm de largura, para acomodar os anéis de vedação. Todos os anéis de vedação são de borracha nitrílica e foram adaptados entre as flanges, comprimidos por parafusos passantes de aço inoxidável.

No corpo principal encontra-se adaptado um visor circular de 184 mm de diâmetro; de vidro com 18 mm de espessura, sendo este disco fixado de forma semelhante as das flanges. Ficando o anel de vedação comprimido entre a superfície do vidro e uma flange de acrílico, sendo todo o conjunto fixado com parafusos do tipo allen.

As luvas colocadas na câmara principal são de butil-isopropeno (VAC – Vacuum Atmospheres Company-USA), e apresentam um vão livre de 170 mm e foram fixadas com flanges de forma análoga aos anéis de vedação.

A fonte de iluminação interna foi adaptada externamente à câmara, não sofrendo desta forma, os efeitos do vácuo quando do processo de retirada de gás da câmara principal. O uso de lâmpadas de filamento foi desprezada, pois a dissipação térmica destas lâmpadas, proporcionaram temperaturas internas na faixa de 30 a 35°C; temperaturas estas, consideradas inconvenientes. O problema de iluminação foi

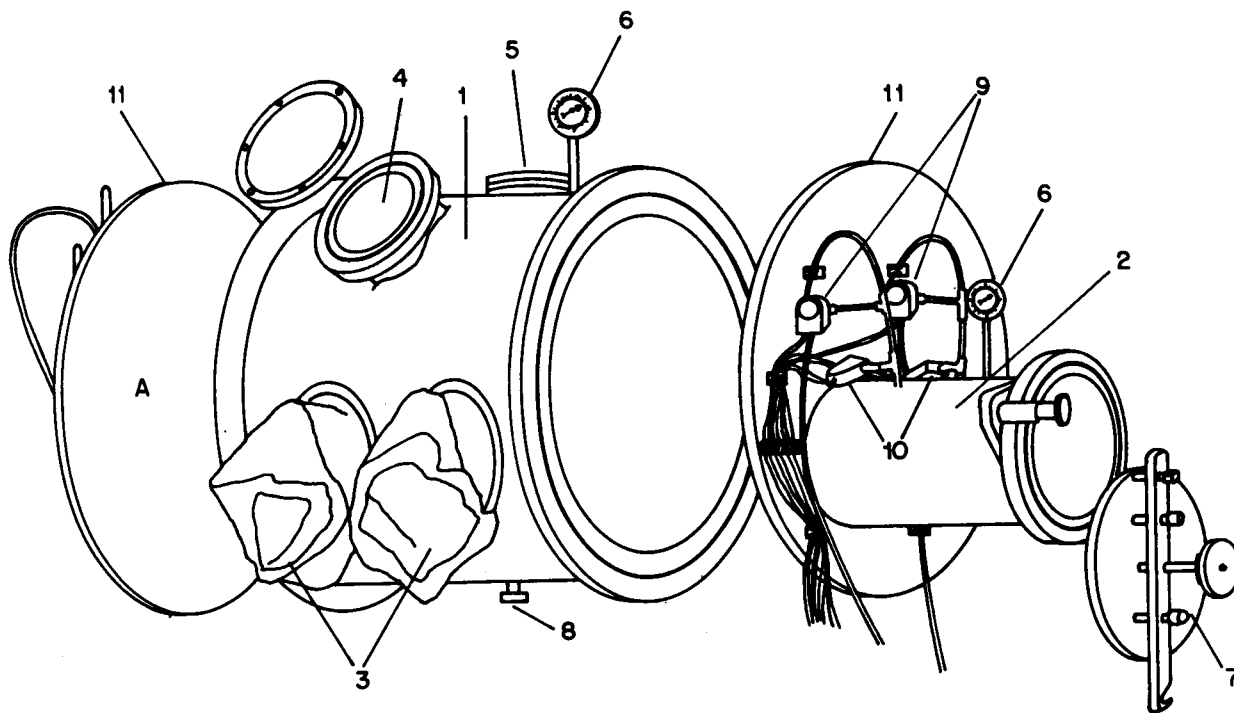


Figura 1. Desenho esquemático da câmara seca: (1) câmara principal; (2) antecâmara; (3) luvas; (4) visor; (5) iluminação; (6) manômetros; (7) tampa móvel externa; (8) válvula manual; (9) válvulas magnéticas de vácuo e gás da câmara principal; (10) válvulas magnéticas de vácuo e gás da antecâmara e (11) tampas laterais fixas.

resolvido a partir da utilização de uma lâmpada fluorescente do tipo H da Philips modelo PL 9, que proporcionou luminosidade e baixa dissipação térmica.

Encontra-se ainda no corpo principal da câmara, três dispositivos operacionais a relatar: suportes para os manômetros Fig. 1 (6), uma válvula manual Fig. 1 (8) e um sistema de circulação do gás interno Fig. 2.

Os manômetros podem operar com pressões maiores e/ou menores que a atmosférica, podendo-se desta forma, acompanhar as pressões internas tanto no processo de carga quanto em condições normais de operação da câmara. A válvula manual tem por finalidade, aliviar um excesso de pressão durante o período de operação, visto que, encontra-se adaptado a uma das tampas laterais, uma válvula para entrada de gás Fig. 2 (5), necessária para a passagem de argônio ou nitrogênio na solução da célula eletroquímica. Este borbulhamento proporciona no decorrer do tempo, um aumento da pressão interna, sendo necessário aliviar-lá para ordem inicial de $1,37 \times 10^4$ Pa.

O sistema de circulação da atmosfera interna é efetuada através da ventoinha (1) Fig. 2 e com as válvulas manuais para circulação (3a) abertas e (3b) fechadas, que permitem o fluxo do gás pelo catalizador contido no cartucho (2) Fig. 2. Este catalizador (BTS R3-11 BASF) é a base de cobre micropulverizado em uma matriz polimérica orgânica; e tem como finalidade remover o oxigênio originado da permeabilidade das luvas. Para minimizar a passagem do oxigênio pelas luvas, trabalha-se com uma pressão de gás no interior da câmara maior que a atmosférica da ordem de $3,44 \times 10^3$ a $6,89 \times 10^3$ Pa.

A regeneração do catalisador é realizada passando-se um fluxo de hidrogênio através do cartucho (2) Fig. 2, com as válvulas (3b) abertas. Durante este procedimento, uma manta de aquecimento eleva a temperatura no interior do tubo para aproximadamente 150°C mantendo as válvulas (3a) fechadas.

Os contatos elétricos foram feitos utilizando-se de conexões tipo BNC, fixos com parafusos e com anéis de borracha sendo utilizados para a vedação. Três destes conectores são utilizados para eletrodos de trabalho, auxiliar e de referência e mais dois conectores servem para a alimentação elétrica de qualquer outro equipamento que venha a ser colocado no interior da câmara.

Na tampa fixa localizada ao lado da luva direita, encontra-se soldada a antecâmara. Esta câmara auxiliar é semelhante à câmara principal, isto é, trata-se de um cilindro de aço inoxidável com duas flanges, sendo que uma delas encontra-se no interior da câmara principal e suporta uma tampa móvel interna (aço inoxidável de 15 mm de espessura e 280 mm de diâmetro); uma tampa móvel de iguais dimensões encontra-se na extremidade externa. Estas tampas móveis apresentam um sistema composto de um parafuso recartilhado com um tirante de aço inoxidável, com 310 mm de comprimento, 40 mm de largura e 20 mm de espessura, que são apoiados em dois pinos de aço inoxidável fixos na flange da antecâmara, comprimindo desta forma as tampas aos anéis de vedação.

Encontram-se ainda conectadas a tampa fixa direita Fig. 1 (9), duas válvulas magnéticas, correspondentes às entradas de gás e da bomba de vácuo. Estas válvulas são do

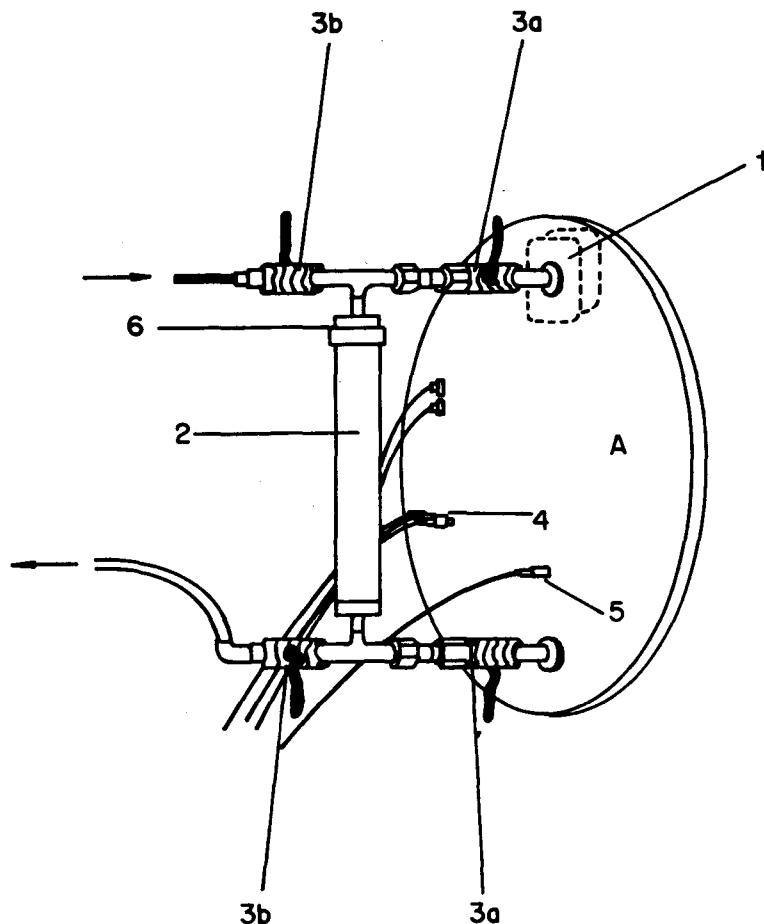


Figura 2. Desenho em detalhes da secção de purificação de gás; (1) ventoinha para circulação do gás; (2) cartucho com catalizador para retenção de oxigênio; (3) válvulas manuais para circulação; (4) contatos elétricos para a célula eletroquímica; (5) válvula para a passagem do gás na solução da célula eletroquímica; (6) junta de união para introdução e remoção do catalisador.

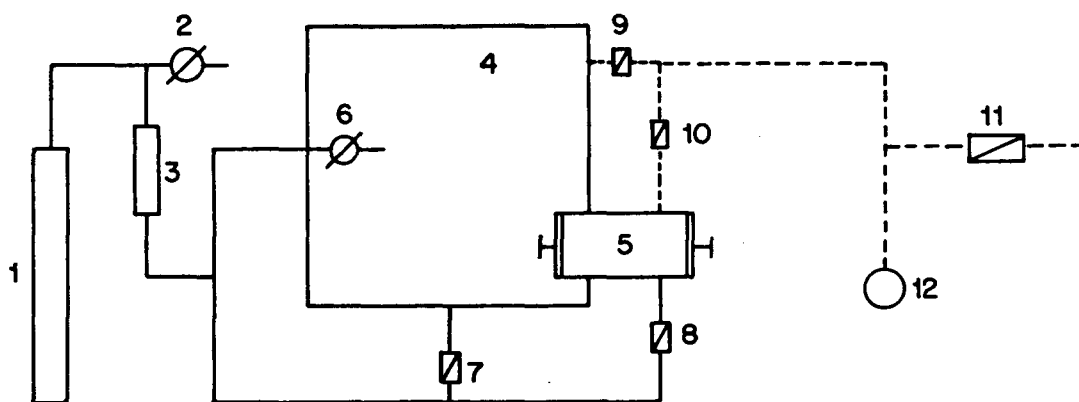


Figura 3. Desenho esquemático da rede de gás (—) e de vácuo (-----) da câmara seca: (1) cilindro de gás; (2) válvula de gás externa; (3) cartucho de aço inoxidável com peneira molecular de 3 Å; (4) câmara principal; (5) antecâmara; (6) válvula de gás interna para o borbulhamento na célula eletroquímica; (7) válvula magnética do gás da câmara principal; (8) válvula magnética do gás da antecâmara; (9) válvula magnética do vácuo da câmara principal; (10) válvula magnética do vácuo da antecâmara; (11) válvula magnética para a quebra de vácuo na rede e (12) bomba de vácuo.

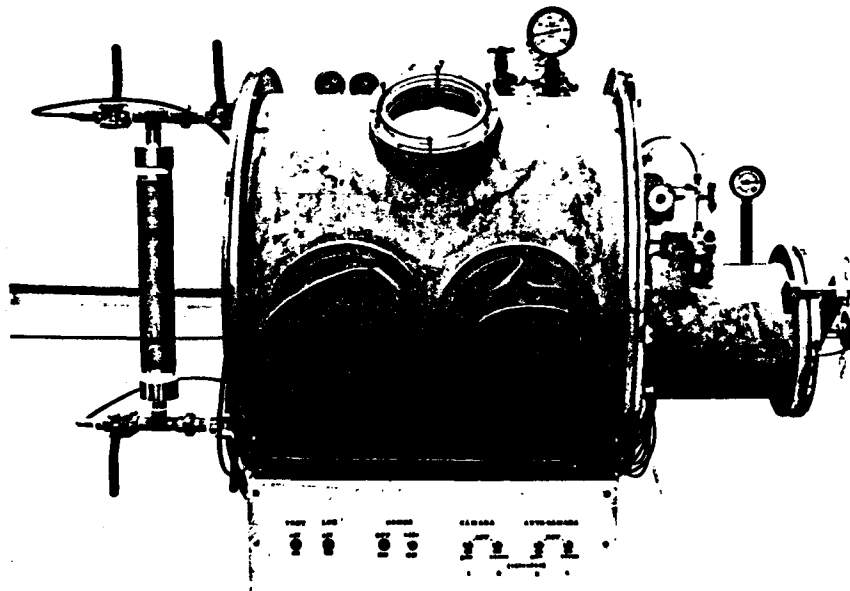


Figura 4. Câmara seca construída segundo o projeto descrito (vista frontal).

tipo solenóide com as seguintes características: conexão de 1/4 de polegada, orifício central de 3,2 mm, potência de 9 W e pressão máxima de $8,82 \times 10^6$ Pa.

O processo de purgação da câmara principal é realizado através da fixação de duas tampas de aço inoxidável (10 mm de espessura), contendo seus respectivos anéis de vedação, sobre as flanges de fixação das luvas; as quais evitam que as luvas inflem pela diferença de pressão.

Os manômetros (6) Fig. 1 permitem o controle das pressões internas da câmara principal e da antecâmara.

Um desenho esquemático da rede de gás e da linha de vácuo na câmara seca é mostrado na Figura 3.

A Figura 4, mostra a câmara seca construída em condições de operação (vista frontal).

DESEMPENHO

Testes de retenção de vácuo durante o processo de carga, tem mostrado que para pressões da ordem de $13,33$ Pa, nenhuma variação significativa da pressão interna da câmara é

observada durante vários dias, demonstrando desta forma, a eficiência do sistema de vedação. Por outro lado, utilizando-se argônio, tem sido possível manipular lítio metálico sem qualquer alteração superficial, o que justifica os baixos teores de umidade e de oxigênio no interior da câmara.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao apoio financeiro da FINEP e à FAPESP (A.J.Z.-85/2495-5).

BIBLIOGRAFIA

- 1 Shriver, D.F.; "The Manipulation of Air-Sensitive Compounds", McGraw-Hill; New York (1969).
- 2 Tyrre, S.Y. Jr.; *J. Chem. Educ.* (1954) 31, 603.
- 3 Gibb, R.P.; *Anal. Chem.* (1957) 29, 584.
- 4 Johnson, R.E.; *J. Chem. Educ.* (1957) 34, 80.