

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO TEMPO E DA TEMPERATURA DE EXPOSIÇÃO
SOBRE A SORÇÃO DE HNO_3 CONCENTRADO PELO CHROMOSORB T.

Marcelo Sartoratto e Isabel Cristina Sales Fontes Jardim
Instituto de Química, Departamento de Química Analítica,
Universidade Estadual de Campinas, Caixa Postal 6154,
13081 - Campinas - SP

ABSTRACT - THE INFLUENCE OF CONTACT TIME AND TEMPERATURE ON THE SORPTION OF CONCENTRATED NITRIC ACID BY CHROMOSORB T. Chromosorb T is a sorbent, based on PTFE, which is used as a support for stationary phases used in Gas Chromatography (GC). When treated with concentrated nitric acid, for example to remove contaminants sorbed on the surface, significant amounts of nitric acid are sorbed into the Chromosorb T particles. The quantity sorbed is shown to increase to a plateau (saturation) level as a function of time (at 50°C) or temperature (at 40 min.)

O Chromosorb T é um suporte de fase líquida a base de politetrafluoretileno (PTFE) usado como fase estacionária para recheio de colunas em Cromatografia Gasosa (CG). O Chromosorb T é utilizado por ter uma superfície altamente inerte, sendo por isso útil nas análises de compostos tais como água, hidrazina e dióxido de enxofre. Sua utilização é verificada apesar de resultar em colunas menos eficientes, (em comparação a outros suportes) devido as dificuldades de adesão da fase líquida na sua superfície¹. A temperatura afeta as propriedades físicas do Chromosorb T. Seu ponto de fusão é de 327°C , sua de composição inicia-se a 290°C , sob uso prolongado, funde-se a 250°C e sua superfície específica é de $78 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$.

Uma vez que nas análises por CG o uso da temperatura faz-se necessário e sabendo-se que as propriedades físicas do Chromosorb T variam com este parâmetro e que o PTFE não é totalmente inerte ao ataque químico^{3,4}, o objetivo deste trabalho é estudar a influência do tempo e da temperatura na sorção de HNO_3 concentrado por este tipo de suporte.

PARTE EXPERIMENTAL

A influência do tempo e da temperatura na quantidade de HNO_3 sorvido pelo Chromosorb T foi analisada ao submeter-se a proximadamente 0,2200 g do Chromosorb T ao ataque de 5 ml de HNO_3 concentrado de duas maneiras: 1) aquecendo-se por 40 minutos a temperatura de 10 a 150°C ; 2) mantendo-se a temperatura constante em 50°C e variando-se o tempo de 2,5 a 80 minutos. Em ambos os casos, terminado o aquecimento, descartou-se o ácido e lavou-se o Chromosorb T com água destilada. A seguir, adicionou-se 5,00 ml de solução de NaOH 0,1025 M e aqueceu-se a 50°C por 40 minutos. Resfriou-se a solução e titulou-se com HCl 0,1012 M para determinar a quantidade de solução de NaOH neutralizada pelo HNO_3 liberado do suporte.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

As figuras 1 e 2 mostram respectivamente a influência do tempo (a 50°C) e da temperatura (a 40 min.) de aquecimento na sorção de HNO_3 concentrado pelo Chromosorb T.

Analisando-se as figuras 1 e 2, verifica-se que a medida que se aumenta o tempo ou a temperatura, aumenta-se o número de micromoles de ácido concentrado sorvido pelo Chromosorb T, até atingir um patamar, onde o grau de sorção apresenta-se constante, provavelmente devido a uma saturação do suporte.

A porcentagem mínima (72,28 μmoles de NaOH neutralizado ou seja 14,1% de HNO_3 sorvido) e máxima de sorção (269,6 μmoles de NaOH neutralizado ou seja 52,6% de HNO_3 sorvido), quando se variou a temperatura de aquecimento, foram registradas nas temperaturas de 10°C e 130°C respectivamente, para um tempo de exposição de 40 minutos.

Ao variar o tempo de exposição, mantendo uma temperatura de aquecimento de 50°C , verificou-se que a porcentagem mínima de sorção (82,40 μmoles de NaOH neutralizado ou seja 16,1% de

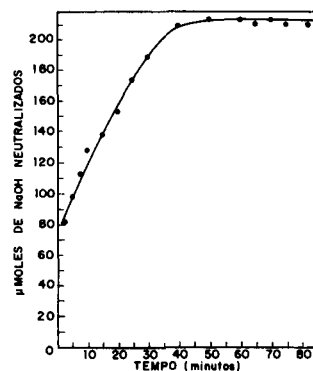


Figura 1 - Influência do tempo de exposição na sorção de HNO_3 pelo Chromosorb T.

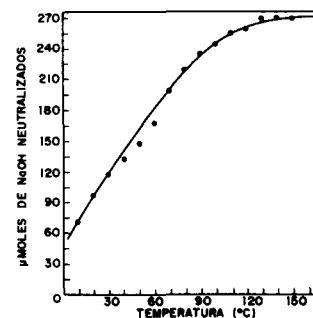


Figura 2 - Influência da temperatura de aquecimento na sorção de HNO_3 pelo Chromosorb T.

HNO_3 sorvido) ocorreu em 2,5 minutos e a porcentagem máxima de sorção (214,0 μmoles de NaOH neutralizado ou seja 41,7% de HNO_3 sorvido) em 50 minutos de aquecimento.

Sendo que em CG as análises são realizadas utilizando-se aquecimento da coluna e que o Chromosorb T não é totalmente inerte como se supunha⁴ e considerando também que o recobrimto com a fase líquida sempre deixa exposta uma área de superfície do suporte considerável, existe grande probabilidade que determinados componentes de uma amostra ao passarem pela coluna cromatográfica fiquem adsorvidos nestes sítios ativos, causando erros em análises cromatográficas quantitativas.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a FAPESP e ao CNPq, pelo apoio recebido para o desenvolvimento deste trabalho.

REFERÊNCIAS

- Collins, C.H.; Braga, G.L.; Bonato, P.S., "Introdução a Métodos Cromatográficos", 4ª ed., editora UNICAMP, Campinas (1990), pp. 148-150.
- Alltech Associates Inc., "Chromatography", catálogo nº 200, USA (1989) pp. 150.
- Jardim, I.C.S.F.; Sartoratto, M.; Saliba, P.R.; Archundia, C.; Collins, K.E., Appl. Radiat. Isot. (1989), 40, 643.
- Sartoratto, M.; Saliba, P.R.; Jardim, I.C.S.F.; Collins, K.E., Ciência e Cultura (Supl.) (1989), 41, 350-351.