

PRODUÇÃO ELETROQUÍMICA DE GÁS CLORO EM ESCALA DE LABORATÓRIO PARA O TRATAMENTO DE AMOSTRAS

Francisco G. Emmerich, Alfredo G. Cunha e Milton K. Morigaki

Departamento de Física e Química, Universidade Federal do Espírito Santo, 29060-900 - Vitória - ES

Recebido em 20/2/92; cópia revisada em 4/8/92

An electrochemical low cost experimental set-up to produce chlorine gas for sample treatments is described. The apparatus is simple and original, specially in respect to its glass components conception. This set-up can be suitable for laboratories with limited facilities and financial resources.

Keywords: chlorine, sample treatments, electrochemistry.

1. INTRODUÇÃO

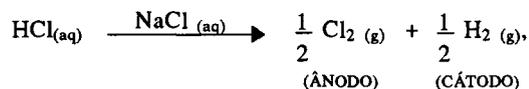
O cloro é um gás diatômico, altamente tóxico e oxidante. Ele é utilizado industrialmente no tratamento de diversos materiais, como o de água potável para consumo residencial e o de polpa de papel no processo de branqueamento, e em laboratórios de pesquisa, para remover certos elementos ou impurezas de alguns materiais, como é o caso dos tratamentos à Bright-Singer¹, onde este gás passa a altas temperaturas retirando o silício presente em amostras carbonosas.

O envolvimento de nosso laboratório com o processo de produção de gás cloro ocorreu durante o desenvolvimento de um trabalho científico com materiais carbonosos², em que foi necessária a realização de tratamentos de purificação à Bright-Singer. Como havia a intenção de se realizar estes tratamentos no nosso próprio Departamento, e como existiam dificuldades financeiras para aquisição de válvulas, reguladores, conexões e cilindro anticorrosivos, e do próprio gás, decidiu-se produzir o cloro eletroquimicamente no próprio laboratório.

2. ASPECTOS CONSTRUTIVOS E OPERACIONAIS

2.1 Concepção experimental

Para a obtenção do gás cloro, utilizou-se a eletrólise de uma solução aquosa de ácido clorídrico (HCl) e cloreto de sódio (NaCl), segundo a reação:



o que indica que o cloro obtido neste experimento é fundamentalmente originário da eletrólise do HCl. A utilidade do NaCl é permitir que se trabalhe com uma solução eletrolítica de baixa concentração de ácido clorídrico, tendo-se ao mesmo tempo boa condutibilidade elétrica. Isso explica a não utilização da eletrólise apenas com HCl na solução aquosa, o que iria requerer uma concentração mais elevada de HCl, que procurou-se evitar, pois este ácido corrosivo é inclusive volátil.

Deve-se mencionar que não se utilizou a eletrólise de uma solução aquosa apenas com NaCl, pois caso assim fosse procedido, deveria-se separar os espaços anódico e catódico por processos como o do diafragma, do mercúrio, ou da campânula³; optou-se por uma montagem experimental mais simples, sem os complementos que seriam necessários nesses processos. Por outro lado, não se utilizaram métodos químicos convencionais com reagentes como dióxido de manganês e ácido

clorídrico, por apresentarem maiores dificuldades em se controlar a taxa de produção de cloro por um período prolongado de tempo, como foi requerido nos tratamentos à Bright-Singer.

Na Fig. 1 é fornecido um desenho esquemático geral da montagem experimental utilizada. Pode-se separar o sistema experimental em quatro partes. Na primeira delas (Fig. 1a) o gás é produzido; ela é formada pela cuba eletrolítica e pelo sistema de potência elétrica. A segunda parte (Fig. 1b) constitui-se no estágio de purificação do gás; ela é composta por um borbulhador com ácido sulfúrico concentrado que retém principalmente vapor d'água arrastado pelo cloro e que também serve para medir a vazão deste gás, o que é feito pela contagem temporal do número de bolhas. Na terceira parte (Fig. 1c) a amostra se situa para ser tratada pelo cloro; ela é constituída por um tubo de vidro ou quartzo com entrada e saída para o gás. Na quarta e última parte (Fig. 1d) o gás é eliminado, para que não atinja o meio-ambiente, o que é conseguido colocando-se a tubulação de saída do cloro no interior de uma solução de hidróxido de sódio.

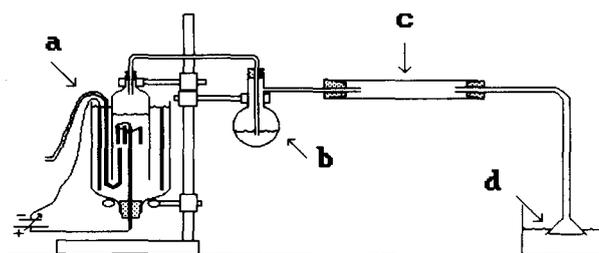


Figura 1. Desenho esquemático do sistema experimental de produção de cloro e tratamento de amostras.

- a. cuba eletrolítica e fonte de potência elétrica;
- b. borbulhador com ácido sulfúrico concentrado;
- c. tubo de quartzo onde a amostra é tratada com cloro;
- d. solução de NaOH para a eliminação do cloro.

2.2 Cuba eletrolítica e eletrodos

Na Fig. 2 é mostrada em maiores detalhes a cuba eletrolítica. A parte externa foi feita a partir de um garrafão de 5 litros (Fig. 2g), cortado rente à base e usado invertidamente, para permitir a introdução da fiação do ânodo.

O cátodo (Fig. 2a) foi construído com uma chapa fina de cobre de 1 mm de espessura, tendo o formato de uma superfície lateral cilíndrica com cerca de 14 cm de diâmetro e 11 cm de altura.

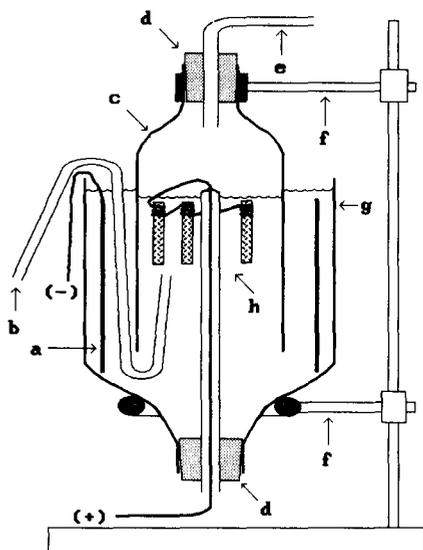


Figura 2. Cuba eletrolítica (corte transversal).

- a. cátodo;
- b. tudo em "J" para introdução de gás inerte de lavagem;
- c. garrafa de vidro transparente (sem fundo) para canalizar o cloro;
- d. conexão com rolha plástica perfurada;
- e. tubo de vidro para a saída do cloro;
- f. suporte mecânico de fixação;
- g. garraão de vidro de 5 litros (sem fundo);
- h. ânodo;
- +. fio de cobre de ligação do ânodo;
- . fio de cobre de ligação do cátodo.

O ânodo (Fig. 2h) é mostrado em detalhes na Fig. 3. Ele é constituído por três bastões (eletrodos) de grafite com cerca de 8 cm de comprimento e 0,6 cm de diâmetro. Cada eletrodo de grafite (Fig. 3a) é seguro por um fio de cobre, onde se fazem espirais como mostrado na Fig. 3b, de forma que entre o eletrodo e o fio haja um bom contato elétrico.

Deve-se passar uma cola do tipo epóxi (por exemplo, *Cascopox* ou *Araldite transparente*) em toda a extensão do fio de cobre que fica em contato com a solução eletrolítica, bem como na extremidade superior do tubo de vidro por onde se dá a passagem do fio (Fig. 3c), sendo que neste ponto deve haver cola suficiente para que o líquido da solução não penetre no tubo de vidro.

Por questão de segurança contra a corrosão do cloro, que ataca a maioria dos materiais⁴, deve-se revestir a região do fio de cobre que está envolto pela cola epóxi com fita teflon, de forma que apenas grafite, vidro e teflon fiquem em contato direto com este gás. O revestimento com teflon deve ser feito antes da cola estar completamente seca, para que ele fique preso à cola epóxi e evite que o cloro atinja a cola e o fio.

Deve-se mencionar que para a confecção do ânodo, embora pudesse ser utilizado um material mais elaborado como aqueles dos "Ânodos Dimensionalmente Estáveis" (DSA), que apresentam alta resistência ao cloro nascente e maior rendimento de cloro gerado por corrente elétrica consumida, optou-se, neste trabalho, pelo grafite (material ainda utilizado em plantas industriais) devido à sua disponibilidade imediata.

A solução eletrolítica foi preparada com 3 litros de água destilada, 600 g de NaCl e cerca de 100 ml de HCl concentrado. Deve-se monitorar o pH da solução eletrolítica (por exemplo, com papel de tornassol), adicionando-se HCl quando necessário, para garantir um pH ácido.

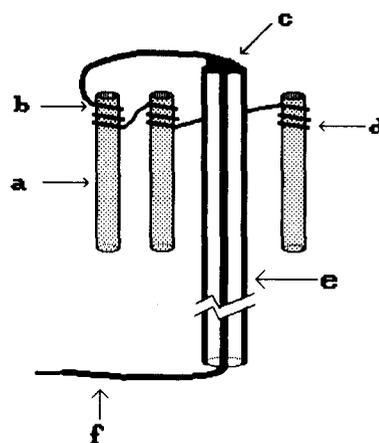


Figura 3. Ânodo.

- a. bastão (eletrodo) de grafite;
- b. espiral de cobre para fixação do bastão;
- c. extremidade superior do tubo de vidro por onde passa a fixação do ânodo (vedada com cola epóxi);
- d. extremidade do fio de cobre de ligação do ânodo;
- e. tubo de vidro por onde passa a fixação do ânodo;
- f. fio de cobre de ligação do ânodo (bitola 14 AWG ~ 1,5 mm²).

2.3 Vidraria complementar

As conexões entre as peças de vidro foram feitas com rolhas plásticas perfuradas (Fig. 2d). As rolhas e as superfícies dos tubos de vidro que ficaram encaixadas nos furos das rolhas foram revestidas com fita teflon, a qual, além de formar uma proteção anticorrosiva para as rolhas, também ajudou no ajuste de estabilidade mecânica e de vedação hidráulica e gasosa do sistema.

A finalidade do tubo fino de vidro em forma de "J" (Fig. 2b) foi a de permitir a conexão do espaço anódico com um gás inerte de lavagem.

A tubulação de vidro, no ponto de contato do cloro com a solução de NaOH (Fig. 1d), foi alargada para haver uma maior superfície de contato entre o gás e a solução, assumindo a forma de um funil invertido.

2.4 Sistema de alimentação elétrica

Utilizou-se uma fonte de potência elétrica DC marca MLW Elektrolyser. A diferença de potencial entre o ânodo e o cátodo foi estabelecida na faixa de 10 a 12 V, obtendo-se uma corrente entre 8,5 e 9,5 A. Assim, as densidades médias de corrente anódica e catódica foram respectivamente de 0,20 e 0,010 A/cm². Nestas condições, obteve-se uma vazão de cloro, medida no borbulhador com ácido sulfúrico, de cerca de 100 bolhas por minuto (~ 25 cm³/min).

Vale a pena observar que a própria fonte de potência elétrica do sistema é que liga e desliga o fluxo de cloro, vindo portanto a ter o papel importante que seria desempenhado pelas válvulas de pressão anticorrosivas numa instalação onde se usasse cilindro pressurizado de cloro. Esta característica do sistema de produção de cloro pelo método eletroquímico também se constitui numa vantagem em relação ao processo de produção de cloro com reagentes convencionais.

3. RESULTADOS E CONCLUSÕES

Com o sistema eletroquímico desenvolvido, empregando-se sob condições estacionárias de funcionamento uma corrente de

9,0 A, densidade de corrente anódica de 0,20 A/cm² e catódica de 0,010 A/cm², obteve-se uma vazão de gás cloro de cerca de 25 cm³/min, que é suficiente para vários tipos de aplicações de tratamento de amostras em escala de laboratório.

Como a geração do cloro por eletrólise vem normalmente acompanhada da oxidação de água (gerando O₂), e como poderia-se eventualmente supor que o H₂ gerado no cátodo atingiria o espaço anódico, foi feita uma determinação da pureza do cloro gerado, sob condições estacionárias de funcionamento do sistema, em relação a estes dois gases, utilizando-se um cromatógrafo a gás (Carle Gas Chromatograph), cujo cromatograma indicou 1,55 de O₂ e H₂ ausente (< 0,1%). Estes valores mostram que a qualidade do gás cloro gerado é satisfatória e que não ocorre a incorporação de H₂ aos produtos da reação anódica; observa-se inclusive que o teor de O₂ está um pouco abaixo daquele verificado em plantas industriais (~ 2%).

Crê-se que este sistema pode ser útil, principalmente para laboratórios que não disponham de muitos recursos.

AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pelo apoio financeiro parcial, ao Prof. L. C. Machado pelas discussões, ao aluno J. C. C. Freitas pelo auxílio na execução dos tratamentos, e à Aracruz Celulose S.A. (Departamento de Controle Técnico) pela análise cromatográfica.

REFERÊNCIAS

1. Bright, A. A.; Singer, L. S.; *Carbon* (1979), **17**, 59.
2. Emmerich, F. G.; Rettori, C.; Luengo, C. A.; *Carbon* (1991), **29**, 305.
3. Ohlweiler, O. A.; "*Química Inorgânica*", vol. 2, Edgard Blücher, São Paulo (1971), pp. 445-447.
4. SA White Martins; "*Catálogo de Gases Especiais*", Divisão de Gases Especiais da SA White Martins, Rio de Janeiro (1989), p. 96.