



Mestrado Integrado em Ciências Farmacêuticas

Unidade Curricular: **Física Aplicada**

Aulas Laboratoriais

Trabalho laboratorial n.º 1

Adsorção na Interface sólido-líquido

ESTUDO DA ADSORÇÃO DO ÁCIDO ACÉTICO PELO CARVÃO ATIVADO. ISOTÉRMICA DE ADSORÇÃO. DETERMINAÇÃO DE UMA ÁREA ESPECÍFICA.

Neste trabalho procede-se ao estudo da adsorção do ácido acético (adsorvato) pelo carvão vegetal ou carvão ativo (adsorvente) em função da concentração do ácido acético. Pretende-se, com os dados experimentais obtidos, efetuar o traçado da isotérmica de Freundlich e dela deduzir os parâmetros relacionados com a intensidade de adsorção e determinar a área específica do adsorvente sólido.

1.1 - BREVE REFERÊNCIA A ALGUNS CONCEITOS FUNDAMENTAIS

A **adsorção** é um fenómeno de acumulação de uma substância numa interface (superfície de separação de duas fases). Ocorre com todos os tipos de interface, tais como gás-sólido, líquido-sólido, líquido-gás, líquido α -líquido β .

Existem dois tipos principais de adsorção: a adsorção física e a adsorção química. A adsorção física é não específica, rápida e reversível. O adsorvato encontra-se ligado à superfície somente por forças de Van der Waals (forças dipolo-dipolo e forças de polarização, envolvendo dipolos induzidos). A adsorção química é específica e envolve a formação de um composto bidimensional como, por exemplo, quando gases entram em contacto com superfícies metálicas limpas.

A quantidade de substância adsorvida na superfície decresce com o aumento da temperatura, já que todos os processos de adsorção são exotérmicos. A uma temperatura constante a quantidade adsorvida aumenta com a concentração do adsorvato (em solução ou na fase gasosa), e a relação entre a quantidade adsorvida (x) e a concentração (c) é conhecida como **Isotérmica de adsorção**.

Somente para concentrações muito baixas é que x é proporcional a c . Geralmente a quantidade adsorvida aumenta menos do que proporcionalmente à concentração, devido à saturação gradual da superfície.

Um dos modelos teóricos mais simples de adsorção é o de Langmuir, que foi proposto para descrever a adsorção de gases em sólidos. Este modelo supõe que a superfície do sólido é coberta por um grande número de sítios (locais ativos), sendo que cada sítio pode ser ocupado por uma molécula adsorvida. Os sítios são todos equivalentes e considera-se que as moléculas adsorvidas não interagem umas com as outras nem saltam de um sítio para outro. Além disso, a adsorção completa-se quando os sítios forem ocupados, correspondendo a uma monocamada de adsorvato. A equação correspondente à **Isotérmica de Langmuir** é:

$$\left(\frac{x}{m}\right) = a.b \frac{c}{(1 + b.c)}$$

que também pode ser escrita como:

$$\frac{c}{\left(\frac{x}{m}\right)} = \frac{1}{a.b} + \frac{c}{a}$$

onde "**m**" é a massa do sólido (adsorvente), "**a**" é uma constante que está relacionada com a área do sólido, sendo uma medida da capacidade de adsorção do adsorvente para um dado adsorvato, e "**b**" é outra constante, relacionada com a entalpia de adsorção.

Em outros casos o sistema pode ser descrito pela **Isotérmica de Freundlich**, que corresponde a uma equação do tipo:

$$\left(\frac{x}{m}\right) = k.c^{\left(\frac{1}{n}\right)} \quad \text{onde } n < 1$$

Esta equação também pode ser escrita de forma a fornecer uma reta:

$$\log\left(\frac{x}{m}\right) = \log k + \left(\frac{1}{n}\right) \log c$$

O expoente "**1/n**" é adimensional, tem valor maior do que um e está relacionado com a intensidade da adsorção.

Os anestésicos locais atuam por adsorção e, em geral, seguem a isotérmica de Freundlich, sendo que o tamanho e a estrutura da molécula de anestésico influenciam a intensidade de adsorção.

Na isotérmica de Freundlich, o valor de **x** representa a massa da substância adsorvida; **m** é a massa do adsorvente sólido, em gramas; **c** é a concentração do adsorvato no equilíbrio (mol.L⁻¹); **K** e **n** são constantes características do adsorvente e do soluto a uma dada temperatura.

A extensão da adsorção depende grandemente da natureza específica do sólido, das moléculas a serem adsorvidas, e é uma função da pressão ou da concentração do adsorvato, e da temperatura. Em geral, a quantidade de soluto adsorvido por unidade de massa de adsorvente é uma função da concentração do soluto presente na solução. Neste caso a adsorção é monomolecular.

Nesta situação e se aplicarmos a isotérmica de Langmuir teremos:

$$\frac{C}{N} = \frac{C}{N_m} + \frac{1}{KN_m}$$

em que: C é a concentração do adsorvato no equilíbrio; N é o n.º de moles de soluto adsorvidos por grama de adsorvente; N_m é o n.º de moles de soluto por grama de adsorvente necessários para atingir a saturação e K é uma constante característica da temperatura.

Relacionando o valor de C/N com N_m , é possível o cálculo de N_m através da representação gráfica da função:

$$\frac{C}{N} = f(N_m)$$

A área específica, A , do adsorvente, para um dado soluto adsorvido é dada por:

$$A = N_m \times L \times A_m \times 10^{-20}$$

em que A é a área específica do adsorvente sólido ($\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$); L é a constante de Avogadro e A_m é a área de superfície de uma molécula (no caso do ácido acético $\approx 21 \text{ \AA}$); N_m é a capacidade da monocamada (moles/g).

1.2 – EXECUÇÃO LABORATORIAL

1.2.1 – Material e Reagentes

- 7 matrizes de 250 mL
- 7 gobelés de 100 mL
- 7 matrizes de 250 mL com rolha
- 1 bureta automática
- 1 pipeta volumétrica de 10 mL
- 1 pipeta volumétrica de 25 mL
- 1 pipeta volumétrica de 50 mL
- 6 balões volumétricos de 100 mL
- Papel de filtro
- Papel para pesagem
- Solução de ácido acético ± 1 M
- Solução padrão de hidróxido de sódio 0.9999 M
- Carvão ativado
- Fenolftaleína

1.2.2 – Modo de proceder

1 – Pese seis amostras de 2 g de carvão ativo, previamente tratado, e transfira-as para os matrizes com rolha (não demore muito ao fazer as pesagens, para evitar a adsorção das impurezas do ambiente do laboratório). Anote o valor de cada pesagem e o n.º do erlenmeyer a que adicionou o carvão pesado.

Nota: Utilize a balança de prato (semi-analítica) para pesar o carvão ativado.

2 – A partir da solução de ácido acético ± 1 M, prepare seis soluções diluídas (100 mL) de ácido acético, com concentrações que variem entre 0,01 a 0,50 M. Para isso tome seis balões volumétricos de 100 mL e pipete para cada um deles volumes correspondentes a 1, 2, 5, 10, 25 e 50 mL de ácido acético ± 1 M.

3 – Transfira as soluções diluídas de ácido acético, com diferentes concentrações, preparadas em balão volumétrico, para os matrizes que contêm carvão ativo e deixe a adsorção realizar-se por 30 minutos, agitando esporadicamente.

4 – Durante o tempo de espera de 30 minutos proceda à titulação da solução de ácido acético ± 1 M. Para isso retire com uma pipeta uma alíquota de 5,0 mL da solução de ácido acético ± 1 M e padronize-a utilizando a solução de NaOH padrão (0.9999 M) fornecida e 1 gota do indicador fenolftaleína. Repita a padronização e calcule a concentração da solução de ácido acético pela média dos dois valores obtidos. Em função do título inicial do ácido e dos volumes utilizados para as diluições no ponto 2, calcule a concentração final das soluções diluídas.

5 – Após o tempo de 30 minutos, decante e filtre as soluções.

6 – Proceda à titulação das soluções. Para tal, tome 50,00 mL da amostra n.º 1 (0,01 M) e titule com solução padrão de NaOH 0.9999 M, utilizando como indicador 1 gota de fenolftaleína. Faça a mesma titulação com as amostras 2, 3, 4, 5 e 6 tomando porções de 50,00, 25,00, 25,00, 10,00 e 10,00 mL, respetivamente.

1.3 – TRATAMENTO DOS DADOS EXPERIMENTAIS

A partir da titulação inicial do ácido acético, das quantidades de carvão colocadas em cada matraz e dos resultados das titulações, complete a tabela seguinte:

AMOSTRA	$m_{\text{Hac}} \text{ inicial}$	$m_{\text{Hac}} \text{ final}$	$m_{\text{carvão}}$	x	$\text{Log}(x/m)$	$\text{Log}[C]$
1						
2						
3						
4						
5						
6						

Legenda: $m_{\text{Hac}} \text{ inicial}$ = massa (g) de ácido acético inicial

$m_{\text{Hac}} \text{ final}$ = massa (g) de ácido acético no equilíbrio

x = massa (g) de ácido acético adsorvida

C = concentração de ácido acético no equilíbrio

- Efetue o gráfico de $\log(x/m)$ em função de $\log[C]$.
- Determine a ordenada na origem e o coeficiente angular da reta obtida.
- Determine a constante K e o valor de n (Isotérmica de Freundlich).
- A partir dos dados anteriores, calcule N (nº de moles de soluto adsorvidos por grama de adsorvente) e represente graficamente a função:

$$\frac{C}{N} = f(C)$$

- Calcule N_m , número de moles de soluto (ácido acético) por grama de carvão, para atingir a saturação.

Partindo da hipótese de que a área de adsorção do ácido acético (A_m) é 21 A°, calcule a área específica do carvão para o ácido acético.