

Materiały funkcjonalne – laboratorium

Wydział Chemiczny, Studia Stacjonarne II stopnia (magisterskie),

rok 1, semestr 2

kierunek: **INŻYNIERIA CHEMICZNA I PROCESOWA**

specjalność: **Inżynieria procesów chemicznych**

Instrukcję do wykonania ćwiczenia uszczegółowiła

dr hab. inż. Dorota Jermakowicz-Bartkowiak,

prof. Politechniki Wrocławskiej na podstawie instrukcji

wg. pierwotnej instrukcji Prof. dr hab. inż. A. W. Trochimczuka

Ćwiczenie – 2

Sorpcja Fenoli

wg. Prof. dr hab. inż. A. W. Trochimczuk

Cel ćwiczenia:

Celem ćwiczenia jest określenie zależności pomiędzy hydrofilowością fenoli, a wielkością ich sorpcji na wybranych komercyjnych sorbentach polimerowych (Amberlite XAD – 4 i Amberlite XAD – 7),

Wstęp:

Sorpcja jest zjawiskiem polegającym na zwiększeniu stężenia substancji na powierzchni, a siłą napędową takiego procesu jest skompensowanie nie zrównoważonych sił powierzchniowych. Minimum energii powierzchniowej zostaje osiągnięte w wyniku pokrycia powierzchni warstwą zaadsorbowanych cząsteczek. Opisując zjawisko sorpcji należy równoważyć charakter oddziaływań pomiędzy powierzchnią sorbentu (materiał o rozwiniętej powierzchni), zwykle kilkuset do tysiąca metrów kwadratowych na gram suchej masy), która adsorbuje, a cząsteczkami sorbatu (substancja rozpuszczona w fazie ciekłej, ulega sorpcji). Oddziaływania te mogą być fizyczne i chemiczne. Pierwsze z nich to oddziaływania słabe, niespecyficzne, spowodowane siłami van der Waalsa i Londona. Drugie to oddziaływania silniejsze, kierunkowe, np. dipol-dipol, oddziaływania z przeniesieniem ładunku, wiązania wodorowe. Sorpcja spowodowana przez pierwszy rodzaj oddziaływań to sorpcja fizyczna. Jest ona odwracalna: desorpcja następuje w podwyższonej temperaturze lub poprzez zmianę oddziaływań, np. przez elucję sorbentu rozpuszczalnikiem (metanol, acetonitryl). Sorpcja

spowodowana drugimi z tych oddziaływań nosi nazwę chemisorpcji i nie zawsze jest procesem odwracalnym.

Najczęściej stosowanymi sorbentami są:

- węgle aktywne (tanie, duża powierzchnia właściwa, ale trudne do regeneracji),
- polimery suspensyjne (droższe, zwykle o mniejszej o 20 -30 % powierzchni, ale łatwe do regeneracji i wytrzymujące tysiące cykli pracy).

Fenol i jego pochodne są najpowszechniej spotykanymi zanieczyszczeniami wód powierzchniowych. Są to zanieczyszczenia powstające w przemyśle wydobywczym, rafineriach, zakładach chemicznych. Niektóre pochodne fenoli są cennymi półproduktami w przemyśle farmaceutycznym i ich odzyskiwanie z ługów pokryształacyjnych ma również uzasadnienie ekonomiczne.

Wykonanie ćwiczenia:

1. Umieścić próbki spęcznionych sorbentów Ambrelite XAD – 7 i XAD – 4 w nuczach do wirowania, zrównoważyć je i wirować polimery przy obrotach 3000 obr./min. przez 5 minut.
2. Odważyć podane przez prowadzącego ilości sorbentów do ponumerowanych małych buteleczek i dużych butelek (małe buteleczki od 1 do 3 XAD – 4, małe buteleczki od 4 do 6 XAD – 7), duża butelka 1 XAD – 4, butelka 4: XAD - 7) **(Uwaga! Dodać odwirowany polimer w przeliczeniu na suchą masę 0,1 g), tab.1 i tab. 2**
3. Odmierzyć do każdej z małych buteleczek po 20 cm³ roztworów fenolu (do małej buteleczki 1 i 4), 2,6-dwumetylofenolu (do małej buteleczki 2 i 5) i hydrochinonu (do małej buteleczki 3 i 6) każdy o stężeniu 0,5 mM.
4. Zmierzyć absorbancję poszczególnych fenoli w każdym z roztworów (przy długości fali $\lambda = 269,9 \text{ nm}$ dla 2,6-dwumetylofenolu, oraz $\lambda = 289,4 \text{ nm}$ dla hydrochinonu), zanotować w tabeli 1,2,4

Kinetyka sorpcji

5. Do dużych butelek odmierzyć po 250 cm³ roztworu fenolu o stężeniu 0,5 mM **(Uwaga! Dodać mokry odwirowany polimer w przeliczeniu na masę suchą 0,5 g). tab.3**
6. Wytrząsać preparaty pobierając z butelek próbki ok. 3 cm³ po 10, 15, 30, 45, 60 i 90 minutach.
7. Zmierzyć absorbancję (tab.5) i zanotować obliczone stężenia fenolu po podanych czasach ($\lambda = 270 \text{ nm}$).

Obliczenia:

1. Sorpcję S, obliczyć jako:

$$S = \frac{c_p - c_k}{m_s} \quad (1) \quad \text{lub} \quad S = \frac{c_p - c_k}{m_s} \quad (2)$$

gdzie:

c_p – początkowe stężenie fenolu,

c_k – końcowe stężenie fenolu,

m_s – masa polimeru (w przeliczeniu na masę suchą), otrzymana przez pomnożenie masy naważki użytej w doświadczeniu przez procentową zawartość polimeru w spęcznianym żelu.

2. Stałe procesu sorpcji wyznaczyć poprzez wykreślenie zależności:

$$-\ln\left(1 - \frac{s_t}{s_k}\right) = f(t) \quad (3)$$

gdzie:

s_t – sorpcja fenolu po czasie t ,

s_k – końcowa sorpcja fenolu,

t – czas [s].

i znalezienie nachylenia tak otrzymanych prostych.

AMBERLITE™	Matrix	Surface area (m ² /g)	Av. Pore diameter (Å)	Mean diam. (μ)	UC D90/D40	Applications
XAD™4	pStyDVB*	750	100	640	1.6	Removal of aromatic hydrocarbons such as phenols and pesticides from wastes. High surface area and small pores. Ideal for the extraction of smaller molecules such as phenol. Hydrophobic.
XAD™16N	pStyDVB*	800	150	700	1.6	Removal of aromatic hydrocarbons such as phenols and pesticides from wastes or polar solvents. High surface area and medium sized pore for the adsorption of large color bodies. Excellent regenerability. Hydrophobic.
XAD™1180N	pStyDVB*	500	400	530	1.6	Removal of very large organic molecules from aqueous solutions or polar solvents. Hydrophobic.
XAD™1600N	pStyDVB*	800	150	400	1.2	Removal of aromatic hydrocarbons such as phenols and pesticides from wastes or polar solvents. Monodisperse. Low swelling between solvent and aqueous solutions. High surface area, excellent separation of different organic species in chromatographic processes. Hydrophobic.
XAD™7HP	Aliphatic ester	500	450	560	1.7	Adsorption of ketones, esters and aliphatic compounds from polar solvents. Removal of polar compounds from non-aqueous solvents. Purification of bleach plant effluents from kraft pulp mills. Hydrophilic.
XAD™761	Formo-phenolic	200	600	700	1.5	Removal of high molecular weight water soluble color bodies aqueous solutions such as glycerol or fermentation broth. Contains phenolic hydroxyl and methylol groups. Hydrophilic.

*pStyDVB = Polystyrene DVB

<http://www.amberlyst.com/literature/a4/xad7hp.PDF>

<http://www.amberlyst.com/literature/a4/xad4.PDF>

<http://www.amberlyst.com/xad.htm>

W sprawozdaniu należy zamieścić wyniki pomiarów w tabelach, obliczoną sorpcję fenoli, wykres zależności (3) dla fenolu na obu sorbentach, a także wyjaśnienie obserwowanych zależności i wskazanie najlepszego sorbentu

Tab.1 Roztwory początkowe sorbatów

	Stężenie (Jednostki)	Długość fali cm ⁻¹	ABS
FENOL			
2,6 DIMETYLOFENOL			
HYDROCHINON			

TAB.2 SORPCJA PO 1 GODZINIE

LP	POLIMER	CHŁONNOŚĆ POLIMERU, G/G	POLIMER SUCHY G	POLIMER ODWAŻONY G		SORBAT 25 ml	ABS.	C _{KOŃ.}	SORPCJA (JEDNOSTK I ?)
				MOKRY	SUCHY				
1	XAD-4		0,1			FENOL			
2	XAD-4		0,1			2,4 DIMFENOL			
3	XAD-4		0,1			HYDROCHINON			
4	XAD-7		0,1			FENOL			
5	XAD-7		0,1			2,4 DIMFENOL			
6	XAD-7		0,1			HYDROCHINON			

KINETYKA

TAB. 3 PRZYGOTOWANIE SORBENTÓW DO BADAN KINETYCZNYCH

LP	POLIMER	CHŁONNOŚĆ POLIMERU, G/G	POLIMER, G			SORBAT <u>FENOL</u> 250 ml
			MOKRY		SUCHY	
				ODWAŻONY		
7	XAD-4		0,5			
8	XAD-7		0,5			

TAB.4 WYNIKI POMIARÓW ABSORBANCJI DLA SORBATU:

CZAS	XAD-2	XAD-7
10 MIN		
15 MIN		
30 MIN		
45 MIN		
60 MIN		
90 MIN		

Tab. 5. Kinetyka sorpcji fenolu

Czas (min)	XAD - 4			XAD - 7		
	Abs	Stężenie fenolu <i>Podać jednostki</i>	Sorpcja fenolu <i>Podać jednostki</i>	Abs	Stężenie fenolu <i>Podać jednostki</i>	<i>Podać jednostki</i>
10						
15						
30						
45						
60						
90						