

DZIAŁ: ADSORPCJA
ĆWICZENIE A: Usuwanie fenolu z wody za pomocą
materiałów hydrotalkitowych i węgla aktywnego*
[WYKONANIE ĆWICZENIA]

opracowanie: A.W.



CEL ĆWICZENIA:

Wyznaczenie zdolności sorpcyjnych hydrotalkitu, mieszanego tlenku pochodzenia hydrotalkitowego i węgla aktywnego* względem fenolu.

* badania właściwości węgla aktywnego – dla zainteresowanych

ZAKRES OBOWIĄZUJĄCEGO MATERIAŁU:

Przykładowe zagadnienia na kolokwium:

1. Scharakteryzuj krótko 2 wybrane przez siebie grupy adsorbentów: zeolity, żel krzemionkowy, tlenek glinu, węgiel aktywny, hydrotalkity i mieszane tlenki pochodzenia hydrotalkitowego.
2. Wyjaśnij na czym polega mechanizm działania różnych adsorbentów.
3. Podaj różnice między adsorpcją fizyczną i chemiczną.
4. Izotermy adsorpcji (Langmuira, BET).

LITERATURA OBOWIĄZKOWA:

Zenon Sarbak „Adsorpcja i adsorbenty. Teoria i zastosowanie”, Wydawnictwo Naukowe UAM, Poznań 2000,

LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA:

Krzysztof Pigoń, Zdzisław Ruziewicz „Chemia fizyczna”, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 2007,
Peter William Atkins „Chemia fizyczna”, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 2007.

SPRZĘT I ODCZYNNIKI:

wypożyczyć:

7 kolb stożkowych ze szlifem i korkiem (~300 ml)
biureta (50 ml) z lejkiem
pipety (jednomiarowa na 100 ml, wielomiarowa na 25 ml)
cylinder miarowy (10 ml)
kolba miarowa na 200 ml
tryskawka

na stanowisku pomiarowym (sala 405):

piec do kalcynacji
waga
tygłe ceramiczne
szczypce
sączki
lejki ilościowe
zlewka (100 ml)
pompka do pipet
plastikowe pojemniki do zbierania przesącza
pipetka plastikowa
bagietki
hydrotalkit i mieszany tlenek pochodzenia hydrotalkitowego
(= hydrotalkit kalcynowany w 500°C przez 15 minut)
(węgiel aktywny*)
roztwór fenolu około 2 g/l
roztwór H₂SO₄ (1:4)
roztwór KBr + KBrO₃ 0.1 M
roztwór Na₂S₂O₃ 0.1 M
roztwór KI 10%
świeżo przygotowany roztwór skrobi

na pracowni obowiązuje prowadzenie zeszytu laboratoryjnego

WYKONANIE:

UWAGA: na wstępie należy przygotować adsorbenty (np. ucieranie i ważenie hydrotalkitu, o ile nie zostało to zrobione wcześniej!) – przeprowadzić kalcynację hydrotalkitu. W tym celu od razu po rozpoczęciu zajęć należy uruchomić piec do kalcynacji!

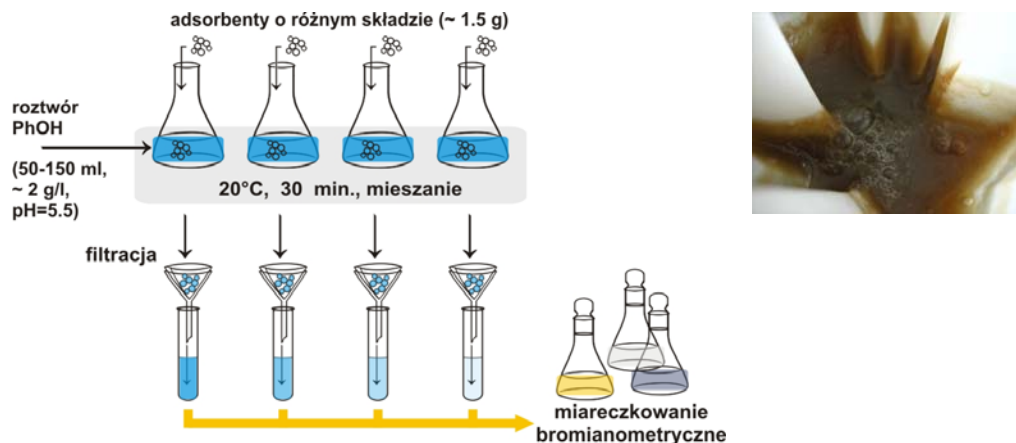
1. OTRZYMYWANIE MIESZANYCH TLENKÓW pochodzenia hydrotalkitowego:

Wysuszoną próbkę hydrotalkitu zważyć, rozetrzeć w moździerzu, podzielić na 3 części (odważyć ok. 0.7 g do kontroli, resztę podzielić w stosunku 2:1), zapisać wszystkie masy. Większą porcję hydrotalkitu przenieść do tygla i skalcynować (rozłożyć przy wolnym dostępie powietrza w piecu, w temperaturze 500° C przez 15 minut). Schłodzoną próbkę po kalcynacji zważyć i obliczyć ubytek masy.

2. BADANIE WŁAŚCIWOŚCI SORPCYJNYCH MATERIAŁÓW:

Do jednej z 2 kolb (z korkiem) odważyć 0.5-1.5 g hydrotalkitu, do drugiej 0.5-1.5 g mieszanego tlenku pochodzenia hydrotalkitowego (*do kolejnej kolby 0.5-1.5 g węgla aktywnego). Następnie do

wszystkich kolb dodać (pipetą!) 50-150 ml roztworu fenolu o stężeniu około 2 g/l. Zamknięte kolby pozostawić w temperaturze pokojowej (około 20°C) na 30 minut. Zawiesinę należy regularnie wytrząsać. Po upływie odpowiedniego czasu zawiesinę przesączyć a z przesącza pobrać po 10-15 ml do oznaczenia zawartości fenolu. Oznaczenie wykonać metodą bromometryczną. Do oznaczenia przygotować także próbkę ślepą (woda destylowana) oraz próbkę wyjściowego roztworu fenolu. Dla próbek przesącza i wyjściowego roztworu fenolu wykonać przynajmniej po 2 powtórzenia oznaczenia.



rys. 1. Schemat wyznaczenia właściwości sorpcyjnych.

3. OZNACZENIE FENOLU:

Próbki przesącza o objętości 15 ml przenieść do kolb ze szlifem. Dodać dokładnie odmierzoną (pipetą!) objętość roztworu KBr + KBrO₃ – 25 ml. W celu zapewnienia odpowiednich warunków reakcji dodać 10 ml (cylinder miarowy!) roztworu H₂SO₄. Mieszaninę pozostawić w ciemnym miejscu na 20 minut.

UWAGA: po upływie około 5 minut sprawdzić, czy roztwór zabarwiony jest na pomarańczowo i czy stał się tribromofenol.

Przygotować świeży roztwór skrobi: odważyć ok. 0.2 g skrobi, rozpuścić w 2 ml zimnej wody destylowanej, a następnie dodać 16 ml wrzącej wody destylowanej. W razie konieczności całość podgrzać.

Po upływie 20 minut do mieszaniny dodać 10 ml roztworu KI odmierzone cylindrem.

UWAGA: dodawanie należy przeprowadzić szybko i sprawnie, żeby zapobiec ulatnianiu się bromu.

Po upływie 10 minut przeprowadzić miareczkowanie za pomocą roztworu tiosiarczanu w obecności skrobi jako wskaźnika.

UWAGA: skrobię należy dodać blisko punktu końcowego miareczkowania, czyli wtedy gdy roztwór ma kolor lekko żółty.

Obliczyć zawartość fenolu w pobranej do analizy próbce ze wzoru:

$$m = \frac{(c_1 v_1 - c_2 v_2) \cdot 94.11}{6000} \quad [\text{g}]$$

gdzie:

c₁ – stężenie roztworu KBr + KBrO₃ [mol/l]

v₁ – dodana objętość roztworu KBr + KBrO₃ [ml]

c₂ – stężenie roztworu Na₂S₂O₃ [mol/l]

v₂ – objętość roztworu Na₂S₂O₃ zużyta do miareczkowania [ml]

94.11 – masa molowa fenolu [g/mol]

ZASADY BEZPIECZEŃSTWA, ODPADY:

Należy zachować ostrożność przy pracy z odczynnikami. W czasie ćwiczeń obowiązuje odzież ochronna i okulary.

OPRACOWANIE WYNIKÓW:

1. obliczyć zawartość fenolu (m) w próbce pobranej do analizy:

$$m = \text{j.w.} \quad [\text{g}]$$

2. obliczyć procentowy ubytek fenolu (R) dla każdego z eksperymentów:

$$R = \frac{c_0 - c_e}{c_0} \cdot 100\% \quad \text{gdzie: } c_0 \text{ – stężenie początkowe fenolu,}$$

c_e – stężenie równowagowe fenolu,

3. obliczyć ilość fenolu (wyrażoną w mol i mg) zaadsorbowaną przez **jednostkę masy** adsorbenta,

4. przyjmując powierzchnię zajmowaną przez 1 cząsteczkę fenolu równą 52.2 Å², obliczyć powierzchnię zajmowaną przez adsorbat dla kolejnych próbek.

Oceń właściwości sorpcyjne badanych materiałów. Zaproponować mechanizm, według którego adsorpcja może zachodzić na badanych materiałach.

Do zebrania wyników i przygotowania sprawozdania bezpośrednio na laboratorium wykorzystać tabelę udostępnioną w materiałach dodatkowych: „arkusz wyników”.

CZAS TRWANIA PRACOWNI (w zależności od sprawności wykonania):

Ważenie, ucieranie i ponowne ważenie hydrotalkitu – ok. 20 minut; kalcynacja i chłodzenie próbki – ok. 20 minut; ważenie skalcynowanej próbki – 5 minut; adsorpcja – 30 minut; sączenie, przygotowanie mieszanin do oznaczenia – ok. 15 minut; reakcje w roztworze z analitem – ok. 30-40 minut; miareczkowanie – ok. 20 minut. W przerwach należy przygotować kolejne części sprawozdania.