

## ANALIZA MATERIAŁÓW

Studia II stopnia (magisterskie), niestacjonarne, Rok I, semestr II

### Osmotyczne zateżnienie roztworów wodnych.

### Analiza efektywności działania różnych membran jonowymiennych oraz charakterystyka ich właściwości fizykochemicznych.

Opracowała: dr hab. inż. J. Wolska

#### Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest przeprowadzenie procesu usuwania chromu (VI) roztworów wodnych z wykorzystaniem membran jonowymiennych na bazie poli(chloroku winylu) oraz określenie ich właściwości separacyjnych i fizykochemicznych.

#### Wprowadzenie

Narastające problemy związane z niedostateczną ilością surowców, energii oraz z zanieczyszczeniem środowiska naturalnego powodują skierowanie badań w kierunku otrzymania rozwiązań będących zarówno ekonomicznie jak i ekologicznie jak najlepszych. Jednym z takich rozwiązań są procesy membranowe [1].

Obserwowany wzrost wykorzystania technologii membranowych jest związany z ich ciągłym rozwojem, wzrostem świadomości ekologicznej oraz tym, że bardzo dobrze sprawdzają się w świetle coraz bardziej restrykcyjnych przepisów dotyczących ochrony środowiska. Procesy membranowe są obecnie stosowane w przemyśle chemicznym (w tym petrochemicznym), farmaceutycznym, żywności i napojów. Ponadto membrany są coraz częściej używane do przekształcania wody ściekowej, wody ze zbiorników powierzchniowych i wody gruntowej w wodę używaną do różnych procesów produkcyjnych. W zależności od właściwości membrany mogą służyć do rozdzielania cząstek o rozmiarach od dziesiątek  $\mu\text{m}$  do dziesiątych części  $\text{nm}$  [1].

Membranę stanowi faza rozdzielająca dwie inne fazy, działająca w transporcie jako przegroda pasywna lub aktywna [2]. Klasyfikacja membran opiera się na trzech kryteriach: i) pochodzeniu, ii) strukturze, iii) oraz ich morfologii [3]. Membrany polimerowe mogą mieć różną strukturę w zależności od zastosowanego polimeru, z którego jest ona wytwarzana, jak również od samej metody wytwarzania. Wykorzystane podczas ćwiczenia membrany otrzymywane zostały z homogenicznych roztworów poli(chloroku winylu), które następnie poddane zostały procesowi modyfikacji aminami, wprowadzając tym samym do struktury polimerowej grupy anionowymienne.

#### Wykonanie ćwiczenia

##### Proces osmotycznego oczyszczania

- Z arkuszy membran wyciąć odpowiednie krążki i umieścić membrany pomiędzy dwoma częściami dializera.
- W zlewce o pojemności  $100 \text{ cm}^3$  przygotować  $40 \text{ cm}^3$  roztworu  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (prowadzący określi stężenie roztworu)
- Napełnić prawą część dializera  $35 \text{ cm}^3$  1 M roztworu  $\text{NaCl}$ .
- Napełnić lewą komorę dializera  $35 \text{ cm}^3$  roztworem dwuchromianu potasu.
- Rozpocząć proces włączając mieszadło w dializerze a następnie mierzyć co 10 minut, stężenie chromu w oczyszczanym roztworze, określając absorbancje w roztworze za

pomocą spektrofotometru UV-Vis. **UWAGA pobrany roztwór zawracany jest do komory dializera.**

- f. Jednocześnie przygotować roztwory dichromianu potasu do przygotowania krzywej kalibracyjnej. Do kolb miarowych pobrać odpowiednią ilość wyjściowego roztworu  $K_2Cr_2O_7$  aby otrzymać stężenie Cr (VI) równe : 0,1; 0,2; 0,5; 0,7 i 1.0 mmol/dm<sup>3</sup> następnie zmierzyć absorbancję dla tych przygotowanych roztworów za pomocą spektrofotometru UV-Vis, przy długości fali  $\lambda=345$  nm.
- g. Po skończonym procesie określić stężenie chromu w roztworach w obu komorach dializera.
- h. Otworzyć dializer i wyciągnąć membranę z aparatu i zmierzyć powierzchnie czynną membrany (mierząc średnicę otworu w jednej z komór dializera) za pomocą suwmiarki.
- i. Umyć aparat oraz używane szkło

Na podstawie otrzymanych stężeń obliczacie Państwo:

- I. Strumień Cr(VI) ( $J$ ) ze wzoru (1):

$$J = \frac{C_t}{A \times t}, \quad \left[ \frac{\text{mol}}{\text{cm}^2 \times \text{s}} \right] \quad (1)$$

w którym:

$C_t$  – stężenie Cr(VI) po danym czasie od momentu rozpoczęcia procesu (t) wyrażone, mol/dm<sup>3</sup>,

$t$  – czas po którym pobrano próbkę, s,

$A$  – powierzchnia czynna membrany, cm<sup>2</sup>.

Proszę przedstawić wykres zależność zmiany strumienia jonów chromu w czasie, dla wszystkich badanych membran na jednym wykresie, w celu porównania efektywności działania różnych materiałów.

- II. Procent usunięcia chromu z oczyszczanego roztworu (R) ze wzoru (2):

$$R = \frac{C_t}{C_0} \times 100\% \quad (2)$$

W którym

$C_t$  – stężenie Cr(VI) po danym czasie od momentu rozpoczęcia procesu (t) wyrażone, mol/dm<sup>3</sup>,

$C_0$  – początkowe stężenie Cr(VI) w oczyszczanym roztworze wyrażone, mol/dm<sup>3</sup>,

### **Analiza właściwości fizykochemicznych membran**

**UWAGA! robicie to Państwo jednocześnie wraz z przeprowadzaniem procesu dializy**

#### **1. Pojemność jonowymienna membrany**

Podczas tej analizy wykorzystamy przygotowane podczas laboratorium technologicznego membrany przycyklowane i zalane 50 cm<sup>3</sup> 0,1 M roztworu NaOH. Pobrać dwa razy po 10 cm<sup>3</sup> do dwóch osobnych kolbek stożkowych i miareczkować 0,1 M roztworem HCl wobec wskaźnika

Pojemność jonowymienną:  $Z$ , wyrażoną w mmol/g suchej membrany) obliczyć ze wzoru:

$$Z = \frac{(C_z \cdot V_z - C_k \cdot V_k) \cdot X}{m_s} \quad (3)$$

w którym:

$C_z$  – miano zasady

$V_z$  – objętość zasady pobrana do miareczkowania

$C_k$  – miano kwasu

$V_k$  – objętość kwasu zażyta na miareczkowanie zasady

$X$  – równoważnik w naszym przypadku równy 5, bo pobieramy 10 cm<sup>3</sup> z 50 cm<sup>3</sup> roztworu którym zalano dana membranę,

$m_s$  – masa **suchej** membrany.

## 2. Chłonność wody

**UWAGA! To robicie Państwo od razu na początku ćwiczeń, aby membrany miały czas się spęcznić w wodzie**

Z arkuszy membrany wyciąć kawałek i zważyć, będzie to tzw. masa sucha membrany ( $m_s$ ), następnie przenieś membranę do kolby stożkowej i zalać ją 50 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, zamknąć kolbę korkiem i pozostawić do końca ćwiczeń, co jakiś czas mieszać zawartość kolby. Pod koniec ćwiczeń wyciągnąć za pomocą szczypczyków membranę z wody, osuszyć delikatnie pomiędzy arkuszami bibuły włożyć do naczynka wagowego uprzednio zważonego, zamknąć wieczkiem i zważyć określając tzw. masę mokrą membrany ( $m_m$ ). Chłonność wody ( $W_{H_2O}$ ) (g<sub>H<sub>2</sub>O</sub>/ g<sub>suchej membrany</sub>) obliczyć ze wzoru:

$$W_{H_2O} = \frac{m_m - m_s}{m_s} \quad (4).$$

## Sprawozdanie

- cel ćwiczenia,
- krótki wstęp teoretyczny, (proszę nie kopiować instrukcji),
- wyniki pomiarów w tabeli,
- wszystkie obliczenia w tabelach, dodatkowo przykładowe obliczenia dla każdego z wyznaczanych parametrów,
- dyskusja i wnioski.

## Literatura

1. M. Hofman, R. Pietrzak „MEMBRANY I TECHNOLOGIE MEMBRANOWE STOSOWANE W OCHRONIE ŚRODOWISKA” RODZIAŁ 19, [http://www.ztch.umcs.lublin.pl/materialy/rozdzial\\_19.pdf](http://www.ztch.umcs.lublin.pl/materialy/rozdzial_19.pdf)
2. M. Bodzek, J. Bohdziewicz, K. Konieczny, „Techniki membranowe w ochronie środowiska”, Wyd. Politechnika Śląska, Gliwice 1997.
3. <http://beta.chem.uw.edu.pl/people/AMyslinski/Megiel/14wst.pdf>

## Zagadnienia do kolokwium

1. Definicja procesu membranowego, definicja membrany, podział membran, podział procesów membranowych.

2. Jakie znasz procesy membranowe, w których siłą napędową jest różnica stężeń? Proszę podać zakresy wielkości cząstek, które mogą być tymi poszczególnymi procesami rozdzielane.
3. Zastosowanie procesów dialitycznych.
4. Właściwości polimeru (wzór, otrzymywanie), z którego uformowano badaną membranę.
5. Na czym polega proces wymiany jonowej, wraz z przykładowymi reakcjami.