

Chemia techniczna organiczna – laboratorium

Wydział Chemiczny, Studia Niestacjonarne

Ćwiczenie – B

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 zrównoważyć 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 Lucję 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 pokryształizacyjnych ma również uzasadnienie ekonomiczne.

Wykonanie ćwiczenia:

1. Umieścić próbki spęcznianych sorbentów Amberlite 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).**
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.

Kinetyka sorpcji

4. Do dużych butelek odważyć podane przez prowadzącego ilości sorbentów **(Uwaga! Dodać odwirowany polimer w przeliczeniu na masę suchą 0,5 g).**
5. Odmierzyć po 250 cm³ roztworu fenolu o stężeniu 0,5 mM
6. Wytrząsać preparaty i w określonych czasach pobierając z butelek do podpisanych probówek - próbki roztworów (po 3 cm³) po: 10, 15, 30, 45, 60 i 90 minutach. **UWAGA! nie pobierać sorbentów!!!**
7. Zmierzyć stężenia fenolu po podanych czasach ($\lambda = 270$ nm).
8. Zmierzyć stężenia poszczególnych fenoli w każdym z roztworów (przy długości fali $\lambda = 269,9$ nm dla 2,6-dwumetylofenolu, oraz $\lambda = 289,4$ nm dla hydrochinonu).

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.

Uwaga! wzór 1 odnosi się do próbek przygotowanych w małych buteleczkach, wzór 2 odnosi się do kinetyki sorpcji, studenci porównują kinetykę dla obu żywic polimerowych.

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.

W sprawozdaniu należy zamieścić wyniki pomiarów w tabeli, obliczoną sorpcję fenoli, przedstawić przykładowe obliczenia, wykresy słupkowe z obliczonych sorpcji dla próbek w małych buteleczkach, wykres zależności (równanie 3) dla fenolu na obu sorbentach, a także wyjaśnienie obserwowanych zależności, dyskusja wyników, wnioski.

Zagadnienia:

- **informacje na temat procesu sorpcji (np. definicja, rodzaje, od czego jest proces uzależniony itd.),**
- **informacje na temat różnych materiałów sorpcyjnych,**
- **informacje na temat wykorzystanych w ćwiczeniu sorbentów (np. budowa chemiczna, grupy w matrycy polimerowej, wielkości powierzchni, właściwości fizykochemiczne),**
- **informacje na temat usuwanych podczas ćwiczenia związków oraz ich wzory strukturalne potrzebne do interpretowania otrzymanych wyników.**