

Biopolimery w Biotechnologii – laboratorium

Ćwiczenie – 5

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 elucję sorbentu rozpuszczalnikami (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 pokrystalizacyjnych 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 odmierzyć po 250 cm³ roztworu fenolu o stężeniu 0,5 mM
(Uwaga! Dodać suchy polimer w przeliczeniu na masę suchą 0,5 g).
5. Wytrząsać preparaty pobierając z butelek próbki ok. 3 cm³ po 10, 15, 30, 45, 60 i 90 minutach.
6. Zmierzyć stężenia fenolu po podanych czasach ($\lambda = 270$ nm).
7. 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:

$$S = \frac{\frac{c_p - c_k}{50}}{m_s} \quad (1) \quad \text{lub} \quad S = \frac{\frac{c_p - c_k}{4}}{m_s} \quad (2)$$

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.

W sprawozdaniu należy zamieścić wyniki pomiarów w tabeli, obliczoną sorpcję fenoli, wykres zależności (3) dla fenolu na obu sorbentach, a także wyjaśnienie obserwowanych zależności.

Roztwory początkowe sorbatów

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

SORPCJA PO 1 GODZINIE

LP	POLIMER	CHŁONNOŚĆ POLIMERU, G/G	POLIMER SUCHY G	POLIMER ODWAŻONY G		SORBAT 25 ml	ABS.	C KOŃ.	SORPCJA (JEDNOSTKI ?)
				MOKRY	SUCHY				
1	XAD-4		0,1			FENOL			
2	XAD-4		0,1			2,4DM FENOL			
3	XAD-4		0,1			HYDROCH.			
4	XAD-7		0,1			FENOL			
5	XAD-7		0,1			2,4DM FENOL			
6	XAD-7		0,1			HYDROCH.			

Roztwory początkowe sorbatów

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

SORPCJA PO 1 GODZINIE

LP	POLIMER	CHŁONNOŚĆ POLIMERU, G/G	POLIMER SUCHY G	POLIMER ODWAŻONY G		SORBAT 25 ml	ABS.	C KOŃ.	SORPCJA (JEDNOSTKI ?)
				MOKRY	SUCHY				
7	XAD-4		0,1			FENOL			
8	XAD-4		0,1			2,4DM FENOL			
9	XAD-4		0,1			HYDROCH.			
10	XAD-7		0,1			FENOL			
11	XAD-7		0,1			2,4DM FENOL			
12	XAD-7		0,1			HYDROCH.			

KINETYKA

ZWRÓCIĆ UWAGĘ CO JEST SORBATEM

LP	POLIMER	CHŁONNOŚĆ POLIMERU, G/G	POLIMER, G			SORBAT 250 ml
			MOKRY		SUCHY	
				ODWAŻONY		
	XAD-4		0,5			
	XAD-7		0,5			

ABS. DLA SORBATU

CZAS	XAD-4	XAD-7
10 MIN		
15 MIN		
30 MIN		
45 MIN		
60 MIN		
90 MIN		

KINETYKA

ZWRÓCIĆ UWAGĘ CO JEST SORBATEM

LP	POLIMER	CHŁONNOŚĆ POLIMERU, G/G	POLIMER, G			SORBAT 250 ml
			MOKRY		SUCHY	
				ODWAŻONY		
	XAD-4		0,5			
	XAD-7		0,5			

SORPCJA PO 1 GODZINIE

LP	POLIMER	CHŁONNOŚĆ POLIMERU, G/G	POLIMER SUCHY G	POLIMER ODWAŻONY G		SORBAT 25 ml	ABS.	C _{KON.}	SORPCJA (JEDNOSTKI ?)
				MOKRY	SUCHY				
7	XAD-4		0,1			FENOL			
8	XAD-4		0,1			2,4DM FENOL			
9	XAD-4		0,1			HYDROCH.			
10	XAD-7		0,1			FENOL			
11	XAD-7		0,1			2,4DM FENOL			
12	XAD-7		0,1			HYDROCH.			