

Adsorpcja błękitu metylenowego na węglu aktywnym w obecności acetonu

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zbadanie procesu adsorpcji barwnika z roztworu, wyznaczenie równania izotermy Freundlicha oraz wpływu polarności rozpuszczalnika na proces adsorpcji na węglu aktywnym.

Zakres wymaganych wiadomości

Definicje: widmo absorpcyjne, prawo Lamberta-Beera, zjawisko adsorpcji (adsorpcja fizyczna i chemisorpcja, najczęściej stosowane adsorbenty, adsorpcja z roztworów) równanie izotermy Freundlicha, równowaga adsorpcyjna, adsorpcja i chromatografia, węgiel aktywny – zastosowanie oraz działanie z uwzględnieniem procesów biologicznych.

Tabela wyników pomiarów

Nr próbki	c_0 mol/dm ³	A_0	c_{kal} mol/dm ³	A_k	C_k mol/dm ³	$\log \frac{c_0 - c_k}{m}$	$\log c_0$	$\log k$
2								
3								
4								
5								
6								
8								
9								
10								
11								
12								

gdzie: c_0 - stężenie barwnika przed adsorpcją [mol/dm³]

c_{kal} –stężenie barwnika 4-krotnie rozcieńczonego [mol/dm³] (przed wprowadzeniem węgla),

UWAGA: próbki nr 2 do nr 6 należy rozcieńczać wodą destylowaną,

Natomiast próbki nr 8 do 12 należy rozcieńczać wodą z acetonem w stosunku 1/1

c_k - stężenie barwnika po adsorpcji [mol/dm³]

m - masa adsorbenta (węgla aktywnego) [g]

A_0 - absorbancja roztworu przed dodaniem węgla aktywnego odczytywana dla próbek nr 2 do nr 6 względem próbki nr 1 (woda) a dla próbek nr 8 do nr 12 względem próbki nr 7 (woda+aceton)

A_k - absorbancja roztworu po dodaniu węgla aktywnego

UWAGA: przesącze zawierające wodę i aceton (próbki nr 8 do nr 12) należy przed pomiarem absorbancji rozcieńczyć 4-krotnie przesączem próbki nr 7.

Przesącze próbek nr 2 do nr 6 nie wymagają rozcieńczenia.

Zaciemnione pola dotyczą pomiarów absorbancji roztworów 4-krotnie rozcieńczonych.

Materialy:

Błękit metylenowy ($C_{16}H_{18}N_3S$)

Aceton (CH_3COCH_3)

węgiel aktywny w postaci tabletek lub czystego zgranulowanego węgla

Aparatura:

Spektrofotometr UV-9200

Spektrofotometr z możliwością badania widma absorpcyjnego VIS-723G

Pojemniki na tkanki - 20 sztuk

Bibuła filtracyjna

Lejki - 4 sztuki

Statyw na próbki

Probówki

Cylinder miarowy 50 ml

Moździerz ceramiczny

Waga laboratoryjna

Pipeta automatyczna

Przebieg ćwiczenia:

1. Odważyć 12 porcji węgla aktywnego o masie 500mg (węgiel nie rozdrabniamy, odważamy najbliższej wartości 500mg nie dzieląc granulatu węgla). Dokładne wartości masy zapisujemy tak aby wiedzieć do którego pojemnika została wprowadzona.
2. Przygotowujemy 12 krążków z bibuły filtracyjnej
3. Przygotowujemy 12 pojemników z nakrętkami (numerujemy je)
4. Do cylindra miarowego wlewamy 40 ml wody. Przelewamy do pojemnika nr 1
5. Do cylindra miarowego wlewamy x ml 1mM roztworu barwnika i uzupełniamy wodą do 40 ml. Całość przelewamy do kolejnych pojemników zgodnie z schematem:
 - $x=2,5$ ml roztworu błękitu metylenowego (przelewamy do pojemnika nr 2),
 - $x=3$ ml roztworu błękitu metylenowego (przelewamy do pojemnika nr 3),
 - $x=3,5$ ml roztworu błękitu metylenowego (przelewamy do pojemnika nr 4),
 - $x=4$ ml roztworu błękitu metylenowego (przelewamy do pojemnika nr 5),

$x=4,5$ ml roztworu błękitu metylenowego (przelewamy do pojemnika nr 6).

6. Do cylindra miarowego wlewamy 20 ml acetonu + 20 ml wody. Przelewamy do pojemnika nr 7
7. Do cylindra miarowego wlewamy 20 ml acetonu + x ml 1mM roztworu błękitu metylenowego + woda do 40ml. Całość przelewamy do kolejnych pojemników zgodnie z schematem:
 - $x=2,5$ ml roztworu błękitu metylenowego (przelewamy do pojemnika nr 8),
 - $x=3$ ml roztworu błękitu metylenowego (przelewamy do pojemnika nr 9),
 - $x=3,5$ ml roztworu błękitu metylenowego (przelewamy do pojemnika nr 10),
 - $x=4$ ml roztworu błękitu metylenowego (przelewamy do pojemnika nr 11),
 - $x=4,5$ ml roztworu błękitu metylenowego (przelewamy do pojemnika nr 12).
8. Obliczamy stężenie wszystkich roztworów i wpisujemy do tabeli w kolumnie c_0
9. Z pojemników nr 2 do nr 6 pobieramy do probówki kolejno po 1 ml roztworu i dodajemy 3 ml wody. Po wymieszaniu odczytujemy absorbancję względem wody dla długości fali 664 nm. Wynik zapisujemy w kolumnie A_0 .
10. Z pojemników nr 8 do nr 12 pobieramy do probówki kolejno po 1 ml roztworu i dodajemy 3 ml mieszaniny wody i acetonu w stosunku 1/1. **W tym celu należy przygotować dodatkowo ok. 20 ml (10 ml wody + 10 ml acetonu) i przechowywać w opisanej zlewce.**
Po wymieszaniu odczytujemy absorbancję względem wody z acetonem dla długości fali 660 nm. Wynik zapisujemy w kolumnie A

UWAGA! Rozcieńczonych roztworów po pomiarze **nie** wlewamy z powrotem do pojemników 2 – 6 oraz 8 – 12. Brak 1 ml roztworu o znanym stężeniu należy uwzględnić przy obliczaniu ilości moli barwnika w danym pojemniku.

11. W odstępach 3 minutowych, do wszystkich pojemników tj. od nr 1 do nr 12 wsypujemy odważone porcje węgla aktywnego i wytrząsamy 10 minut.
12. Po upływie 10 minut zawartość każdego pojemnika sączymy przez bibułę filtracyjną.
13. Mierzymy absorbancję dla 664 nm przesączów z pojemników nr 2 do nr 6 względem przesączu z pojemnika nr 1. (nie trzeba czekać aż cała objętość się przesączy - do kuwety pomiarowej wystarczą 3 ml)
14. Pobieramy do probówek po 1ml przesączów z pojemników nr 8 do nr12 i każdy z nich przed pomiarem absorbancji dla 660 nm rozcieńczamy 3 ml przesączu z pojemnika nr 7.

Opracowanie wyników:

1. Obliczyć stężenie molowe oraz ilość moli roztworu błękitu metylenowego w poszczególnych pojemnikach przed wprowadzeniem węgla aktywnego oraz po 10 wytrząsaniu z węglem.
2. Na podstawie wartości A_0 dla roztworów nr 2 do nr 6 (pamiętać przy obliczaniu stężeń tych roztworów, że są one 4-krotnie rozcieńczonymi roztworami z pojemników nr 2 do nr 6) wykonać wykres zależności absorbancji od stężenia barwnika (krzywa kalibracyjna dla wody)

- Na podstawie wartości A_0 dla roztworów nr 8 do nr 12 (pamiętać przy obliczaniu stężeń tych roztworów, że są one 4-krotnie rozcieńczonymi roztworami z pojemników nr 8 do nr 12) wykonać wykres zależności absorbancji od stężenia barwnika (krzywa kalibracyjna dla wody z acetonem).
- W oparciu o prawo Lamberta-Beera wyznaczyć stężenie barwnika w każdym z przesączów (**pamiętając, że przesącze z wody nie były rozcieńczane natomiast przesącze z wody z acetonem były 4-krotnie rozcieńczane**)
- Wykorzystując równanie Freundlicha:

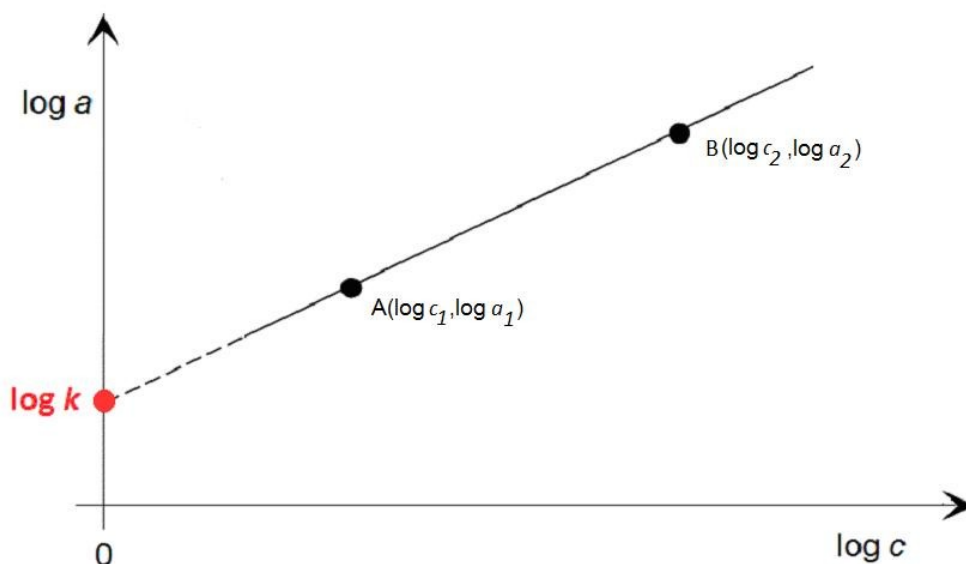
$$a = kc^n$$

a - ilość zaadsorbowanej substancji na 1g adsorbentu

c - stężenie adsorbowanej substancji

k, n - stałe

wyznaczyć stałe występujące w równaniu. W celu obliczenia wartości a należy ilość moli zaadsorbowanego barwnika podzielić przez masę adsorbentu wyrażonego w gamach. Sporządzić wykres $\log(a) = f(\log(c))$ i wyliczyć wartości k i n



Rysunek 1. Wykres ilustrujący zlogarytmowaną postać izotermy Freundlicha. Na wykresie zaznaczono sposób wyznaczenia $\log k$.

Stałą n można wyznaczyć przy wykorzystaniu dwóch dowolnych punktów (A, B) naprostuj oraz następującego wzoru:

$$n = \frac{\log a_2 - \log a_1}{\log c_2 - \log c_1}$$

- Wykorzystując wiedzę literaturową przeprowadzić analizę procesu adsorpcji barwnika na węglu aktywnym.

Literatura:

[1] P. Atkins., Chemia fizyczna, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 2001

[2] A. Olszowski, Doświadczenia fizykochemiczne, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 2004

Opracowali:

mgr Sylwia Wiśniewska – Kubka i mgr inż. Artur Wrona pod opieką dr hab. Krystiana Kubicy