

Adsorpcja kwasu octowego na węglu aktywnym

ćwiczenie nr 24

opracowała prof. dr hab. Małgorzata Józwiak

Zakres zagadnień obowiązujących do ćwiczenia

1. Charakterystyka zjawiska adsorpcji.
2. Równania izoterm adsorpcji.
3. Adsorpcja gazów i adsorpcja z roztworów.
4. Kataliza homo i heterogeniczna.
5. Zastosowanie zjawiska adsorpcji.

Literatura

1. Praca zbiorowa pod redakcją Woźnickiej J. i Piekarskiego H., *Ćwiczenia laboratoryjne z chemii fizycznej*, Wydawnictwo UŁ, Łódź 2005.
2. Sobczyk L., Kiswa A., Gatner K., Koll A., *Eksperymentalna chemia fizyczna*, PWN, Warszawa 1982.
3. Dutkiewicz E. T., *Fizykochemia powierzchni*, z cyklu *Wykłady z chemii fizycznej*, WNT, Warszawa 1998.
4. Ościk J., *Adsorpcja*, PWN, Warszawa 1973.
5. Brdička R., *Podstawy chemii fizycznej*, PWN, Warszawa 1970.
6. Barrow M., *Chemia fizyczna*, PWN, Warszawa 1973.
7. Brodski A., *Chemia fizyczna*, PWN, Warszawa 1953.
8. Praca zbiorowa pod redakcją Kamińskiego B., *Chemia fizyczna*, PWN, Warszawa 1975.
9. Sobczyk L., Kiswa A., *Chemia fizyczna dla przyrodników*, PWN, Warszawa 1975.
10. Pigoń K., Rudziewicz Z., *Chemia fizyczna*, PWN, Warszawa 1980.
11. Tomassi W., Jankowska H., *Chemia fizyczna*, WNT, Warszawa 1980.

Celem ćwiczenia jest wyznaczenie stałych k i n równania Freundlicha na podstawie badań adsorpcji kwasu octowego na węglu aktywnym.

Odczynniki chemiczne i sprzęt laboratoryjny:

wodne roztwory kwasu octowego, 18 pastylek węgla aktywnego, 6 kolb ze szlifem (100 cm^3), 6 korków, 6 zlewek (50 cm^3), 6 lejków, zlewka (250 cm^3), 6 bączków magnetycznych, pipety (10 cm^3 , 5 cm^3 , 2 cm^3), tryskawka, gruszka gumowa.

Układ pomiarowy

Układ pomiarowy stanowi zestaw do przeprowadzenia adsorpcji kwasu octowego na węglu aktywnym. Jest to sześciostanowiskowe mieszadło magnetyczne, na którym umieszcza się kolby z substancją adsorbowaną (roztwór kwasu octowego) i węglem aktywnym jako adsorbentem. Stężenie kwasu octowego przed i po adsorpcji oznacza się metodą miareczkowania pH-metrycznego przy użyciu pH-metru z elektrodą kombinowaną. Elektroda kombinowana składa się z elektrody pomiarowej, czulej na zmiany pH roztworu i elektrody chlorosrebrnej (o stałym potencjale), jako elektrody odniesienia. Elektrody te umieszczone są w jednej obudowie.

Wykonanie ćwiczenia i przedstawienie wyników pomiarów

1. Do sześciu suchych i ponumerowanych kolb ze szlifami (100 cm^3) nalać po 20 cm^3 roztworów kwasu octowego o różnych stężeniach od $0,1$ do $1,0$ mola dm^{-3} .
Student winien zgłosić się do prowadzącego ćwiczenia w celu wyboru roztworów kwasów o odpowiednich stężeniach.
2. Do każdej kolbki wrzucić bączek magnetyczny oraz wsypać ożywając lejka utarte wcześniej w moździerz 3 tabletki zawierające po $0,15\text{ g}$ węgla aktywnego każda.
3. Kolby zamknąć dobrze dopasowanymi korkami i ustawić na sześciostanowiskowym mieszadle magnetycznym.
4. Wszystkie roztwory silnie mieszać minimum $0,5$ godziny.
5. W tym czasie wykonać miareczkowanie pH-metryczne (patrz dalej) sześciu roztworów kwasu octowego użytych do adsorpcji, w celu określenia dokładnego ich stężenia *przed adsorpcją* – c . Roztwory miareczkować roztworem NaOH o stężeniu $c_z = 0,1\text{ mol dm}^{-3}$.

6. Po zakończeniu procesu adsorpcji roztwory z kolbek przesączyć do ponumerowanych suchych zlewek o pojemności 50 cm^3 , używając suchych lejków i karbowanych sączków.
7. Przeprowadzić miareczkowanie pH-metryczne sześciu badanych roztworów kwasu octowego w celu wyznaczenia dokładnego stężenia kwasu *po adsorpcji* – c_1 .

Miareczkowanie pH-metryczne

1. pH-metr włączyć do sieci i uruchomić czerwonym przyciskiem. Do pH-metru podłączyć elektrodę kombinowaną i zanurzyć ją do wody destylowanej. Po ustaleniu się wartości pH, przyrząd jest przygotowany do pracy. pH-metr nie wymaga wzorcowania, ponieważ wcześniej został wykalibrowany. Z tego powodu nie należy zmieniać położenia pokręteł.
2. Do zlewki o pojemności 250 cm^3 włożyć bączek magnetyczny. Odpowiednio dobraną pipetą nalać taką ilość kwasu octowego, jak podano w tabeli A (miareczkowanie kwasu octowego przed adsorpcją) w odniesieniu do poszczególnych roztworów. Roztwór uzupełnić wodą destylowaną do objętości około 150 cm^3 .
3. Zlewkę ustawić na mieszadle magnetycznym i do roztworu zanurzyć elektrodę w taki sposób, aby znajdowała się ona minimum $1,5 \text{ cm}$ nad bączkiem magnetycznym; odległość ta jest konieczna, aby bączek nie uszkodził elektrody. Należy zwrócić uwagę, aby elektroda była zanurzona do $1/3$ swojej długości. Objętość $\approx 150 \text{ cm}^3$ powinna być wystarczająca. W razie konieczności dodać wody destylowanej.
4. Włączyć mieszadło magnetyczne.
5. Przystąpić do miareczkowania pierwszego roztworu. Na początku miareczkowania do roztworu kwasu octowego dodać jednorazowo taką ilość roztworu NaOH, jak podano w tabeli A. Odczekać do ustalenia się wartości pH roztworu, a następnie dodawać po jednej kropli roztworu zasady sodowej. Miareczkowanie zakończyć, gdy po dodaniu kolejnej kropli roztwór osiągnie $\text{pH} \approx 8$. Wartość pH należy przez jakiś czas obserwować, ponieważ często zdarza się, że po dokładnym wymieszaniu roztworu jego $\text{pH} < 8$. W takim przypadku, należy dodać kolejną kroplę zasady sodowej. Jeśli pH roztworu ustali się ostatecznie ($\text{pH} \approx 8$), miareczkowanie zakończyć. Jest to punkt końcowy miareczkowania, wynikający z krzywej miareczkowania pH-metrycznego. Całkowitą objętość roztworu zasady sodowej zużytej na zmiareczkowanie kwasu zapisać w tabeli.
6. Po zakończonym miareczkowaniu roztwór wylać. Elektrodę, zlewkę oraz bączek magnetyczny dokładnie opłukać wodą z kranu, a następnie wodą destylowaną.

7. Zmiareczkować kolejny roztwór kwasu octowego przed adsorpcją.
8. Po zakończeniu tej serii pomiarów przystąpić do miareczkowania roztworów kwasu octowego po adsorpcji. Roztwory do miareczkowania przygotować według tabeli B (miareczkowanie kwasu octowego po adsorpcji).
9. Po wykonaniu wszystkich pomiarów szklany sprzęt dokładnie umyć i przemyć wodą destylowaną. Elektrode pozostawić w naczyniu z wodą destylowaną.

Tabele wyników pomiarów

A. Miareczkowanie pH-metryczne kwasu octowego przed adsorpcją

Przybliżone stężenie CH ₃ COOH [mol dm ⁻³]	Objętość CH ₃ COOH V _k użyta do miareczkowania [cm ³]	Jednorazowa objętość dodanej NaOH [cm ³] c _z = 0,1 mol dm ⁻³	Całkowita objętość NaOH V _z zużyta na zmiareczko- wanie CH ₃ COOH [cm ³]
0,1	15	13	
0,2	10	18	
0,3	5	13	
0,4	5	18	
0,5	4	18	
0,6	4	22	
0,7	3	19	
0,8	3	22	
0,9	2	16	
1,0	2	18	

B. Miareczkowanie pH-metryczne kwasu octowego po adsorpcji

Przybliżone stężenie CH ₃ COOH [mol dm ⁻³]	Objętość CH ₃ COOH V _k użyta do miareczkowania [cm ³]	Jednorazowa objętość dodanej NaOH [cm ³] c _z = 0,1 mol dm ⁻³	Całkowita objętość NaOH V _z zużyta na zmiareczko- wanie CH ₃ COOH [cm ³]
0,1	15	10	
0,2	10	13	
0,3	5	9	
0,4	5	13	
0,5	4	13	
0,6	4	17	
0,7	3	15	
0,8	3	18	
0,9	2	13	
1,0	2	15	

Opracowanie i dyskusja wyników pomiarów

1. Obliczyć stężenie roztworów kwasu octowego przed adsorpcją c i po adsorpcji c_1 wg ogólnie znanego wzoru:

$$c_k = \frac{c_z V_z}{V_k} \quad (1)$$

gdzie: c_k – stężenie roztworu kwasu octowego (c lub c_1 wg przyjętej symboliki), V_k – objętość roztworu kwasu octowego użyta do miareczkowania, c_z – stężenie roztworu zasady, V_z – objętość roztworu zasady sodowej zużyta na zmiareczkowanie kwasu octowego.

2. Obliczyć stężenie kwasu octowego zaadsorbowanego na węglu aktywnym c_2 :

$$c_2 = c - c_1 \quad (2)$$

3. Obliczyć adsorpcję a , tzn. liczbę moli kwasu octowego zaadsorbowanego przez 1 kg adsorbenta. W tym celu można skorzystać z zależności podanej przez Guggenheima–Adama, słusznej w przypadku roztworów rozcieńczonych:

$$a = \frac{V(c - c_1)}{m_w} \quad [\text{mol kg}^{-1}] \quad (3)$$

gdzie: V – objętość kwasu octowego użyta do adsorpcji, m_w – masa węgla aktywnego użytego do adsorpcji.

4. Wykreślić zależność $a = f(c)$.
5. Wyznaczyć stałe n i k równania (4) metodą graficzną oraz metodą najmniejszych kwadratów.

$$\lg a = \lg k + 1/n \lg c \quad (4)$$

6. Napisać równanie izotermi Freundlicha, uwzględniając dane uzyskane w ćwiczeniu.
7. Do sprawozdania dołączyć wykresy wykreślone na papierze milimetrowym.

Tabela wyników obliczeń

Objętość kwasu użyta do adsorpcji $V = 0,020 \text{ dm}^3$					
Masa węgla aktywnego $m_w = 0,00045 \text{ kg}$					
c [mol dm ⁻³]	c_1 [mol dm ⁻³]	c_2 [mol dm ⁻³]	a [mol kg ⁻¹]	$\lg c$	$\lg a$
Stałe równania Freundlicha		$1/n$	n	$\lg k$	k
Metoda graficzna					
Metoda najmniejszych kwadratów					