

Réz-szulfát szűrése RO membránnal CM CELFA P-28 tesztberendezésen

Kiegészítő mérési segédlet

A réz-szulfát szűrése RO membránnal mérés egy komplex elválasztás-technikai laboratóriumi mérés. Célja, hogy a hallgató a mérés elvégzése után **az alábbi tanulási eredményeket elérje:**

Minimum szint:

A hallgató

- képes egy laboratóriumi méretű membránkészüléken eligazodni, a sematikus rajz alapján a főbb egységeket és a mérőműszereket azonosítani,
- meg tudja állapítani, hogy az egyes csővezetékben milyen anyagi minőségű és nyomású fluidum áramlik,
- a berendezésre képes helyes anyag- és komponens-mérlegegyenletet felírni, és a mérési adatok alapján a mérlegegyenletek hibáját meghatározni,
- rálátással rendelkezik a membrán permeabilitását befolyásoló fontosabb paraméterekre,
- ismeri a titrimetria elvét, képes a koncentráció meghatározására titrálás segítségével,
- a mérés során a mérési adatokat jól dokumentáltan jegyzi fel és átlátható formában összesíti,
- mérési adatait más szakember számára érthető formában, a megfelelő egyenletek kiválasztásával, és a mértékegységek helyes használatával értékeli ki, és átlátható kivitelű jegyzőkönyvet készít.
- a számítási eredményeit összeveti a tapasztalati értékekkel és jelentős eltérés esetén keresi a hiba okát.

Optimális szint (a minimum szint felett):

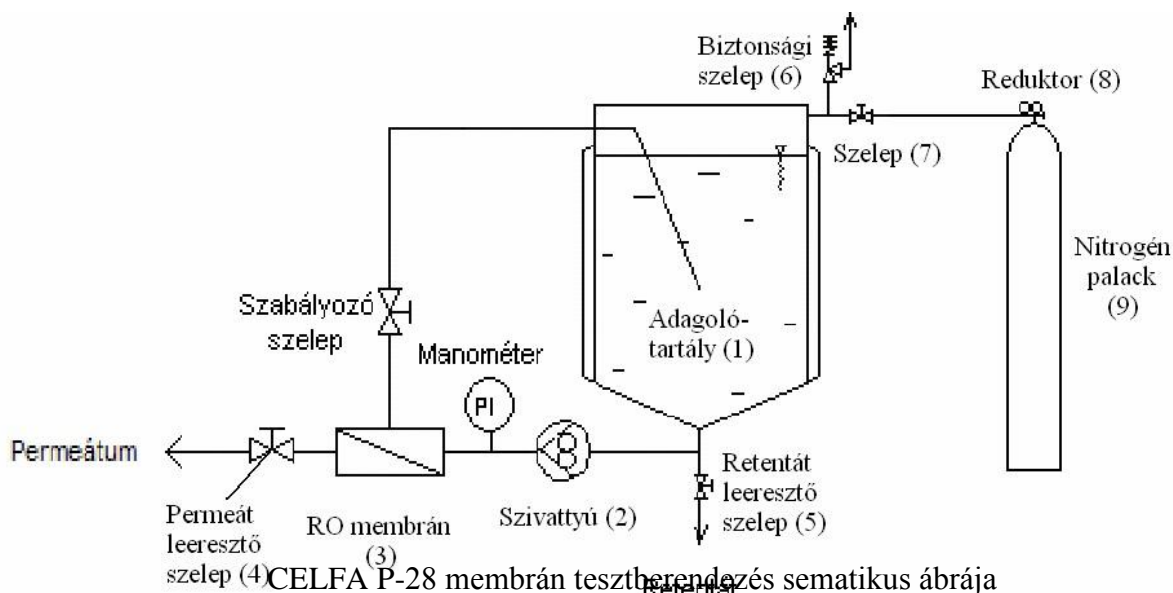
A hallgató:

- képes a cél (számítási feladat) ismeretében a szükséges mérési feladatok meghatározására,
- az egyes módszerek mérési bizonytalanságának ismeretében és a számításhoz szükséges pontosság figyelembevételével választ mérési/mintavételezési módszert és gyakoriságot,
- átlátja egy anyagátadási művelet során az egyes mérhető értékeket befolyásoló folyamatokat és azok kapcsolatait,
- az eredményeket összefüggéseiben, a gyakorlati tapasztalatai figyelembevételével értékeli.

A mérés során az alábbi alapismeretekre építünk, ezek szükségesek a mérési feladat elvégzéséhez, a mérés céljának és a számításoknak a megértéséhez és ezért számon is kérhetőek:

- anyagmérleg felírása szakaszos üzemelésű berendezésre vagy annak bármely részegységére,
- komponens-mérleg felírása szakaszos berendezésre vagy annak bármely részegységére,
- anyagveszteség értelmezése és meghatározása,
- fluxus, visszatartás, koncentráció számítása,
- reverz ozmózis jelensége, RO berendezés működési elvének ismerete,
- réz-koncentráció meghatározása jodometriás titrálással,

A mérés elvégzéséhez szükséges elméleti alapismeretek a VEGYIPARI MŰVELETEK II. Anyagátadó műveletek és kémiai reaktorok c. egyetemi tananyag 1.9. fejezetében található.



A készülék üzemeltetése RO mérésnél:

1. Elkészítjük a megadott koncentrációjú 300 ml térfogatú szürendő oldatot
2. A koncentrátum és a permeátum leeresztő alá szedőt helyezünk
3. Ellenőrizzük a (4) (5) (7) szelep zárt állását, és a reduktort (a reduktor nyomásszabályozója legyen teljesen balra tekerve, így ha kinyitjuk a palackot, akkor is nulla lesz a túlnyomás a palackot és a tartályt összekötő csőben).
4. Kb. 50 ml desztillált vizet töltünk az adagoló tartályba (1), majd bekapcsoljuk a szivattyú hálózati kapcsolóját (kis zöld gomb a fordulatszám-szabályozó mellett, amely bekapcsolás után világít). Ezzel átmoszuk a membránt.
5. Kb. 1-2 perc keringtetés után a szivattyú hálózati kapcsolóját lekapcsoljuk és a berendezésben lévő desztillált vizet az (5) retentát leeresztő szelepen át leengedjük, majd a szelepet elzárjuk.
6. Az előkészített kb. 300 ml térfogatú réz-szulfát oldatot a (1) adagolótartályba öntjük, a szivattyút beindítjuk (zöld gomb), majd ismét 1-2 perc keringtetés után a szivattyút lekapcsoljuk és az oldatot az (5) retentát leeresztő szelepen át leengedjük, majd a szelepet elzárjuk. (Erre a lépésre azért volt szükség, mert a mosás után a berendezésben maradt kb. 10 g desztillált víz, és az ez által okozott oldat hígulást figyelembe tudjuk venni.)
7. Az így módosult szürendő oldatnak megmérjük a vezetőképességét.
8. A szürendő oldatból 5 ml mintát veszünk pipettával a réz-tartalom meghatározáshoz, majd megmérjük az oldat tömegét.
9. A szürendő oldatot az (1) adagolótartályba öntjük.
10. A berendezés (szivattyú) kikapcsolt állapotában a (1) adagolótartály fedelét rázárjuk.
11. Elindítjuk a kevertetést a szivattyú bekapcsolásával (zöld gomb).
12. Külső nitrogén palackból ráadjuk a nyomást: a palackot kinyitjuk, majd a reduktoron a kívánt nyomásértéken óvatosan beállítjuk.
13. Ezután lassan kinyitjuk a (7) szelepet, így a tartály túlnyomás alá kerül. A tartályban uralkodó túlnyomást a manométer mutatja.

14. Amint a tartályban megjelenik a túlnyomás, kinyitjuk a permeát elvételi csomk szelepét, és elindítjuk a stoppert, ezzel megkezdődik a kísérlet.
15. Mérjük a mérés elindításától kezdve a leállításig az időt, közben a permeátumot köbözéssel mérjük. A mérésvezető által megállapított térfogatonként (ált. 10 ml) felírjuk a mérési időt.
16. Elvégezzük a megfelelő méréseket (köbözéssel fluxus mérés, ebben az időpillanatban leolvassuk a permeát vezetőképességét)
17. A mérést 1 órán keresztül végezzük. Egy óra elteltével elzárjuk a permeát szelepet.
18. Leállítjuk a kevertetést (szivattyú kikapcsolása a zöld gombbal), elzárjuk a nitrogén palackot.
19. Megvárjuk, amíg a nyomás kicsit csökken, majd a retentát leeresztő szelepet óvatosan kinyitjuk. Leengedjük a retentátot az (5) retentát elvételi szelepen, megmérjük a tömegét és térfogatát.
20. Ha a túlnyomás megszűnt, elzárjuk a (7) szelepet és a reduktor szabályozóját ütközésig balra fordítjuk.
21. A mérés végén az (1) adagoló tartály tetejét leszedjük.
22. A membránt desztillált vízzel átmoszuk az 5-6 pontoknak megfelelően. A mosást addig ismételjük, amíg a leengedett mosóvíz vezetőképessége kb. 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$ nem lesz.
23. A mosás befejeztével 50 ml desztillált vizet öntünk a membránra, hogy elkerüljük annak kiszáradását.
24. A RETENTÁTUMBÓL MINTÁT VESZÜNK, ÉS A BETÁPLÁLÁSI OLDATTAL EGYÜTT MEGHATÁROZZUK ANNAK RÉZTARTALMÁT JODOMETRIÁS TITRÁLÁSSAL
25. A permeátum réztartalmát vegyük 38 mg/l-nek. (A permeátum réztartalma jodometriás titrálással nem, csak atomabszorpcióval határozható meg.)
26. A mérés végén a permeátumot és a megmaradt retentátumot visszatöltjük a folyadéktároló edénybe, melyet a következő csoport újra fel tud használni.

Szürendő oldat:

~10 g/l koncentrációjú $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ oldat

Alkalmazott membrán:

Felülete: 28 cm^2

Típusa: mérésvezető mondja meg

Mérési körülmények:

Transzmembrán nyomás: ~30 bar

Hőmérséklet: laborhőmérséklet (kb. 25°C)

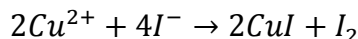
Mérési idő: 60 min

Beadandó:

1. Táblázatban a mérési körülmények, beleértve a mérési időt, és a hozzá tartozó permeátumot térfogatot.
2. Anyagmérleg; komponensmérleg RÉZIONRA vonatkozóan (a retentát esetében is a víz sűrűségével lehet számolni).
3. A membrán visszatartása rézionra. (Számítás 8.12-1 egyenlet alapján.)
4. Diagram: Fluxus változása a mérési idő függvényében $\text{Fluxus}=[\text{l}/\text{m}^2\text{h}]$, $\text{idő}=[\text{min}]$ (Így szemléletes az ábra)
5. Diagram: permeátum vezetőképessége az idő függvényében.

Réz (II) ionok meghatározása jodometriás titrálással

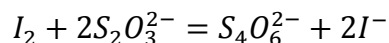
A mérés elve: A réz(II) ionok a jodidionokat jóddá oxidálják miközben réz(I) ionok keletkeznek. Ezek a feleslegben lévő jodidionokkal igen rosszul oldódó réz(I)-jodid csapadékot adnak. A reakció:



A csapadék kiválása tolja el az egyensúlyt a I_2 keletkezésének irányába. Mivel azonban a bruttó reakció egyensúlyi állandója sem nagy ($K \sim 10^4$), ezért nagy jodidion felesleg szükséges a méréshez.

Megfelelő jodidion felesleg esetén a kivált jód mennyisége gyakorlatilag egyenértékű a titrálendő réz (II) ionokkal. A réz (I)-jodid csapadék mennyiségileg akkor válik le teljesen, ha a reakcióelegyet ecetsavval gyengén megsavanyítjuk. Erős savval nem szabad savanyítani, mert az erős savak oldják a csapadékot.

A réz (II) ionok által kiválasztott jódot nátrium-tioszulfát mérőoldattal, keményítő indikátor jelenlétében mérjük:



1 ml 0,1 mol/liter koncentrációjú nátrium-tioszulfát mérőoldat 1 mmol, azaz $63,54 \cdot 0,1 = 6,354$ mg réz(II) iont mér.

Szükséges vegyszerek:

0,1 mólos $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldat 5%-os ecetsav oldat
kálium-jodid
keményítő indikátor

Mérési eljárás:

100 cm³ üveg dugós Erlenmeyer-lombikba bemérjük a mintát. Desztillált vízzel kb. 50 cm³-re hígítjuk. Hozzáadunk 5 cm³ ecetsavat és kb. 1 g KI-ot, majd a lombikot gyorsan ledugaszoljuk. Öt perc várakozás után a kivált jódot a 0,1 mólos $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldattal megtitráljuk, az egyenértékponthoz közelében 1 cm³ keményítő indikátort téve az oldatba. A megtitrált oldat tiszta fehér csapadékot tartalmaz.

A laborleíratot készítette Cséfalvay Edit. Utolsó módosítás 2018-ban, készítette Valentinyi Nóra.