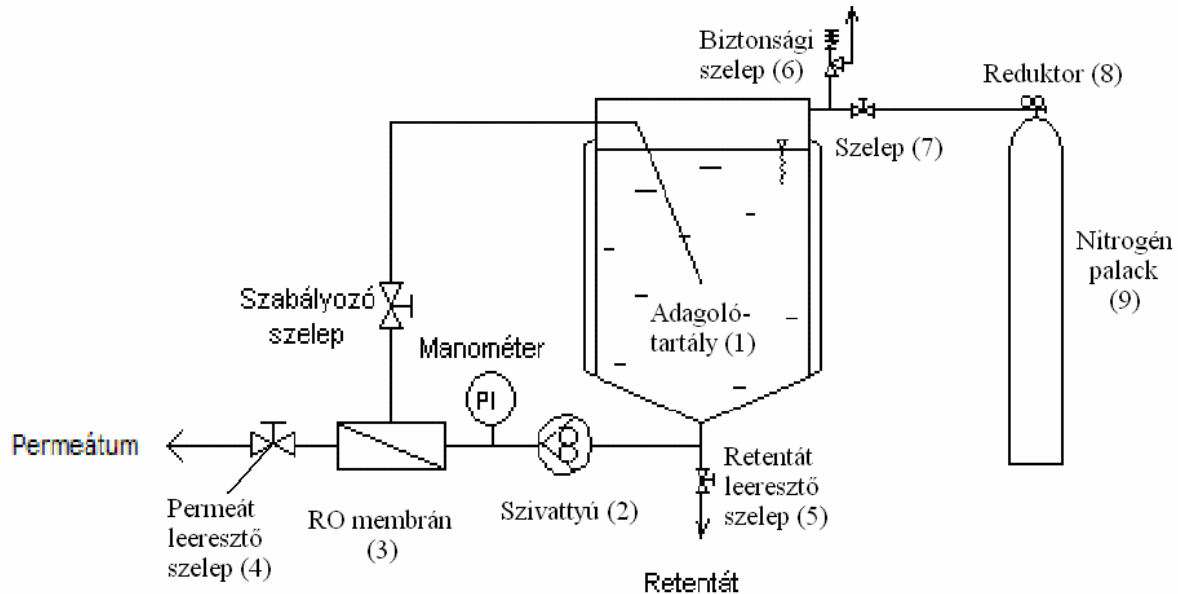


Réz-szulfát szűrése RO membránnal CM CELFA P-28 tesztberendezésen Kiegészítő mérési segédlet

A mérés elvégzéséhez szükséges elméleti alapismeretek a Vegyipari Félüzemi Praktikum 8.12. fejezetében található.



CELFA P-28 membrán tesztberendezés sematikus ábrája

A készülék üzemeltetése RO mérésnél:

1. Elkészítjük a megadott koncentrációjú 500 ml térfogatú szűrendő 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. Ellenőrizzük, hogy a szivattyú fordulatszám-szabályozója 300 értékre áll.
5. 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.
6. Kb. 1-2 perc keringtetés után a szivattyú hálózati kapcsolóját lekapcsoljuk és a berendezésben lévő desztillált vizet a (5) retentát leeresztő szelepen át leengedjük, majd a szelepet elzárjuk.
7. Az előkészített kb. 500ml 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 a (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 ezáltal okozott oldat hígulást figyelembe tudjuk venni.)
8. Az így módosult szűrendő oldatnak megmérjük a vezetőképességét.
9. A szűrendő oldatból 5 ml mintát veszünk pipettával a réz-tartalom meghatározáshoz, majd megmérjük az oldat tömegét.
10. A szűrendő oldatot a (1) adagolótartályba öntjük.
11. A berendezés (szivattyú) kikapcsolt állapotában a (1) adagolótartály fedelét rázárjuk.
12. Elindítjuk a kevertetést a szivattyú bekapcsolásával (zöld gomb)

13. Külső nitrogén palackból ráadjuk a nyomást: a palackot kinyitni, majd a reduktoron a kívánt nyomásértéken óvatosan beállítani.
14. Ezután lassan kinyitjuk a (7) szelepet, így a tartály túlnyomás alá kerül. A tartályban uralkodó túlnyomást a manométer mutatja.
15. Amint a tartályban megjelenik a túlnyomás, kinyitjuk a permeát elvételi csonkot, és elindítjuk a stoppert, ezzel megkezdődik a kísérlet.
16. 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. (Hasonlóan a „szűrés keretes szűrőprélen” című méréshez.)
17. Elvégezzük a megfelelő méréseket (köbözéssel fluxus mérés, ebben az időpillanatban leolvassuk a permeát vezetőképességét)
18. A mérést 100ml permeátum térfogatig végezzük. A mérés végén elzárjuk a permeát szelepet.
19. Leállítjuk a kevertetést (szivattyú kikapcsolása a zöld gombbal), elzárjuk a nitrogén palackot.
20. Megvárjuk, amíg a nyomás kicsit csökken, majd a retentát leeresztő szelepet óvatosan kinyitjuk. Leengedjük a retentátot a (5) retentát elvételi szelepen, megmérjük a tömegét és térfogatát.
21. Ha a túlnyomás megszűnt, elzárjuk a (7) szelepet és a reduktor szabályozóját ütközésig balra fordítjuk.
22. A mérés végén az (1) adagolótartály tetejét leszedjük.
23. 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.
24. A mosás befejeztével 50ml desztillált vizet öntünk a membránra, hogy elkerüljük annak kiszáradását.
- 25. A RETENTÁTUMBÓL MINTÁT VESZÜNK ÉS A BETÁPLÁLÁSI OLDATTAL EGYÜTT MEGHATÁROZZUK ANNAK RÉZTARTALMÁT JODOMETRIÁS TITRÁLÁSSAL**
26. A permeátum réztartalmát vegyük 38 mg/l-nek. (A permeátum réztartalma jodometriás titrálással nem, csak atomabszorpcióval határozható meg.)
- 27. A mérés végén a permeátumot és a megmaradt retentátumot visszatöltjük az 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)

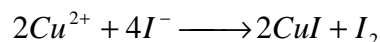
Mérési idő: 100 ml permeátum összegyűjtésének ideje

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

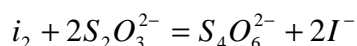
A mérés elve: A réz(II) ionok a jodidionokat jóddá oxidálják miközben réz(I) ionok keletkeznek. Ezek a feleslegben lévő jodidionokkal igen rosszul oldódó réz(I)-jodid csapadékot adnak. A reakció:



A csapadék kiválása tolja el az egyensúlyt a I₂ 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 Na₂S₂O₃ 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 Na₂S₂O₃ mérőoldattal megtitráljuk, az egyenértékponthoz közelében 1 cm³ keményítő indikátort téve az oldatba. A megtitrált oldat tiszta fehér csapadékot tartalmaz.