

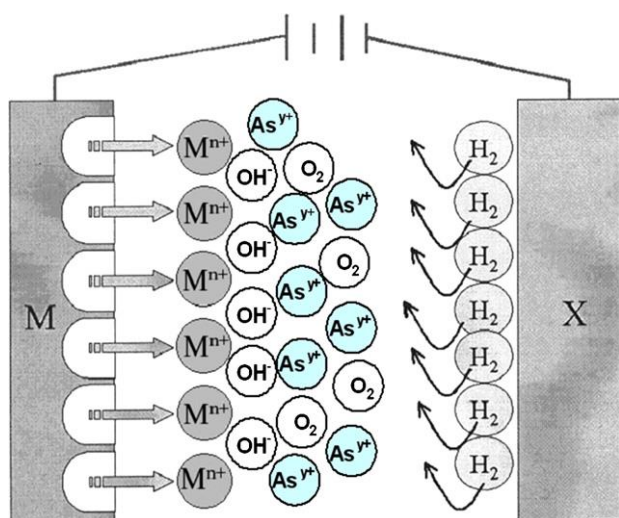
ĆWICZENIE 7: USUWANIE ARSENU Z WÓD METODĄ ELEKTROKOAGULACJI. WYZNACZANIE WYDAJNOŚCI PROCESU METODĄ CHRONOWOLTAMPEROMETRII ZE WSTĘPNYM ZATĘŻANIEM NA MIKROELEKTRODZIE ŻŁOTEJ.

Cel ćwiczenia:

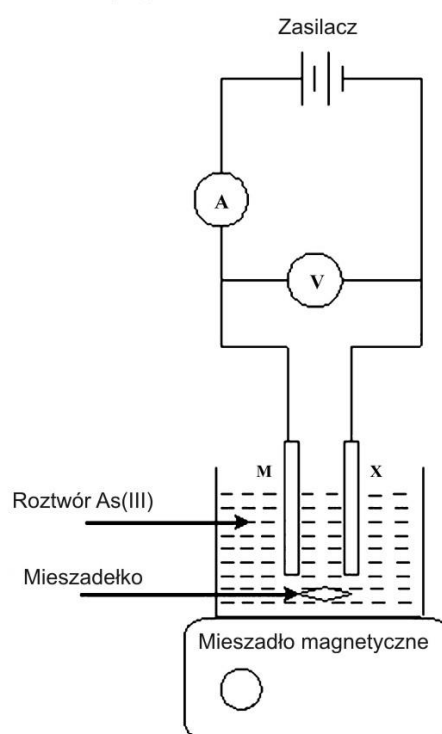
Celem ćwiczenia jest zapoznanie studentów z wykorzystywaniem elektrokoagulacji do oczyszczania ścieków laboratoryjnych z arsenu oraz zastosowaniem mikroelektrod i voltamperometrii ze wstępnym zatężaniem do wyznaczenia wydajności tego procesu.

Wstęp:

Elektrokoagulacja jest techniką oczyszczania wody i ścieków, w której metal z elektrody jest roztrawiany elektrolitycznie z utworzeniem cząstek koloidalnych np.: $[\text{Fe}(\text{OH})_3]_x$ i $[\text{Al}(\text{OH})_3]_x$ o wysokiej zdolności sorpcyjnej, dzięki czemu po koagulacji żel z roztworu zostają usunięte zaadsorbowane na nich cząsteczki substancji zanieczyszczającej wodę. Metodą tą usuwa się poprzez adsorpcję na cząsteczkach koloidalnych wytwarzanych w trakcie elektrolizy: metale ciężkie, cyjanki, arsen, pestycydy, barwniki, detergenty, zawieszona substancja stała, tłuszcze, oleje, smary, algi, wirusy, bakterie, krzemiany.



Rys 1. Mechanizm elektrokoagulacji
M i X – elektrody ze stali nierdzewnej bądź glinu Fe-Fe,
Al-Al., Al-Fe)[1]



Rys 2. Schemat elektrycznego układu do usuwania arsenu z zastosowaniem elektrokoagulacji [1].

Odczynniki:

Roztwór NaAsO₂ o stężeniu 10⁻³M
20% KOH
20% H₂SO₄
Stały NaCl

Aparatura:

pH-metr Level 1 (WTW Ini-Lab)
Zasilacz Typ 5352 (Unitra Unima)
Mieszadło magnetyczne
Woltomierz typ V530 (Metratronik)
Amperomierz Levo-3
Potencjostat Edas 101B
Komputer

Wykonanie ćwiczenia:

1. Usuwanie arsenu metodą elektrokoagulacji

Do zlewki na 150 ml wprowadzić 3 ml roztworu zawierającego arsen dodać 100 ml H₂O i za pomocą roztworów: 20% KOH i 20% H₂SO₄ doprowadzić do pH pomiędzy 6-7. Do pomiarów pH zastosować pHmetr. Dodać 0.4 g NaCl w celu zwiększenia przewodnictwa roztworu. **Przed elektrolizą odlać 5ml roztworu do małej zlewki na 10 ml.** Dużą zlewkę umieścić na mieszadle magnetycznym. W roztworze zanurzyć elektrody ze stali nierdzewnej. Podłączyć je do zewnętrznego źródła napięcia (zasilacz), prowadzić elektrolizę przez 1 godzinę intensywnie mieszając roztwór. Utrzymywać stałe natężenie prądu rzędu 100 mA. Po ukończeniu elektrolizy poczekać aż nastąpi sedymentacja. Roztwór z nad osadu przesączyć.

2. Wyznaczanie wydajności procesu usuwania arsenu w %

W zlewce na 10 ml z roztworem nie poddanym procesowi elektrokoagulacji umieścić trzy elektrody (elektroda robocza-mikroelektroda Au, elektroda odniesienia-elektroda chloro-srebrowa, elektroda pomocnicza-elektroda platynowa) i podłączyć je do układu pomiarowego (EDAS 101B). Korzystając z programu mikro 32se zarejestrować trzy krzywe woltamperometryczne ze wstępnym zatężaniem na mikroelektrodzie złotej. Parametry detekcji: Potencjał zatężania równy potencjałowi startu polaryzacji $E_{\text{Initial}} = -600$ mV, czas zatężania (preconcentration time) - 20s, $E_{\text{vertex}} = E_{\text{final}} = 500$ mV, szybkość polaryzacji (sweep rate) - 20 V/s. Potencjał kondycjonowania $E_{\text{rest}} = 1400$ mV. Odsączony roztwór po elektrokoagulacji wprowadzić do drugiej zlewki na 10 ml umieścić w nim elektrody i zarejestrować trzy krzywe w warunkach jak wyżej.

Opracowanie wyników:

1. Zarejestrowane krzywe przenieść do Exela sporządzić wykresy $i=f(E)$.
2. Zmierzyć wysokość pików utlenienia As(0) do As (III)
3. Na podstawie wysokości pików, korzystając z wprost proporcjonalnej zależności wysokości pików od stężenia wyznaczyć wydajność procesu usuwania arsenu w %. Obliczenia umieścić w sprawozdaniu.
4. Napisać równania reakcji przebiegające na anodzie i katodzie podczas elektrolizy oraz opisać zjawiska fizyczne i chemiczne towarzyszące stosowanej w ćwiczeniu technice oczyszczania.
5. Wyciągnąć wnioski co do efektywności zastosowanej metody usuwania arsenu.

Wymagania:

1. Podstawowe informacje dotyczące elektrolizy.
 - a) Znajomość zasad wykonania ćwiczenia i uzasadnienie wszystkich czynności wykonywanych podczas elektrolizy.
 - b) reakcje przebiegające podczas elektrolizy,
 - c) prawa elektrolizy i warunki ich stosowania
 - d) nadnapięcie polaryzacja chemiczna i stężeniowa
 - e) wpływ mieszania i ogrzewania roztworu na wielkość prądu i polaryzację elektrod
2. Elektrokoagulacja, elektroflotacja, elektrodializa
3. Adsorpcja chemiczna i fizyczna.
 - a) Izotermy adsorpcji.
 - b) Proces adsorpcji i elektrosorpcji.
4. Wykorzystanie ultramikroelektrod w pomiarach elektrochemicznych.

Literatura:

1. J. A.G. Gomesa, P. Daida, M. Kesmez, M. Weir, H. Moreno, J. R. Parga, G. Irwin, H. McWhinney, T. Grady, E. Peterson, D. L. Cocke, Journal of Hazardous Materials B139 (2007) 220–231
2. M. Ciszowska, Z. Stojek, Wiadomości Chemiczne 1992(46) 633-655
3. D. L. Cocke, Journal of Hazardous Materials B139 (2007) 220–231
4. C. G. Zoski, Electroanalysis 14 (2002)1041-1051
5. S. B. Saban, R. B. Darling, Sensors and Actuators B 61 _1999. 128–137