

Sveučilište u Zagrebu

Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije

Zavod za polimerno inženjerstvo i organsku kemijsku tehnologiju

NAPREDNE OKSIDACIJSKE TEHNOLOGIJE

Laboratorijske vježbe

Interna skripta za studente

Fakulteta kemijskog inženjerstva i tehnologije

Priredili:

Stefani Tonković, mag. ing. oecoling.

Martina Kujavić, univ. mag. ing. cheming.

dr. sc. Anamarija Pulitika

Voditelj kolegija

prof. dr. sc. Hrvoje Kušić

Sadržaj

Pisanje referata	1
Vježba 1. Obrada otpadnih voda primjenom oksidacijskih procesa	3
Vježba 2. Obrada otpadnih voda fotooksidacijom	5
Vježba 3. Obrada otpadnih voda fotokatalizom	8

Pisanje referata

Referat je potrebno izraditi po završetku vježbi i predati ga najkasnije do zadnjeg dana semestra.

Referat se izrađuje u obliku Word dokumenta te se u tom obliku i šalje na mail voditelju/ima laboratorijskih vježbi. Naziv datoteke mora biti u sljedećem obliku:

- grupa_prezime1_prezime2.docx (primjer: 1_kujavic_pulitika.docx).

Referat je potrebno urediti sukladno pravilima pisanja svih seminarskih/završnih/diplomskih radova odn. prema pravilniku o izradi završnih i diplomskih radova koji se nalazi na web stranicama fakulteta. To znači da tekst treba biti pisan fontom *Times New Roman*, veličine 12 uz prored 1,5 te obostrano poravnanje i uvlaku prvog reda teksta. Slike ili grafički prikazi trebaju biti centrirani i numerirani uz opis ispod dok se kod tablica opis treba nalaziti iznad tablice. Formule je potrebno oblikovati u *Word* dokumentu, centrirati i numerirati (brojevi kod numeriranja moraju biti desnog poravnanja). Svi grafovi izrađeni u *excellu* trebaju biti preslikani u *Word* dokument u obliku slike tj. *picture* kako se sadržaj ne bi mogao naknadno mijenjati. Literaturu je potrebno navoditi prema uputama pravilnika.

Referat treba imati do najviše 30 stranica i treba sadržavati:

1. Naslovnu stranicu s popisom svih studenata koji su sudjelovali u izradi referata.
2. Kratak teorijski pregled za svaku vježbu koja se izvodi na praktikumu za koji je potrebno koristiti literaturu preuzetu iz odabrane baze znanstvenih radova (ScienceDirect...)
 - a. Ukratko opisati teorijsku osnovu naprednih oksidacijskih procesa (AOP), uključujući njihova temeljna načela i mehanizme stvaranja reaktivnih oksidacijskih vrsta.
 - b. Posebno se osvrnuti na procese koji su obrađivani tijekom laboratorijske vježbe.
 - c. Objasniti zašto su AOP važni u području pročišćavanja otpadnih voda te navesti tipične primjene u praksi.
3. Eksperimentalni dio u kojem je sadržan zadatak svake pojedine vježbe koja se izvodi na praktikumu te popis potrebnih kemikalija i uređaja, slika i izračuni potrebnih masa i volumena reagensa na temelju zadatkom zadanih koncentracija.

4. Rezultate koji objedinjuju tablice dobivenih rezultata, proračune i pripadajuće grafove.
5. Raspravu koja uključuje komentar na rezultate svake pojedine vježbe kao i usporedbu rezultata.
(Rezultati i rasprava mogu se pisati zajedno)
6. Zaključak koji treba biti kratak, jasan i usmjeren na bitne činjenice.
7. Popis literature (za što se mogu koristiti alati poput Mendeley-a ili Zotera)

Vježba 1. Obrada otpadnih voda primjenom oksidacijskih procesa

Zadatak

Ispitati i usporediti učinkovitost Fentonovog procesa i persulfatne oksidacije na obezbojenje modelne otopine odabranog bojila Reactive Red (RR45). Učinkovitost izraziti kao postotak razgradnje bojila prateći smanjenje koncentracije UV/Vis spektrofotometrom. Rezultate prikazati grafički i tablicama te odrediti konstantu brzine reakcije, komentirati.

Kemikalije

- $\text{FeSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$, $M = 278 \text{ g mol}^{-1}$
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$, $M = 238 \text{ g mol}^{-1}$
- H_2O_2 , $M = 34 \text{ g mol}^{-1}$, $W = 30\%$, $\rho = 1,11 \text{ kg dm}^{-3}$
- Na_2SO_3 , $M = 126 \text{ g mol}^{-1}$
- Bojilo Reactive Red, $c(\text{RR45}) = 0,05 \text{ g dm}^{-3}$, $\text{pH} = 3$

Instrumenti

- UV/Vis spektrofotometar, Perkin Elmer EZ 201

Postupak

Prije početka vježbe pripremiti viala u koje će se dodati oko 10 mg natrijevog sulfita (Na_2SO_3) koji zaustavlja reakciju. U čašu od 250 mL dodati 100 mL početne otopine bojila te staviti na magnetsku miješalicu. U otopinu dodati potrebnu odvagu $\text{FeSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$. Prije pokretanja reakcije odrediti početnu vrijednost apsorbancije pomoću UV/VIS spektrofotometra. Pokrenuti reakciju dodavanjem oksidansa (vodikovog peroksida (H_2O_2) ili natrijevog persulfata ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$)) te pokrenuti štopericu. U zadanim vremenskim intervalima, iz otopine uzeti oko 4 mL uzorka pomoću šprice i prebaciti ga u vialu s prethodno dodanim Na_2SO_3 . Nakon toga uzeti uzorak iz viala pomoću šprice te ga preko celuloznog filtera prebaciti u kivetu i izmjeriti apsorbanciju.

Vježba 2. Obrada otpadnih voda fotooksidacijom

Zadatak

Ispitati i usporediti učinkovitost fotooksidacijskog procesa s vodikovim peroksidom i persulfatom kao oksidansima na obezbojenje modelne otopine odabranog bojila Reactive Red (RR45). Učinkovitost izraziti kao postotak razgradnje bojila prateći smanjenje koncentracije UV/Vis spektrofotometrom. Rezultate prikazati grafički i tablicama te odrediti konstantu brzine reakcije, komentirati.

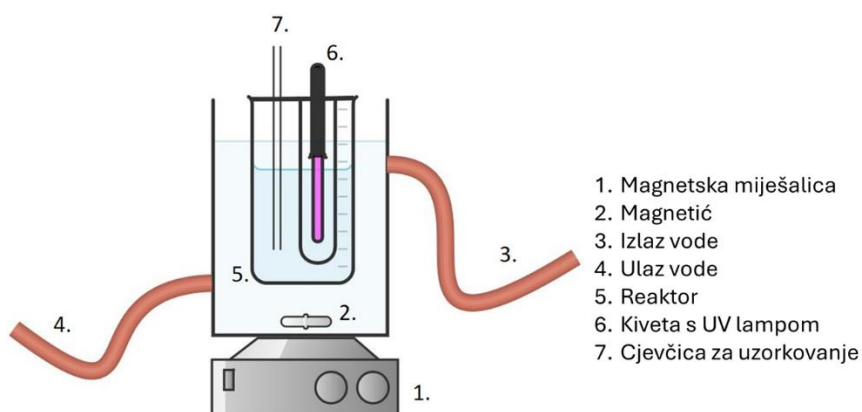
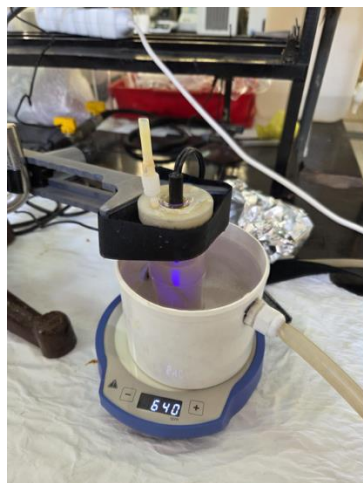
Kemikalije

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$, $M = 238 \text{ g mol}^{-1}$
- H_2O_2 , $M = 34 \text{ g mol}^{-1}$, $W = 30\%$, $\rho = 1,11 \text{ kg dm}^{-3}$
- Na_2SO_3 , $M = 126 \text{ g mol}^{-1}$
- Bojilo Reactive Red, $c(\text{RR45}) = 0,05 \text{ g dm}^{-3}$

Instrumenti

- UV/Vis spektrofotometar, Perkin Elmer EZ 201

Aparatura



Slika 1. Aparatura za fotooksidacijsku razgradnju modelne otopine uz UV zračenje.

Postupak

Sastaviti aparaturu prema slici. Prije početka vježbe pripremiti vialu u koju će se dodati oko 10 mg natrijevog sulfita (Na_2SO_3) koji zaustavlja reakciju. U reaktor dodati 80 mL početne otopine bojila. Prije pokretanja reakcije odrediti početnu vrijednost apsorbancije pomoću UV/VIS spektrofotometra. Pokrenuti reakciju dodavanjem oksidansa (vodikovog peroksida (H_2O_2) ili natrijevog persulfata ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$)) i u isto vrijeme pokrenuti izvor UV zračenje te pokrenuti štopericu. U zadanim vremenskim intervalima, iz otopine uzeti oko 4 mL uzorka pomoću šprice i prebaciti ga u vialu s prethodno dodanim Na_2SO_3 kako bi se zaustavila reakcija. Uzorak iz vialu prebaciti u kivetu preko celuloznog filtera i izmjeriti apsorbanciju.

Vježba 3. Obrada otpadnih voda fotokatalizom

Zadatak

Ispitati i usporediti učinkovitost fotokatalitičkih procesa s titanijevim dioksidom i bizmutovim vanadatom kao katalizatorima aktiviranim solarnim zračenjem za razgradnju fenola u vodenoj otopini. Učinkovitost izraziti kao postotak razgradnje fenola prateći smanjenje koncentracije pomoću tekućinske kromatografije visoke djelotvornosti. Rezultate prikazati grafički i tablicama te odrediti konstantu brzine reakcije, komentirati.

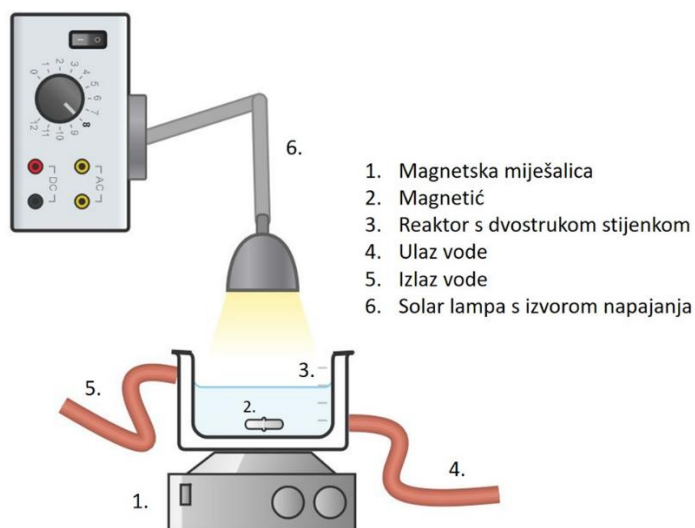
Kemikalije

- TiO_2
- BiVO_4
- Fenol, $c = 100 \mu\text{mol dm}^{-3}$

Instrumenti

- HPLC (High Performance Liquid Chromatography), LC-20 (Shimadzu, Japan)

Aparatura



Slika 2. Aparatura za fotokatalitičku razgradnju modelne otopine pod solarnim zračenjem.

Postupak

Sastaviti aparaturu prema slici. Uzeti uzorak početne otopine i prenijeti u vialu za HPLC. U reaktor dodati 90 mL početne otopine fenola ($100 \mu\text{mol dm}^{-3}$) te određenu masu fotokatalizatora (TiO_2 ili BiVO_4). Uključiti magnetsku miješalicu te nakon 10 minuta miješanja uključiti solarnu lampu i pokrenuti štopericu. U zadanim vremenskim intervalima, iz reaktora uzimati oko 2 mL uzorka i prenijeti u vialu preko celuloznog filtera. Odrediti koncentraciju fenola pomoću HPLC-a.

t / min	$c(\text{fenol}) / \mu\text{mol dm}^{-3}$	stupanj konverzije / %