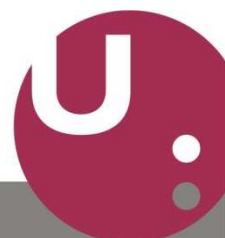


NANOFILTRACE INDIGOKARMÍNU

PETR MIKULÁŠEK

Univerzita Pardubice
Fakulta chemicko-technologická
Ústav environmentálního a chemického inženýrství

*Centralizovaný rozvojový projekt MŠMT č. C29:
„Integrovaný systém vzdělávání v oblasti výskytu a eliminace reziduí léčiv v
životním prostředí“*

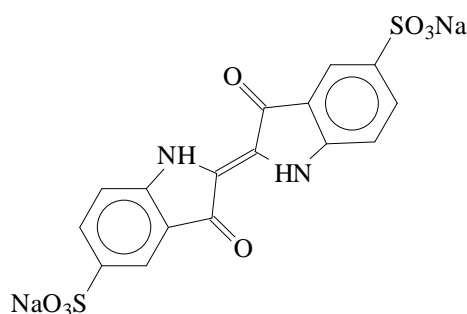


prof. Ing. Petr Mikulášek, CSc.; Ing. Jiří Cuhorka.

Ústav environmentálního a chemického inženýrství, Fakulta chemicko-technologická,
Univerzita Pardubice

Teoretická část práce

Tato úloha se zabývá nanofiltrací roztoku barviva indigokarmínu¹ (viz Obr. 1).



Obrázek 1 Indigokarmín, $M_r = 466,36$, $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$ (maximum absorpce u 610 nm).

Nanofiltrace je jedním z tlakových membránových separačních procesů. Vhodné separační vlastnosti nanofiltračních membrán lze využít ke zkoncentrování roztoku barviva a tím snížení objemu nebezpečného odpadu.

Separací schopnost membrány je možné vyjádřit pomocí rejekce membrány (R), která je definována jako podíl látky zadržené membránou k podílu látky přivedenému na membránu. Rejekci lze tedy vyjádřit v obecném tvaru:

$$R = 1 - \frac{c_P}{c_F}$$

kde index P značí permeát, což je proud který prošel membránou (v našem případě zbaven barviva) a index F značí nástrík („Feed“), což je proud, který byl na membránu přiveden.

Druhým základním parametrem popisujícím membránu je její vlastní výkon, který lze popsat pomocí tzv. intenzity toku permeátu (J_P), flux. Je to objemový průtok permeátu vztažený na aktivní plochu membrány. Intenzitu toku permeátu lze vyjádřit ve tvaru:

$$J_P = \frac{\dot{V}_P}{A}$$

Princip úlohy

Jedná se o nanofiltraci vodného roztoku indigokarmínu s použitím membrány AFC 40 (výrobce PCI Membranes). Tabulka 1 shrnuje nejdůležitější parametry použité membrány².

Tabulka 1 Vlastnosti použité membrány²

Název	AFC 40
Výrobce	PCI Membranes
Typ	tubulární
Materiál	polyamid na polysulfonovém nosiči
Plocha	240 cm ²
Povrchový náboj	negativní (při pH=7)
Pracovní tlak	max. 60 bar

Postup práce

Nejprve zapneme postupně (zprava) všechny jističe na přední straně aparatury FT 18 (viz obr. 2, resp. obr. 3). Vizuálně zkontrolujeme nástřik v nádrži a ujistíme se, že na přední straně nesvítí žádné chybové hlášení (v nádrži by mělo být minimálně 7,5 l kapaliny - dle skupiny). Zapneme čerpadlo pomocí kolébkového vypínače na přední straně aparatury.

Zapneme chladicí zařízení TAE evo. Podržení tlačítka „setup“ je možné po rozblikání kontrolky nastavit pomocí kurzorových tlačítek teplotu chladicí kapaliny. Je možné, že bude nutné tuto teplotu změnit, aby teplota nástřiku byla $25 \pm 0,3$ °C (pozn.: případnou změnu je nutné provádět až po ustálení teplotních profilů).

Pomocí otáčení šroubu membránového ventilu ve směru hodinových ručiček (ve směru vyznačených šipek) nyní zvyšujte tlak v nanofiltrační aparatuře až na hodnotu 10 bar. Nastavenou hodnotu tlaku kontrolujeme na PC. Hodnotu je nutné průběžně kontrolovat i během měření a případně ji upravit. Průběžně je nutné rovněž kontrolovat i teplotu nástřiku pomocí externího teploměru ponořeného v nástřiku. Během nastavování parametrů procesu je nutné připravit vzorek barviva. Naváží se přibližně 0,4 g indigo karmínu a rozpustí se v 500 ml demi vody. Není nutné znát přesné navážky, jelikož stanovení přesné koncentrace bude prováděno spektrofotometricky. Během měření je nutné přibližně každých 10 min vrátit získaný permeát do nástřiku za účelem udržení konstantní virtuální koncentrace barviva v nástřiku. Těsně před prvním vrácením permeátu (tedy přibližně po 10 min) se nalije připravený roztok barviva do nástřiku. Permeát se využije pro vypláchnutí kádinky od barviva a až poté bude nalit zpět do nástřiku. Ihned po vrácení dalšího podílu permeátu (tedy po cca 20 min) a jeho rozmíchání se odebere vzorek nástřiku. Vrácení permeátu se zopakuje 2x. Při každém vrácení permeátu se odebere jeho vzorek. Po cca 40 minutách je tedy odebrán jeden vzorek nástřiku a dva vzorky permeátu (po 30 min a 40 min. experimentu, tedy 20 a 30 minutách separace po přidání barviva) a je možné experiment ukončit. Nejprve pomocí

otáčení proti směru hodinových ručiček membránovým ventilem snížíme tlak (dostačující je jen na cca 5 bar) a pak pomocí kolébkového vypínače vypneme čerpadlo. Následně se vypnou jističe na přední straně aparatury. Nyní je možné vypnout i chladicí zařízení TAE evo. Odebrané vzorky nástřiku a permeátu podrobíme spektrofotometrické analýze, přičemž je nutné vzorek nástřiku vhodně zředit (např. 10x). Z kalibrační křivky odečteme příslušné koncentrace. V případě zředování dopočítáme příslušnou reálnou koncentraci.

Měření intenzity toku permeátu se provádí pomocí druhého PC, ke kterému jsou připojeny váhy. Na vahách je umístěna kádinka, která slouží k jímání permeátu. U těchto vah je i druhá kádinka, která se využije při vracení permeátu do nástřiku. Na PC se měření provádí pomocí programu MF (je umístěn na ploše). Po jeho spuštění je nejprve nutné zadat název (ULOHA 1 až 3 podle pracovní skupiny) a pak čas, kdy bude docházet k zaznamenávání hodnot z vah. Zde nastavte 30, což značí sběr dat po každých 30s. Dalším parametrem je hustota permeátu. Zde se nastaví hodnota 1 kg/l. Poslední parametr je plocha membrány. AFC 40 umístěná v modulu má celkovou plochu 240 cm². Program se posléze spustí mezerníkem; před jeho spuštěním musí být váhy vytárovány s prázdnou kádinkou. Postup vytárování vah je založen na jímání permeátu do druhé kádinky pomocí hadice. Sundáme kádinku z vah, ale pořád do ní jímáme permeát. Na váhy umístíme novou kádinku a váhy vytárujeme. Spustíme program pomocí mezerníku. Nyní umístíme konec hadice tak, aby permeát natékal do nové (vytárované) kádinky na vahách.

Po spuštění programu začne sběr dat. Na obrazovce je možné sledovat časový průběh intenzity toku permeátu. Jelikož se nebude měnit hnací síla (tlak) a teplota (a nepředpokládáme zanášení membrány), měla by být získána přibližně konstantní hodnota. Po cca 10 minutách je nutné vrátit permeát do nástřiku. Postup výměny kádinky je stejný jako při startu programu, pouze je nutné nejprve program zastavit klávesou zkratkou Alt+H. Permeát se použije pro vypláchnutí kádinky s přídavkem barviva (po 10 minutách), příp. se odebere vzorek (30 a 40 min) a vrátí se do nástřiku. Průběžně se zapisují hodnoty intenzity toku permeátu, z kterých se vypočítá průměrná hodnota. Po vypnutí nanofiltrační aparatury a chladicího zařízení se ukončí i práce programu k měření intenzity toku permeátu. Nejprve se data uloží pomocí klávesy F2 a posléze pomocí Esc se ukončí i samotný program. Získaná data by bylo možné zpracovat ve vhodném softwaru (např. MS Excel), avšak v případě této úlohy postačí spočítat průměrnou hodnotu ze zapsaných dat.

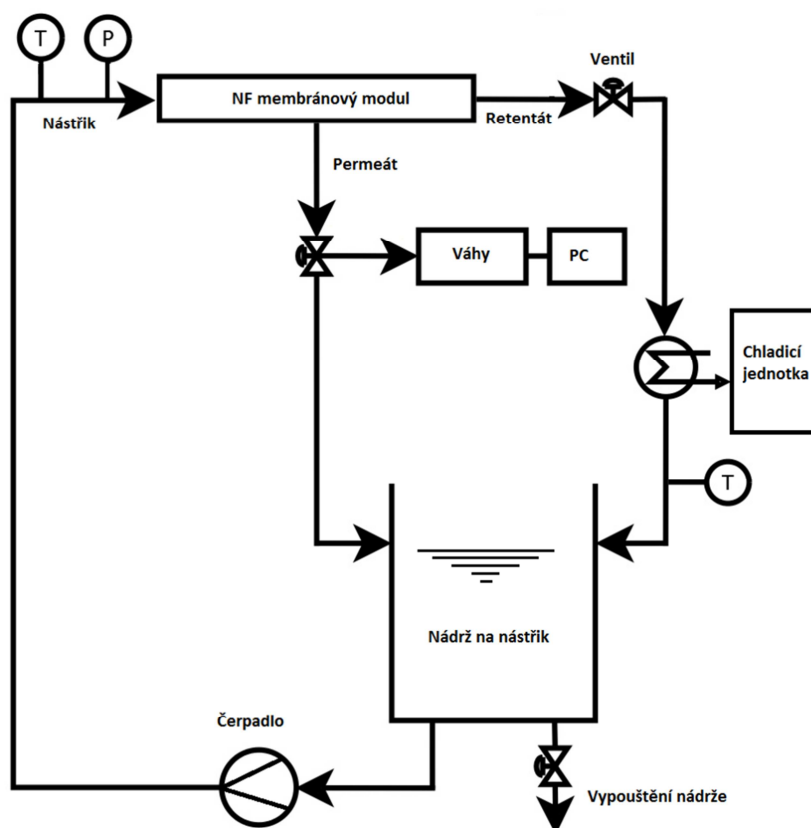
Důležité upozornění:

Nádrž nástřiku se nevypouští. První skupina bude tedy přidávat roztok barviva do nástřiku, kterým je demineralizovaná voda. Druhá a třetí skupina bude přidávat roztok barviva do

nástřiku po předchozí skupině. Bude tedy postupně docházet ke zkoncentrování barviva v nástřiku. Toto simuluje praktické využití nanofiltrace k vlastní separaci barviva. Jednoduše je pak možné určit, do jaké maximální koncentrace lze barvivo zkoncentrovat za předpokladu dodržení limitní koncentrace barviva ve vypouštěném proudu (permeátu).

Tabulka 2 Shrnutí jednotlivých úkonů během úlohy

Čas celkový/separace	Poznámka
0	Spuštění aparatury, chladicího zařízení a softwaru pro J_p
0-10	Nastavení parametrů (ΔP , T), příprava roztoku barviva
10/0	Nalítí barviva, výplach kádinky a vrácení permeátu
20/10	Vrácení permeátu, odebrání vzorku nástřiku
30/20	Vrácení permeátu, odebrání vzorku permeátu
40/30	Vrácení permeátu, odebrání vzorku permeátu
40-/30-	Vypnutí aparatury, chladicího zařízení a softwaru pro J_p . Analýza vzorků barviva (nástřik a 2x permeát)



Obrázek 2 Schéma nanofiltrační aparatury FT 18.



Obrázek 3 Nanofiltrační aparatura FT 18 (v pozadí chladičící zařízení TAE evo).

Závěr

Při nanofiltraci vodného roztoku indigokarmínu o koncentraci XY g/l byla stanovena koncentrace tohoto barviva v permeátu po 30 minutách od přidání barviva XY g/l; tyto hodnoty odpovídají rejekci membrány XY %. Hodnota intenzity toku permeátu membránou AFC 40 při 10 bar a $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ byla XY l/m²h.

Literatura

1. <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/search?term=Indigo+carmine&interface=Product%20Name&N=0+&mode=mode%20matchpartialmax&lang=en®ion=CZ&focus=productN=0%20220003048%2019853286%2019853100> (citováno dne 5. června 2015).
2. C.-V. GHERASIM, K. HANCKOVÁ, J. PALARČÍK, P. MIKULÁŠEK: *Investigation of cobalt(II) retention from aqueous solutions by a polyamide nanofiltration membrane*. Journal of Membrane Science, 490 (2015), 46-56.