

## Índex Memòria

1.	Introducció	
1.1.	Els tractaments d'aigües d'entrada industrials .....	3
1.2.	Les necessitats pràctiques en les carreres tècniques .....	9
2.	Objectius .....	11
3.	Planificació	
3.1.	Teoria sobre resines de bescanvi iònic .....	12
3.1.1.	Tipus de resines .....	14
3.1.2.	Característiques tècniques dels bescanviadors iònics .....	16
3.1.3.	Sistemes d'aplicació .....	18
3.1.4.	Regeneracions .....	20
3.1.5.	Aplicacions dels bescanviadors .....	20
3.2.	Presentació de l'equip i funcionament .....	24
3.3.	Posta a punt de les pràctiques .....	29
3.3.1.	Suavitzat d'aigües dures (H+) .....	30
3.3.2.	Regeneració resina catiònica .....	55
3.3.3.	Desmineralització .....	66
3.4.4.	Regeneració resina catiònica i aniònica .....	94
4.	Pressupost .....	113
5.	Diagrama de Ghant .....	116
6.	Conclusions .....	117
7.	Relació de documents .....	119
8.	Bibliografia .....	120

## Índex Annexes

ANNEX 1.- Informació Funcionament de l'equip ( casa comercial )

ANNEX 2.- Protocols analítics

## **1. INTRODUCCIÓ**

### **1.1. ELS TRACTAMENTS D’AIGÜES D’ENTRADA INDUSTRIALS**

L’aigua és un recurs escàs, tot i així se’n fa un ús molt elevat.

La utilització d’aquesta font en part és deguda a l’industrialització que el món ha anat patint en els darrers temps. Això ha fet que es prengui molt seriosament el tractament de les aigües residuals, tan a nivell de l’indústria ( la química n’és una gran consumidora en els seus processos) com en l’aigua destinada pel consum humà.

Les quatre fonts fonamentals de les aigües residuals són: aigües domèstiques o urbanes, aigües residuals industrials, escorrenties d’usos agrícoles i pluvials.

Aquestes es veuen contaminades per la presència de diferents components. D’un temps ençà s’ha observat que la contaminació originada per l’agricultura i les aigües pluvials de zones urbanes estan tenint molta importància. La primera arrossega nitrats i aquests van penetrant poc a poc a través del sòl tot contaminant-lo. Això provoca la contaminació de les fonts d’aigua subterrània.

Davant dels possibles contaminants, es prenen bastantes mesures per tal d’obtenir l’aigua al màxim de neta i tractada tenint en compte les seves necessitats segons el seu ús o destí.

Els contaminants presents en una aigua residual solen ser una barreja de compostos orgànics i inorgànics. Es classifiquen en : químics, físics i biològics.

Dins dels contaminants químics trobem els compostos orgànics i els inorgànics.

Els primers són els causants de la disminució d’oxigen degut al procés de degradació biològica a que han estat sotmesos.

Els últims provoquen un possible efecte tòxic tot i que la disminució d’oxigen també hi és present.

Alguns dels contaminants físics poden presentar canvis tèrmics, de color, en la terbolesa a més d’espumes i radioactivitat.

D’altra banda els contaminants biològics produeixen en menor o major grau la transmissió de malalties en les aigües d’abastament de poblacions.

La indústria pot disposar de tres fonts de subministrament d’aigua: la facilitada per la xarxa d’aigua potable, la de fonts subterrànies i la de la fonts superficials.

La primera comporta un cost considerable sobretot si la indústria en qüestió n’és una gran consumidora, la segona (pous) té la disponibilitat en funció de la ubicació geogràfica de la mateixa i la tercera ( rius) és la font de subministre més freqüent per a indústries classificades com a grans consumidores.

En aquesta darrer cas, l’empresa és la que disposa la seva ubicació prop d’aquesta font de subministrament.

Val a dir que en tots tres casos la qualitat de l’aigua es diferencia segons el seu origen però, si la seva aplicació va destinada a bescanvi de calor o a generadors de vapor, caldrà que sigui com a mínim tractada en el sentit de l’eliminació de la seva duresa pels problemes d’incrustacions que poden esdevenir del seu ús incorrecte.

Tenint en compte els possibles contaminants presents, n’hi ha alguns que poden ocasionar problemes en les instal·lacions per on hi circulen aquestes aigües.

Es poden observar sedimentacions causades per matèries en suspensió o col·loïdals.

Les matèries en suspensió provoquen la formació de “fangs” dipositant-se en alguns llocs de l’instal·lació.

Les dispersions col·loïdals es sotmeten a processos de coagulació.

També existeix el perill de formació de incrustacions causades per : carbonats càlcic, òxid fèrric, matèria orgànica, sulfats, sílice i ferro.

El sistema utilitzat en la seva posterior eliminació estarà en funció del seu origen.

Si s’apliquen una sèrie de canvis bruscs de temperatura sobre els carbonats, es produiran tot un seguit d’incrustacions que faran reduir el pas del fluid a través de la tuberia. La presència d’aquests pot fer malbé les calderes d’aigua calenta, els intercanviadors dels condensadors i els circuits de refrigeració.

Una possible solució és la dissolució de les incrustacions sotmetent-les en un medi àcid inhibit.

Els sulfats provenen d’aigües amb alts continguts en sulfat càlcic / magnèsic.

Aquesta aigua és dura i per tant en la seva posterior eliminació s’ha de fer ús d’un rentat d’aigua a elevada pressió.

Una de les incrustacions més difícils d’eliminar són les que procedeixen de les sals de silici.

Una part de la sal queda vaporitzada i l’altre passa a vapor tot dipositant-se en les hèlixs de la turbina quan la sal es sotmesa a vapor d’alta pressió.

És important controlar la quantitat present en les aigües d’alimentació de les calderes.

La presència de ferro i manganès és la menys costosa ja que en la eliminació d’aquestes incrustacions s’utilitza una neteja química inhibida per tal d’evitar la corrosió.

En les aigües també hi han bacteris i microorganismes.

Existeixen uns bacteris anomenats anaerobis reductors de sulfats. Davant d’unes condicions de  $5.5 < \text{pH} < 8.5$  i temperatura  $< 60^{\circ}\text{C}$ , aquestes redueixen la concentració de sulfats.

Cal remarcar un dels problemes habituals a l’indústria : la legionela. És un microorganisme que habita en sistemes d’aigua tancats així com en medis aquàtics naturals. Un dels temes importants pels individus exposats a la legionela és el risc de patir malalties pulmonars.

Per evitar-ho es necessari que el sistema de condicionament d’aire estigui net i no tingui un elevat grau d’humitat. Les principals instal·lacions afectades són la d’aigua sanitària ( freda / calenta ), aparells de tractament d’ aigua .. etc.

La presència dels diferents contaminants esmentats fins ara, han fet prendre molt seriosament els processos de tractament d’aigües d’entrada a la indústria.

Aquests depenen d’una sèrie de factors tenint en compte: les característiques de l’aigua ( pH, DBO5..), la qualitat de l’efluent a obtenir, el cost, la disponibilitat de terrenys i per últim les possibles ampliacions que siguin necessàries per dissenyar uns tractaments més sofisticats.

Per a una indústria el tractament d’aigües d’entrada segueix tot un seguit d’etapes: filtració, desenduriment, desmineralització ... etc.

En el cas d’aigües superficials es fa necessari iniciar els tractaments amb dues o tres etapes: condicionament de pH en la coagulació / floculació i decantació. En situacions extremes s’han utilitzar els següents mètodes: filtracions, bescanvi iònic i desmineralització.

Les etapes imprescindibles a fer davant d’aquestes aigües són: en primer lloc el condicionament de pH en la coagulació / floculació.

Les aigües superficials contenen moltes substàncies dissoltes o en suspensió d’un cert tamany i densitat. Normalment poden ser eliminades per sedimentació; però existeixen casos en que aquestes partícules anomenades col·loïdes o partícules col·loïdals tenen una mida molt petita (  $0.2 - 1 \mu\text{m}$  ).

Els col·loides contenen càrregues elèctriques negatives causants de la repulsió entre ells, per tant les partícules col·loïdals necessiten un procés de desestabilització per així afavorir l’augment del col·loide i poder dur a terme la sedimentació.

La coagulació és el procés de desestabilització de les partícules col·loïdals a través de la neutralització de les seves càrregues elèctriques utilitzant un coagulant.

Cal tenir en compte que l’ús de coagulant ( de càrrega oposada al col·loide) pot fer variar el pH i la conductivitat del líquid separador degut a l’ hidròlisi que presenta el coagulant. Existeixen diferents tipus de coagulants però un d’ells el sulfat d’alumini, es capaç de reaccionar amb altres components presents en l’aigua superficial com els bicarbonats i donar lloc a la formació d’ hidròxid d’alumini.

És molt important l’eliminació d’aquest últim i per això caldrà mantenir el pH entre ( 6.5 –7) per evitar la possible formació de l’alumini lliure un cop finalitzat el procés.

La floculació consisteix en l’agrupació de les partícules col·loïdals al entrar en contacte les unes amb les altres per poder donar lloc a la formació d’un flocul.

Els floculants són polielectròlits orgànics que fan incrementar el pes, el tamany del flocul i faciliten el procés de sedimentació. Per tal d’obtenir una bona coagulació s’ha d’aplicar una adequada agitació i a continuació afegir el floculant.

A partir d’aquí cal mantenir una agitació més lenta per obtenir el flocul. L’equip que s’utilitza és un “ Jar Test”.

En segon lloc tenim la decantació. Consisteix en separar els sediments de les aigües superficials.

La presència de sediments pot ser provocada per partícules granulars o per partícules més o menys floculades. Si aquestes es troben amb partícules més fines existents en l’aigua, s’ajunten formant-ne una de més gran i com a conseqüència augmenta la seva velocitat de caiguda.

Davant d’això la massa de partícules sedimentades originada es similar a una barreja fangosa.

Els decantadors estan formats de rasquetes de superfície i pantalles deflectores per separar i conduir les matèries flotants cap a un pou on hi són dipositades.

En cas de trobar-nos amb una aigua superficial que necessita uns tractaments més específics amb comparació amb els esmentats fins ara, es procedeix a utilitzar els següents mètodes: filtracions, bescanvi iònic i desmineralització parcial.

El primer té la finalitat de separar el líquid dels sòlids a través d’un llit filtrant. Podem trobar diferents filtres però el més eficaç és: el filtre d’adsorció ( carbó actiu).

Els resultats obtinguts són: eliminació de la totalitat de substàncies volàtils i rendiments elevats respecte el tractament tèrmic simple.

El carbó actiu actua com a llit adsorbent tant en separació de contaminants químics concrets ( derivats del clor ) com en la disminució de la presència de matèria orgànica.

D’aquesta manera s’obté una aigua sense olor i sabor.

Cal remarcar el poder desinfectant i bactericida característic del carbó actiu quan s’impregna de ió plata.

El segon consisteix en un procés que segueix una evolució fins els mètodes de bescanvi iònic o intercanvi iònic actuals.

Els orígens d’aquesta metodologia s’observen en la capacitat intercanviadora de les zeolites ( minerals ) per poder eliminar ions calci i magnesi, aquests provoquen interferències en la determinació de la concentració de sulfat en l’aigua.

Actualment les zeolites tenen un ús limitat en el tractament de l’aigua i han estat substituïdes per intercanviadors orgànics sintètics (resines).

El funcionament de les resines consisteix en : sotmetre un ió en una dissolució i a continuació es posa en contacte amb un altre ió del mateix signe que està fixat en l’intercanviador iònic ( insoluble). Aquest té una capacitat d’intercanvi, això vol dir : capacitat limitada per poder emmagatzemar ions.

La reacció produïda es reversible.

L’ intercanviador ha d’estar format per una xarxa macromol·lecular portadora de càrregues elèctriques amb la finalitat de retenir ions de càrrega contrària per acció electrostàtica. Els ions són intercanviats per altres del mateix signe que són presents en la dissolució.

El procés és cíclic i consta d’un : contrarentat, regeneració, rentat i servei

L’últim mètode és la desmineralització, procés d’intercanvi iònic que elimina els cations i anions presents en una aigua.

Abans de començar hem de conèixer un seguit de paràmetres per tal d’obtenir una aigua de qualitat. Estem parlant de : terbolesa, matèria orgànica, sòlids en suspensió, temperatura, duresa total, concentració de ions sodi, bicarbonats, sulfats i clors, sílice, total de sals dissoltes, cabal horari màxim i mínim a tractar, volum d’aigua desmineralitzada entre regeneracions i la qualitat del afluent.

La solució obtinguda en els dos últims paràmetres dependrà dels valors mesurats en els paràmetres anteriorment esmentats.

S’utilitzen diferents tipus de resines catióniques i aniòniques ( fortes o febles ambdues) depenent de l’aigua a analitzar.

En el procés es pot treballar amb un sistema de regeneració a contracorrent, que requereix de l’ absència de sòlids en suspensió en l’aigua i en els reactius.

La seva finalitat es obtenir una aigua que pugui ser apta en processos que estan formats per exemple d’ una caldera i en aquelles indústries on sigui necessària la utilització d’aquesta aigua en els seus processos.

Arribats a aquest punt s’han detectat els diversos tractaments a realitzar en les aigües d’entrada a l’ indústria. Per tant s’han de tenir en compte alhora d’ obtenir una aigua de qualitat per realitzar les operacions que en fan ús d’aquesta.



## **1.2. LES NECESSITATS PRÀCTIQUES EN LES CARRERES TÈCNIQUES**

L’enginyeria química és una branca de l’enginyeria que estudia els diferents processos que segueix la matèria amb l’assoliment d’un objectiu final: l’obtenció del producte.

Abans es tenia l’idea de que aquesta carrera només anava enfocada a l’indústria de fabricació de productes químics domèstics o industrials. Avui en dia és una disciplina que engloba diferents productes i processos.

La formació en enginyeria requereix professionals amb creativitat, dots de comunicació, capacitat de treball amb equip, interès en ampliar els seus estudis al llarg del seu rodatge i suficient coneixement per treballar en indústries sigui quin sigui el sector.

Les empreses on aquestes persones seran contractades es divideixen en : grans empreses avançades i competitives així com petites i mitjanes empreses on dediquen gran part de la seva feina a la recerca i a l’ innovació.

Cal tenir en compte que un enginyer químic ha de tenir la capacitat de calcular, descriure, comparar, dissenyar, construir i resoldre qualsevol problema que se li plantegi.

Davant d’això haurà de demostrar els seus coneixements d’enginyeria química, ciències bàsiques i control de processos entre d’altres així com el coneixement pràctic d’alguns processos aplicats en l’ indústria en general.

Un exemple seria el sistema d’intercanvi iònic que desenvoluparé en aquest projecte. N’és important el seu coneixement en la formació dels futurs enginyers químics.

Altres factors que haurà de demostrar l’enginyer és l’actitud de: valorar, criticar, reflexionar, analitzar, comprendre i sobretot ser una persona creativa.

Aquesta carrera implica un aprenentatge al llarg de la vida per tal d’estar al nivell adequat davant de les noves situacions o innovacions que es presentin en aquest camp.

Algunes de les estratègies en que consisteix la carrera: per una banda les classes magistrals amb la finalitat de transmetre els conceptes bàsics de les assignatures i la resolució de problemes per tal de desenvolupar la creativitat.

Per l'altra, el treball de laboratori on s'aprenen les tècniques bàsiques de plantejament i de resolució enfront dels possibles problemes experimentals que es veurán al llarg de la carrera.

En els nostres estudis es realitzen diferents estils de pràctiques. Les dues assignatures anuals més compactes d'aquest àmbit són l'Experimentació en Química i l'Experimentació en Enginyeria Química.

La primera està relacionada amb tot el tema d'anàlisi químic mentre que la segona pretén donar una visió més pràctica de tots els conceptes relacionats amb termodinàmica, mecànica de fluids, cinètica i ensenyar a l'alumne a treballar en instal·lacions experimentals ( a petita escala) relacionades amb operacions unitàries i química industrial.

El laboratori té la finalitat de fer aprendre a l'estudiant com recollir les dades necessàries experimentals que ens seran útils per un determinat procediment o bé per conèixer la manipulació de diferents equips.

La millor manera per desenvolupar el màxim aquesta estratègia és tenir a l'abast un laboratori integrat amb diversos equips i operacions per tal de veure l'obtenció d'un producte partint de les matèries primeres o bé per dur a terme el tractament d'un efluent.

En el moment de realitzar les pràctiques al laboratori s'ha de tenir un bon manual. En l'obtenció d'aquest es necessari el coneixement acurat dels procediments per part dels professors. Així els futurs enginyers químics obtindran una base adequada en els diferents tractaments estudiats.

## **2. OBJECTIUS**

Els principals objectius d’aquest projecte són:

- Els tractaments d’aigües d’entrada a la indústria
- Teoria sobre resines de bescanvi iònic
- Presentació de l’equip i funcionament
- Posta a punt de les pràctiques

Amb els següents objectius es preten posar a punt una planta pilot de bescanvi iònic per a tractament d’aigües amb finalitats didàctiques.

### **3. Planificació**

Per assolir l'objectiu marcat, el present projecte abastarà:

- Descripció de les parts de l'equip pilot
- Definició del seu manteniment
- Descripció del seu funcionament i de les possibilitats didàctiques que ofereix
- Bases teòriques de les resines de bescanvi iònic
- Desenvolupament de les possibles pràctiques que és poden efectuar a la instal·lació
- Elaboració dels protocols de treball

#### **3.1. TEORIA SOBRE RESINES DE BESCANVI IÒNIC**

El fenomen de l'intercanvi iònic que s'havia experimentat a mitjans del s.XIX sobre les propietats d'algunes terres i minerals, es considera l'inici de la seva actuació com a intercanviadors iònics. Aquests resultats no foren prou clars fins que el 1858, Henneberg, Stohman i Eichhorn demostraren la reversibilitat del procés.

El 1870, Lemberg aprofundia en la capacitat intercanviadora de les zeolites naturals (silicoaluminats alcalins hidratats).

El 1905, Gans va obtenir les primeres substàncies que servien per eliminar la duresa de l'aigua tot modificant una sèrie de minerals anomenant-los: permutites, silicats de sodi i alumini sintètics.

Gràcies a aquest fet, anys més tard s'utilitza la primera columna de zeolita mineral per tal d'eliminar els ions calci i magnesi (causants de no deixar determinar el contingut real de sulfat en l'aigua).

Un dels avançaments en aquest camp és gràcies a la síntesi de resines orgàniques realitzada el 1935 per Adams i Holmes. Descobriren uns polímers orgànics similars a les zeolites gràcies a la reacció de condensació produïda entre el fenol i el formaldehid.

Davant de la substitució del fenol per derivats d’ ell van veure la possible obtenció de resines d’intercanvi catiònic i aniònic.

A partir d’aquell moment s’han anat desenvolupant intercanviadors iònics més específics. Els noms comercials que reben les resines són: amberlita, dowex, duolita, wolfatita....etc.

Es poden definir com a macromolècules orgàniques amb estructures de ( gel, macroporoses o poliacríliques ) proveïdes d’un ió mòbil capaç d’ intercanviar-se per altres ions de la mateixa càrrega.

L’ intercanvi iònic consisteix en la substitució d’un ió present en una dissolució per un altre del mateix signe fixat en un suport sòlid, insoluble anomenat intercanviador.

Les zeolites naturals o les permutites artificials canvien els ions sodi de la seva xarxa per cations calci i magnesi ( provocadors de la duresa de l’aigua).

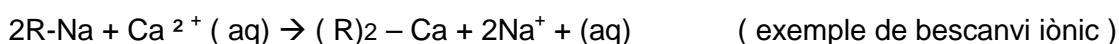
Són conegudes com estovants de l’aigua.

Un dels problemes que presenten és la saturació del ió fixat, com a conseqüència d’aquest fet la fan tornar inactiva. Per solucionar-ho, cal netejar la zeolita amb una dissolució concentrada de regenerant, d’aquesta manera l’intercanviador torna a estar apunt.

L’intercanvi iònic presenta unes característiques importants: procés reversible, regenerable i amb un temps d’actuació indefinit si es manté en les condicions òptimes de treball.

Per dur a terme l’intercanvi iònic, aquest ha d’estar format d’una xarxa macromolècular amb càrregues elèctriques que puguin retenir per acció electrostàtica ions de càrrega oposada ( ions mòbils o contra- ions ).

La reacció que té lloc en l’intercanvi iònic és:



Es pot observar l’intercanvi del ió sodi ( present en els llocs actius de intercanviador iònic o resina) per l’ ió  $Ca^{2+}$  present en la dissolució.

La eficiència del procés depèn de: el pH de la dissolució ( grup actiu: àcid o bàsic ), la concentració i la temperatura.

Entenent per difusió el moviment dels ions des de la dissolució cap a la resina i viceversa, necessari per produir-se l’intercanvi iònic. La reacció per difusió tendeix a igualar les concentracions, sempre de la zona més concentrada a la que menys ho està.

La reacció d’intercanvi comença per la part superior del llit de la resina intercanviadora, ( la primera zona a presentar esgotament ). Quan s’arriba en aquest moment, caldrà regenerar la resina.

El procés d’inflat ( o swelling ) s’inicia al entrar en contacte el dissolvent amb els porus de l’estructura polimèrica de la resina. Aquesta és higroscòpica degut a la presència dels grups polars.

Les resines estan formades per un conjunt d’esferes que poden presentar diferents diàmetres segons tipus. S’inflen al entrar en contacte amb l’aigua, augmentant així el seu volum aproximadament entre 2 i 3 mL per grams de resina seca.

El procés d’inflat “ swelling “ en una resina és reversible i pot desenvolupar un estat d’equilibri entre la pressió osmòtica de la dissolució interior i l’elasticitat del cos del polímer, a més de millorar l’excés dels grups funcionals.

No sempre existeix aquest equilibri. Algunes vegades al augmentar el tamany de la resina poden sorgir problemes d’excés de pressió, per exemple si la resina està empaquetada en una columna.

També pot influir en l’estabilitat mecànica del polímer en els processos d’inflat i desinflat.

### **3.1.1. TIPUS DE RESINES**

Existeixen diferents tipus de resines de bescanvi iònic. Es classifiquen en dos grans grups: segons la seva estructura de xarxa o en funció del grup funcional que tenen.

En primer lloc:

- *Tipus gel* : tenen el tamany dels porus petit i el procés swelling hi és present. S’inflen més o menys en funció de l’element utilitzat durant la polimerització, així com el dissolvent . Altrament anomenades resines microporoses.
  
- *Resines macroporoses* : l’ estructura macroreticular afavoreix la difusió dels ions millorant d’aquesta manera la cinètica. La relació àrea / volum és més elevada que les anteriors i com a conseqüència s’ incrementa la capacitat d’intercanvi.  
La paraula macroporosa ens indica la presència interna d’unes grans superfícies creades per les cadenes polimèriques gràcies a l’acció d’un dissolvent.
  
- *Resines isoporoses*: presenten un cost més baix davant de les resines

macroporoses. Hi ha un augment de la permeabilitat de la xarxa interna degut a la uniformitat del tamany dels porus. La regeneració es eficient i tenen una alta capacitat de bescanvi.

En segon lloc:

- *Resines catióniques d'àcid fort:* formades a partir de la sulfonació del polímer amb àcid sulfúric. El seu grup funcional.  $-\text{SO}_3\text{H}$ .
- *Resines catióniques d'àcid dèbil:* el seu grup funcional és un àcid carboxílic:  $-\text{COOH}$ .
- *Resines aniòniques de base forta:* s'originen de la reacció de l'estiré amb el divinilbenzé clorometilats amb amines terciàries. El seu grup funcional és:  $\text{NR}_4^+$ .
- *Resines aniòniques de base dèbil:* resines amb grups funcionals amina primària  $-\text{NH}_2$ , secundària  $-\text{NH}_3$  i terciària  $-\text{NR}_2$ .
- *Resines quelants:* es formen quelats amb alguns ions metàl·lics. El grup funcional té les propietats d'un reactiu específic. El nitrogen, sofre, oxigen i fòsfor són elements que formen enllaços de coordinació amb els metalls.

Avantatges: més selectivitat de canvi de ions metàl·lics, retenen fortament gran part dels cations multivalents i el grup funcional té un caràcter àcid dèbil que facilita la regeneració de la resina amb un àcid mineral.

Desavantatges: més cara que les anteriors i té una cinètica més lenta.

El seu grup funcional és l'àcid iminodiacétic.

Les resines fortament àcides tenen una acidesa similar a l'HCl i formen enllaços estables amb els cations.

Les resines fortament bàsiques presenten una alcalinitat comparable amb l' NaOH i poden crear enllaços amb els anions.

Aquestes resines treballen en diferents intervals de pH depenent de la força del seu grup polar:

pH ( 0-14) → resines fortes

pH > 5 → resines catióniques dèbils

pH < 9 → resines aniòniques dèbils

Les propietats que ens determinaran el comportament d’una resina són:

- Tamany de les partícules ( velocitat de canvi i permeabilitat d’una columna).
- Grau d’enllaç ( rigidesa, porositat, inflament)
- Naturalesa del grup funcional ( classe de ió canviat)
- Número de grups funcionals ( capacitat de la resina )
- Força del grup funcional ( coeficient de distribució)

La velocitat de canvi es dobla aproximadament per cada 20° d’augment de la temperatura. Si això no es produeix, la temperatura en si té pocs efectes sobre els equilibris d’intercanvi iònic.

### **3.1.2. CARACTERÍSTIQUES TÈCNIQUES DELS BESCANVIADORS IÒNICS**

Els paràmetres característics dels intercanviadors iònics són els següents:

- Capacitat d’intercanvi: concentració de ions que pot intercanviar una resina en determinades condicions. Expressada en miliequivalents per unitat de pes ( grams ). El seu valor està comprès entre 1- 10 meq /g.
- *Capacitat específica teòrica*: número màxim de llocs actius de l’intercanviador per gram. Aquest paràmetre és més gran que l’anterior degut a la inaccessibilitat d’alguns llocs actius.
- *Selectivitat* : és la major afinitat d’un intercanviador davant d’un ió o d’un altre. Considerada com una propietat important dels intercanviadors iònics. El coeficient de selectivitat ( K ) mesura la selectivitat d’una resina per un ió concret. Aquest paràmetre depèn de les interaccions electrostàtiques que apareixen entre el ió, l’intercanviador i la formació d’enllaços amb el grup ionogènic. L’estructura dels porus rígida n’ impedeix l’entrada d’alguns ions. L’elasticitat de l’intercanviador també és un factor influent en la selectivitat.

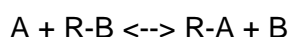
Hi ha una sèrie de regles de selectivitat depenent del component de dos ions enfront d’un intercanviador iònic:

- 1) A baixes concentracions i temperatura ambient, la intensitat del canvi s’incrementa amb la valència del ió.



- 2) A baixes concentracions, temperatura ambient i valència constant, la intensitat del canvi creix al augmentar el nº atòmic del ió.
- 3) A elevades concentracions disminueixen les diferències en el canvi dels ions de diferent valència. En alguns casos el ió de valència menor pot arribar a tenir més potencial de canvi.
- 4) A elevades temperatures, en medis no aquosos o elevades concentracions, els potencials de canvi de ions de valència similar no creixen amb l’augment del nº atòmic, sinó que són molt similars i sovint decreixen.
- 5) Quan més alts són els potencials de canvi relatiu i els seus coeficients d’activitat major serà el potencial de canvi.
- 6) Els potencials de canvi dels ions hidrogen i hidroxil varien segons la naturalesa del grup funcional. A més depenen de la força de l’àcid o base formada entre el grup funcional i els ions.  
Si l’àcid o la base són febles, per contra el potencial de canvi augmenta.

Si tenim una dissolució d’un ió A que es pugui canviar per un altre anomenat B unit a una resina R, obtenim:



A partir d’aquí s’estableix una constant d’equilibri o coeficient de selectivitat:

$$K_{A/B} = \frac{(A)_r (B)}{(A) (B)_r}$$

El coeficient de selectivitat ens indica l’afinitat de dos ions per una resina.

Quan es fa referència a l’afinitat d’un ió determinat, s’indica amb el coeficient de distribució (D):

$$D = \frac{(A)_r}{(A)}$$

Aquesta relació indica l’equilibri produït entre la concentració del ió en la resina i la solució. Les dos últimes constants esmentades depenen d’uns factors: estructura de la resina, naturalesa del ió, característiques físiques del canviador, pH, temperatura .. etc.

A més les constants faciliten el coneixement de l’afinitat dels ions per a una determinada resina, així es pot definir un ordre de retenció i un grau de selectivitat:

- *Resines catióniques*: per cations amb la mateixa càrrega, l’afinitat de retenció augmenta quan menor tamany té l’ ió hidratat . La retenció disminueix si el catió està en forma d’espècie poc dissociada.

- *Resines aniòniques*: les resines dèbilment bàsiques difereixen de les fortament bàsiques ja que aquestes últimes tenen una afinitat elevada pels ions  $\text{OH}^-$ .

Les primeres no presenten capacitat de canvi en dissolucions alcalines. Al no tenir un ordre definit estan en funció dels següents factors: tamany del ió hidratat, càrrega, caràcter àcid - base de l’anió i de la seva estructura.

### **3.1.3. SISTEMES D’APLICACIÓ**

En l’intercanvi iònic es poden aplicar dos mètodes:

- Tractament conjunt:

Utilitza un tanc amb agitació. La resina s’introdueix en el seu interior juntament amb la solució. Un cop acabat el procés d’intercanvi, cal separar la resina per decantació o filtració i al final s’hi aplica un tractament de regeneració.

Un dels problemes és l’ús d’una gran quantitat de resina per tal de desplaçar la reacció i poder aconseguir una eficiència adient.

- Tècnica en columna:

És un dels mètodes més utilitzats.

Cal tenir en compte la no presència de sòlids en suspensió en l’aigua a tractar al utilitzar aquesta tècnica. A més l’aigua no pot contenir bombolles, i per tal d’evitar-ho s’ha de deixar sempre 5 cm de dissolució per sobre de la resina.

És molt important que l’intercanviador iònic estigui en una columna adient. D’altra banda ha d’existir una gran superfície de contacte entre ell i la resina.

La dissolució problema descendeix per gravetat a través de la columna mentre al mateix temps es produeix el procés d’intercanvi a la part més alta de la columna.

En aquesta zona comença l’esgotament i la resta de dissolució continua cap a la part inferior. Al arribar en aquest punt es completa l’intercanvi gràcies al desplaçament de la reacció d’equilibri.

Per la recuperació dels ions retinguts, la columna s’elueix amb un dissolvent que contingui ions amb la mateixa càrrega.

Quan arribi en el punt d’esgotament de l’intercanviador, es podrà regenerar i utilitzar per una altra vegada si a través seu li fem passar un àcid o una base.

En l’eliminació de partícules sòlides es fa un rentat de la columna a contracorrent de dalt a baix amb aigua desionitzada. Seguim el mateix procés pel llit de la resina.

Existeix un altre mètode en l’aplicació de les resines d’intercanvi que és menys efectiu i selectiu davant de la tècnica amb columna. Consisteix en afegir la resina a la dissolució en la que s’efectua l’intercanvi.

Etales de treball i funcionament en el procés d’intercanvi iònic en columna:

- *Empaquetament de la columna:* en primer lloc s’ha d’evitar la formació de bosses d’aire quan s’introdueix l’intercanviador dins la columna per tal d’obtenir un llit uniforme.

Cal rentar amb aigua destil·lada l’intercanviador per tal d’eliminar impureses i així ajudar a iniciar el fenomen de swelling.

- *El condicionament de l’intercanviador:* no sempre es troba la resina adequada pel nostre tractament, ja que moltes es venen en forma iònica.

En aquest pas s’ha de canviar el contra - ió de la resina fent-lo entrar amb contacte amb una dissolució formada pel ió a obtenir.

A continuació es procedeix a fer un rentat amb aigua destil·lada per eliminar l’excés de dissolució.

- *Etapa de càrrega:* condicions a tenir en compte abans d’iniciar-la: optimitzar el pH de la dissolució i la velocitat del flux per obtenir un bon rendiment en relació amb la capacitat i la selectivitat.

En l’etapa es produeix l’intercanvi de ions entre la dissolució a tractar i l’intercanviador. A més s’observa un augment de la concentració dels ions de la dissolució que surten per la columna, això indica la saturació de ions per part de l’intercanviador.

Es pot saber si l’intercanviador ha esgotat la seva capacitat d’intercanvi quan la concentració dels ions en la dissolució de sortida tendeix a igualar-se a la concentració d’entrada.

### 3.1.4. REGENERACIONS

- *Etapa de regeneració* : en aquesta etapa cal optimitzar la concentració, el volum de dissolució regenerant i la velocitat del flux per aconseguir un bon rendiment.

La seva finalitat és tornar l’intercanviador que inicialment està saturat en la seva forma iònica inicial. Cal que la regeneració sigui eficient per tal d’obtenir un adequat funcionament de l’intercanviador.

No obstant, la quantitat d’aigua a passar a través del llit d’una resina té importància ja que no pot superar els 4 mL / min per cm<sup>2</sup> de secció de la columna.

Davant d’un valor elevat d’eficiència es troba la necessitat d’emprar un llarg període de temps en la reacció i això fa disminuir el grau d’utilització de la resina.

Per contra, davant d’un percentatge de regeneració massa gran dona lloc a una elevada capacitat d’intercanvi que no es pot considerar econòmicament viable.

La solució a utilitzar en aquesta etapa dependrà de la resina:

- *resina catiònica* : solució concentrada de clorur sòdic ( forma sòdica ) o 500 mL d’ HCl al 10%.
- *resina aniònica* : dissolució de 300 mL de NaOH al 5%.

*Procés de rentat* : considerada l’última etapa del procés, s’utilitza aigua destil·lada o desmineralitzada per eliminar qualsevol substància restant de la dissolució inicial o bé de la dissolució regenerant. Una característica a observar en el final del rentat és una disminució de la conductivitat dels ions.

Per tal de comprovar de més a prop tot això, cal fer un seguiment en funció de la resina amb que es treballi. Si la resina és aniònica s’en determina el pH, en canvi davant d’una catiònica hi ha dos opcions: detectar el ió Cl<sup>-</sup> amb una dissolució nítrica de nitrat de plata o observar la eliminació correcte del ió Na<sup>+</sup> emprant un fotòmetre.

### 3.1.5 APLICACIONS DELS BESCANVIADORS

Les possibles aplicacions de l’intercanvi iònic es poden classificar en dos grups: les que fan referència a la Química Analítica i les relacionades amb el tractament de les aigües.

Aplicacions en Química analítica:

- *Concentració de traces:* ions amb concentració baixa es poden concentrar si es sotmeten a un volum més elevat de dissolució sempre i quan tinguin una columna i un intercanviador adient. Després el procediment consisteix en fer-los una elució amb un electrolit del ió retingut per poder obtenir una concentració adequada dels ions que hi havia en la dissolució inicial.

Exemples: concentració de coure en la llet, en la orina, líquids biològics, oligoelements, etc.

- *Separació de ions interferents en anàlisi clàssic:* la seva eliminació es produeix més fàcilment al passar la dissolució problema a través d’un intercanviador aniònic per així quedar retinguts els anions interferents.

En la separació d’interferents s’utilitza també la formació de complexos amb l’ajuda d’una dissolució d’ EDTA per formar-los. Amb la utilització de les resines el temps emprat en el procés disminueix.

Exemples: el  $\text{Ca}^{2+}$  i el  $\text{Mg}^{2+}$  formen complexos aniònics que queden retinguts a l’intercanviador a diferència del  $\text{Fe}^{3+}$  que no ho aconsegueix.

- *Separacions de ions de característiques similars:* com ara als alcalins, els alcalinoterris o a les terres rares perquè presenten propietats similars.

El procés consisteix en fer una elució selectiva dels ions retinguts escollint el líquid correcte per fer-ho i a més ha d’existir una fixació dels ions a separar sobre l’intercanviador.

Els cations alcalins es fixen en una columna de resina catiònica i s’han d’eluir amb HCl (1:1).

Els cations de les terres rares també són fixats en el mateix tipus de columna que els alcalins però s’ elueixen amb EDTA a un determinat pH. Així formen uns complexos amb les terres rares en que la seva estabilitat dependrà del  $n^{\circ}$  atòmic del catió.

Exemples: separacions difícils per la semblança dels cations. Barreges d’àcids, aminoàcids, àcids dèbils o forts, etc.

- *Desmineralització de l’aigua:* s’obté fent passar aigua per un intercanviador catiònic saturat de  $H^+$  que canvia les sals dissoltes per àcids respectius i també per un intercanviador aniònic saturat de  $OH^-$ , on tots els anions dels àcids són substituïts per  $OH^-$ . L’aigua desmineralitzada obtinguda té una conductivitat inferior a l’aigua destil·lada d’ús normal.

Exemples: s’utilitza quan no es vol que entrin en contacte compostos orgànics (gomes, peptines o derivats cel·lulòsics) amb alguns dels electròlits.

- *Preparació de dissolucions patró:* consisteix en fer passar per una columna dissolució de la mateixa concentració. Davant d’una columna catiònica la dissolució serà d’àcid clorhídric i en la aniònica hi passarà hidròxid sòdic.

- *Dissolució de substàncies insolubles:* gràcies a l’intercanvi es pot solubilitzar algunes sals insolubles.

Per dur a terme el procés s’ha aplicat una mostra sòlida insoluble en àcids per fer-li un anàlisi qualitatiu. Si s’utilitza una resina catiònica, els cations queden retinguts i s’obté una dissolució d’anions.

- *Dissolució de substàncies insolubles:* gràcies a l’intercanvi es poden solubilitzar algunes sals insolubles.

Per dur a terme el procés s’ha d’aplicar una mostra sòlida insoluble en àcids per fer-li un anàlisi qualitatiu. Si s’utilitza una resina catiònica, els cations queden retinguts i s’obté una dissolució d’anions.

No es sempre factible degut a la existència de una majoria de substàncies insolubles que no solubilitzen del tot.

Altres aplicacions de les resines són: la determinació del contingut d’electròlits en una dissolució així com l’obtenció del pes atòmic mig, de certes constants d’equilibri, de coeficients d’activitat i la recuperació de productes cars en residus produïts ens els assaigs.

Aplicacions en el camp del tractament d’aigües

- *Eliminació de la duresa de l’aigua:* els ions calci i manganès es troben en altes concentracions i són els causants de la duresa en l’aigua. Provoquen la deposició

d’incrustacions impedit-ne la correcta activitat dels detergents. Per combatre-ho s’utilitzen les zeolites o els mateixos intercanviadors. Aquests últims també poden eliminar la presència dels ions ferro i manganès (taquen els teixits) vigilants que no precipitin a la superfície de la resina.

- *Alcalinitat de l’aigua:* els responsables de l’alcalinitat són els : bicarbonats, carbonats i hidròxids. Es defineix com la capacitat d’una aigua per neutralitzar àcids. S’expressa en mg / L de carbonat càlcic.

El sabor d’una aigua d’aquest tipus sol ser amarg. Un dels problemes presents en la indústria està en els processos on s’utilitza aigua a elevades temperatures. El vapor produït d’aigua conté CO<sub>2</sub> i en la seva condensació forma àcid carbònic ( ataca al metall de les conduccions). S’utilitzen resines dèbils àcides o resines aniòniques d’intercanvi.

- *Eliminació de matèria orgànica:* s’entén per matèria orgànica: àcids orgànics ( àcids húmics o tanins). Causants del color, mala olor i sabor dolent.

Quan es sotmet l’aigua en el procés de cloració aquest elements són transformats en trihalometans, aquí s’apliquen les resines aniòniques en forma de clorur per eliminar-la.

- *Eliminació de nitrats:* la seva presència en els camps de conreu a causa de l’excés de fertilitzants, provoca la contaminació de l’aigua per l’anió nitrat: (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>).

En elevades concentracions pot causar la síndrome del nen blau ( nens menors de 6 mesos). La resina a utilitzar és la mateixa emprada en l’aplicació anterior.

- *Eliminació del ió amoni:* el ió amoni s’origina a causa dels abocaments d’indústries , xarxes de clavegueram i en processos agrícoles. Aquest redueix la concentració d’oxigen a l’aigua i produeix la corrosió de metalls. En la posterior eliminació s’utilitzen: resines catióniques o intercanviadors inorgànics.

- *Desionització de l’aigua:* té múltiples aplicacions en l’ indústria així com en medicina i laboratoris.

S’utilitza una resina catiónica per eliminar els cations, una resina aniònica bàsica

dèbil (absorbeix els àcids forts) i una resina aniònica bàsica forta per intercanviar els anions.

### **3.2. PRESENTACIÓ DE L’EQUIP I FUNCIONAMENT**

Aquest apartat fa referència als requisits necessaris pel muntatge i a l’instal·lació de l’aparell així com els requisits de l’equip.

Primer de tot s’haurà de fer una sèrie de comprovacions prèvies al funcionament general de l’instrument, aquestes són :

- Col·locació: col·locar l’aparell en el lloc escollit.
- Requeriments humans: en l’instal·lació no cal la intervenció d’un especialista de la casa d’on prové l’aparell.
- Requeriments elèctrics:
  - S’ha de disposar d’una alimentació trifàsica amb neutre i terra, per tal d’obtenir alimentacions monofàsiques i bifàsiques.
  - Potència equivalent a uns 10 CV.
  - Distribució de les càrregues elèctriques en les tres fases d’entrada.
  - L’alimentació principal i la secundària han d’estar formades per un diferencial i proteccions adequades regint les normes vigents de seguretat del país, necessàries per la protecció de les persones i els equips.
- L’equip no necessita cap requeriment de aigua , gas, aire o reactius químics.

El diagrama que fa referència a l’aparell, s’inclou a la següent pàgina.



L’esquem corresponent està dins el Document Esquemes.

En segon lloc es citen els diferents requisits a tenir en compte en el muntatge i en l’instal·lació de l’equip d’intercanvi d’ions.

1. Identificació dels diferents elements:
  1. Filtre
  2. Bomba
  3. Clau de regulació ( AVR –1 )
  4. Cabalímetre
  5. Vàlvula de tres claus ( AVT – 1 a AVT – 5 )
  6. Col·lector ( de 1 a 4 )
  7. Vàlvula de dos claus ( AV- 1 a AV -9 )
  8. Cèl·lula de conductivitat
  9. Conductímetre
  10. Caixa de control elèctric
  11. Columna de resina catiònica
  12. Columna de resina aniònica
  13. Columna de recanvi
  14. Clau del desaigua
  15. Bomba manual

Altres accessoris:           - 4 dipòsits de metacrilat  
                                      - 2 pots de resina aniònica i catiònica

2. Instal·lació:

Es necessària una taula de 1500 x 1500 mm amb suplement elèctric tancat.

El lloc de la taula a on anirà l’equip ha de tenir prou espai per poder situar els dipòsits.

3. Instal·lació del filtre i del rebliment de la columna :

Abans d’omplir les columnes, s’ha de comprovar que tinguin dos filtres, un de superior i un altre d’inferior. Passos a seguir:

- Comprovació de la posició de col·locació del filtre inferior.
- Introducció de la resina en un vas de precipitats

Suportar la part inferior de la columna per tal de dur a terme la connexió.

- Amb l’ajuda d’una espàtula, s’omple de resina la columna fins a la meitat d’aquesta.
- Es col·loca el filtre superior en la posició adequada.
- Posar en la seva posició el connector superior de la columna.
- Comprovació de que les connexions estiguin fixes.
- Repetició dels mateixos passos però per l’altre columna.
- En el dipòsit d’entrada s’hi col·loca el filtre de la bomba.

#### 4. Desaigna:

L’equip consta d’una clau a la part superior esquerra per poder fer aquesta operació.

Aquesta clau o vàlvula té tres posicions, però només se’n utilitzen dues:

- Posició de treball: clau en posició horitzontal.
- Posició de buit: clau en posició vertical.

Quan es necessiti eliminar l’aigua restant en l’equip, s’ha de col·locar la clau en posició de buit i introduir aire en el sistema per mitjà de la bomba d’aire.

Les altres claus de l’equip estaran obertes mentre duri el procés.

Per últim es presenten els diferents serveis que requereix l’equip:

1. Alimentació trifàsica de: 220 V, 1 fase + neutre + terra, 50Hz i 3CV màx.
2. Es recomana tenir 1.5 x 1.5 m al voltant del equip per un ús adequat.
3. L’equip necessita un espai de 1 m<sup>2</sup>.
4. La taula ha d’aguantar el pes de l’equip ( 6 Kg).
5. Per tal d’evitar errors, l’aparell s’ha de situar en un lloc ben il·luminat amb ( llum natural o artificial).
6. Les condicions de treball de l’equip són: 22 °C i 50 % d’humitat.

Si no es compleixen, existeix el risc de deteriorament de l’equip, per tal d’evitar-ho:

- No deixar l’equip connectat al finalitzar una tasca.
- No deixar l’equip de manera continuada amb contacte al sol o amb una llum directa massa potent.

- La humitat no pot ser superior al 80%.
- No exposar l’equip en un ambient químic, salí, de llum directa, calor o ambient agressiu.

En la presentació de l’equip és convenient comentar les comprovacions necessàries a efectuar abans de posar-lo en marxa, les parts de que consta, així com els requisits més importants d’aquest.

Cal conèixer tots els paràmetres explicats per tal d’ aconseguir el bon funcionament de l’equip.

### **3.3. POSTA A PUNT DE LES PRÀCTIQUES**

3.3.1. Suavitzat d’aigües dures ( H+)

3.3.2 Regeneració resina catiònica

3.3.3 Desmineralització

3.3.4 Regeneració resina catiònica i aniònica

### **3.3.1. SUAVITZAT D’AIGÜES DURES ( H + )**

- a) Posta a punt i realització de la pràctica
- b) Elaboració del protocol

#### **a) Posta a punt i realització de la pràctica**

##### **- Esquema muntatge principal de suavitzat d’aigües dures ( H + )**

L’esquema del muntatge principal a seguir en la primera part de la pràctica : suavitzat, s’adjunta a la pàgina següent.

L’esquema està dins del document Esquemes.

**- Posta a punt i condicions de treball**

El següent muntatge consta de nou vàlvules. Només estaran totalment obertes quatre d’elles: AV-1, AV-3, AV-6, i AV-9, ja que només es treballa amb la resina catiònica.

S’han d’utilitzar els següents dipòsits : Aigua a tractar i Aigua desmineralitzada.

La mostra d’aigua a tractar s’aspira mitjançant una bomba fins arribar al cabalímetre. Amb l’ajuda de la clau de regulació d’aquest, entra el cabal necessari d’aigua en el sistema.

Un cop s’ha arribat en aquest punt, el líquid es bifurca i passa a través de la vàlvula AV-1 i surt per la AV-3 en direcció cap a la columna catiònica.

Després d’haver-se produït l’intercanvi iònic en la resina de la columna, la mostra circula cap a la vàlvula AV-6 i tot seguit s’introdueix per la vàlvula AV-9. Finalment el cabal va cap al dipòsit ( Aigua desmineralitzada ).

Per tal de comprovar el bon funcionament de la resina en l’obtenció d’una aigua adient es disposa d’una cèl·lula de conductivitat que mesura directament la conductivitat d’aquesta aigua.

**- Proves inicials**

Abans de iniciar la pràctica, es realitza la preparació d’una part dels reactius. Els reactius a preparar inicialment són: HCl ( 35 % i 10% ) i EDTA- Na<sub>2</sub> ( 0.1 M i 0.01 M ).

A continuació s’estudia quina pot ser la millor concentració d’acetat de calci per preparar la mostra d’aigua, i així comprovar com respon la resina de bescanvi catiònic davant d’aquesta.

Càlculs realitzats en la preparació de la mostra d’aigua i en la determinació de la seva duresa:

• Primer

- Preparar 2 litres d’aigua amb 10 g d’acetat càlcic.
- Determinació de la duresa: 25 mL mostra → 6.5 mL EDTA-Na<sub>2</sub> 0.1 M

$$\frac{6.5 \text{ mL EDTA-Na}_2}{25 \text{ mL mostra H}_2\text{O}} \cdot \frac{0.1 \text{ mol EDTA-Na}_2}{1000 \text{ mL}} \cdot \frac{1 \text{ mol Ca}^{2+}}{1 \text{ mol EDTA-Na}_2} \cdot \frac{1 \text{ mol CaCO}_3}{1 \text{ mol Ca}^{2+}} \cdot \frac{100 \text{ g}}{1 \text{ mol CaCO}_3}$$



$$\frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} \cdot \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} = 2600 \text{ ppm CaCO}_3 = \mathbf{260^\circ \text{HTF}}$$

S’obté un valor de duresa molt elevat. Com que no existeixen aigües tant dures en el medi cal diluir la mostra preparada.

• Segon

Es vol obtenir una duresa de 400 mg / L de Ca( CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> aproximadament, més adient per una aigua d’entrada a l’indústria.

- Preparar un volum de 2 litres de mostra amb aigua Mili-Q amb 1 g d’acetat càlcic.
- Determinació de la duresa: 50 ml mostra → 2.3 ml EDTA – Na<sub>2</sub> 0.1 M.

$$\frac{2.3 \text{ mL EDTA-Na}_2}{50 \text{ mL mostra H}_2\text{O}} \cdot \frac{0.1 \text{ mol EDTA-Na}_2}{1000 \text{ mL}} \cdot \frac{1 \text{ mol Ca}^{2+}}{1 \text{ mol EDTA-Na}_2} \cdot \frac{1 \text{ mol CaCO}_3}{1 \text{ mol Ca}^{2+}} \cdot \frac{100 \text{ g}}{1 \text{ mol CaCO}_3}$$

$$\frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} \cdot \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} = 460 \text{ ppm CaCO}_3 = \mathbf{46^\circ \text{HTF}}$$

Aquest valor de duresa es correcte, però el volum de mostra insuficient.

• Tercer

Preparació d’ una mostra de concentració semblant a la del segon assaig però en aquest cas s’ utilitza un volum de 10 L.

- Preparar 10 litres de mostra amb aigua Mili -Q amb 5 g d’acetat càlcic.
- Determinació de la duresa: 50 mL mostra → 7.5 mL EDTA-Na<sub>2</sub> 0.1 M.

$$\frac{2.5 \text{ mL EDTA -Na}_2}{50 \text{ mL mostra H}_2\text{O}} \cdot \frac{0.1 \text{ mol EDTA-Na}_2}{1000 \text{ mL}} \cdot \frac{1 \text{ mol Ca}^{2+}}{1 \text{ mol EDTA-Na}_2} \cdot \frac{1 \text{ mol CaCO}_3}{1 \text{ mol Ca}^{2+}} \cdot \frac{100 \text{ g}}{1 \text{ mol CaCO}_3}$$

$$\frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} \cdot \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} = 500 \text{ ppm CaCO}_3 = \mathbf{50^\circ \text{HTF}}$$

És la primera mostra que s'utilitza en la realització de la pràctica de descalcificació.

• Quart

Després de realitzar el primer mostreig amb l'aigua preparada anteriorment, s'observa que la concentració és insuficient per poder veure la corba de funcionament de la resina.

Per això, es decideix fer un càlcul aproximat del temps necessari per dur a terme l'operació partint d'una concentració inicial de: 3000 ppm de  $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ , concentració proposada en el primer assaig era de l'ordre adequat per al seguiment de la pràctica.

- $Q_e = 7.5 \text{ L / h} = 125 \text{ mL / min}$  i  $C_e = 3000 \text{ ppm Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  si s'utilitzen uns 2 litres de mostra en la pràctica:

$$\text{Temps aprox.} = \frac{2000 \text{ mL}}{125 \text{ mL/ min}} = 16 \text{ min}$$

- Davant d'això, es preparen 50 g d'acetat de calci en 10 litres d'aigua.

Passos realitzats:

- Pesar 50 g d'acetat de calci i enrassar amb aigua Mili-Q fins a un volum de 10 litres.
- Es mesura el pH de la mostra preparada: **pH = 7.75**
- Determinació de la duresa: 25 mL mostra  $\rightarrow$  5.6 mL EDTA- $\text{Na}_2$  0.1 M

$$\frac{5.6 \text{ mL EDTA } -\text{Na}_2}{25 \text{ mL mostra H}_2\text{O}} \cdot \frac{0.1 \text{ mol EDTA-Na}_2}{1000 \text{ mL}} \cdot \frac{1 \text{ mol Ca}^{2+}}{1 \text{ mol EDTA-Na}_2} \cdot \frac{1 \text{ mol CaCO}_3}{1 \text{ mol Ca}^{2+}} \cdot \frac{100 \text{ g}}{1 \text{ mol CaCO}_3} = 2240 \text{ ppm CaCO}_3 = \mathbf{224^\circ \text{HTF}}$$

Aquesta quantitat de mostra preparada serveix per el segon i tercer mostreig que es realitza més tard.

Degut al interval de temps passat entre el segon i el tercer mostreig, cal tornar a calcular la duresa de la mostra d’aigua preparada en aquest apartat per veure si s’ha produït cap canvi:

- Es mesura el pH de la mostra: **pH = 7.23**
- Determinació de la duresa: 25 mL mostra → 5.9 mL EDTA-Na<sub>2</sub> 0.1 M

$$\frac{5.9 \text{ mL EDTA - Na}_2}{25 \text{ mL mostra H}_2\text{O}} \cdot \frac{0.1 \text{ mol EDTA-Na}_2}{1000 \text{ mL}} \cdot \frac{1 \text{ mol Ca}^{2+}}{1 \text{ mol EDTA-Na}_2} \cdot \frac{1 \text{ mol CaCO}_3}{1 \text{ mol Ca}^{2+}} \cdot \frac{100 \text{ g}}{1 \text{ mol CaCO}_3} = 2360 \text{ ppm CaCO}_3 = \mathbf{236^\circ \text{HTF}}$$

S’observa que amb el temps la duresa de la mostra preparada augmenta 6.5 unitats.

• Cinquè

Preparar una nova mostra amb les mateixes condicions que l’apartat anterior:

- 10 litres d’aigua Mili – Q en 50 g d’acetat càlcic
- Mesurar el pH de la mostra inicial : **pH = 8.02**
- Determinació de la duresa: 25 mL mostra → 6.5 mL EDTA-Na<sub>2</sub> 0.1 M

$$\frac{6.5 \text{ mL EDTA - Na}_2}{25 \text{ mL mostra H}_2\text{O}} \cdot \frac{0.1 \text{ mol EDTA-Na}_2}{1000 \text{ mL}} \cdot \frac{1 \text{ mol Ca}^{2+}}{1 \text{ mol EDTA-Na}_2} \cdot \frac{1 \text{ mol CaCO}_3}{1 \text{ mol Ca}^{2+}} \cdot \frac{100 \text{ g}}{1 \text{ mol CaCO}_3} = 2600 \text{ ppm CaCO}_3 = \mathbf{260^\circ \text{HTF}}$$

Tenint en compte que la mostra preparada no es va utilitzar fins al cap de dos dies, cal tornar a calcular la duresa de l’aigua inicial per comprovar si existeix cap variació:

- Mesurar el pH de la mostra inicial : **pH = 7.51**
- Determinació de la duresa: 25 mL mostra → 7.7 mL EDTA-Na<sub>2</sub> 0.1 M

$$\frac{7.7 \text{ mL EDTA- Na}_2}{25 \text{ mL mostra H}_2\text{O}} \cdot \frac{0.1 \text{ mol EDTA-Na}_2}{1000 \text{ mL}} \cdot \frac{1 \text{ mol Ca}^{2+}}{1 \text{ mol EDTA-Na}_2} \cdot \frac{1 \text{ mol CaCO}_3}{1 \text{ mol Ca}^{2+}} \cdot \frac{100 \text{ g}}{1 \text{ mol CaCO}_3}$$

$$\frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} \cdot \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} = 3080 \text{ ppm CaCO}_3 = \mathbf{308^\circ \text{HTF}}$$

S’observa que en aquest cas la duresa augmenta una mica, per tant es confirma que la variació de pH modifica lleugerament el valor de la duresa. En el cas de no utilitzar la mostra immediatament, es recomana fer la determinació prèvia de la duresa per veure aquests petits canvis esmentats.

### - **Resultats obtinguts**

Per aquesta pràctica s’han realitzat tres assaigs amb diferent concentració d’acetat de calci en la mostra preparada per tal de veure com responia la resina de bescanvi catiónica enfront d’unes o altres.

En tots tres assaigs es realitzen la mesura dels següents paràmetres:

- Temps ( min)
- Conductivitat ( S / cm o mS / cm o  $\mu\text{S} / \text{cm}$  )
- Mesura pH de la mostra recollida
- Volum gastat en la valoració amb EDTA ( 0.01 M i 0.1 M )  $\rightarrow$  ppm  $\text{CaCO}_3$  i  $^\circ \text{HTF}$
- Volum gastat en la valoració amb NaOH ( 0.1 N )

Assaigs realitzats:

#### • Primer

Es parteix de la mostra preparada segons la duresa obtinguda en el punt tercer de l’apartat anterior.

S’ha elaborat una taula que relaciona tots els paràmetres anteriors i especifica el temps emprat en la pràctica així com el volum aproximadament gastat.

#### • Segon

S’utilitza la mostra d’aigua preparada en el punt quart de l’apartat anterior.

Es realitza un taula amb els mateixos paràmetres esmentats en el primer assaig.

- Tercer

S’empra part del volum de la mostra d’aigua utilitzada en el segon assaig.

Construir una taula amb els mateixos paràmetres esmentats en els dos assaigs fets abans d’aquest.

- Quart

S’ha emprat la solució preparada en el punt cinquè de l’apartat anterior.

Igual que en els assaigs anteriors cal construir una taula per observar l’evolució dels paràmetres esmentats abans.

A continuació es mostren les quatre taules obtingudes en els diferents assaigs

Les taules obtingudes estan dins la carpeta Taules.









## **- Conclusions de les proves realitzades**

El primer assaig s’ha realitzat amb dues etapes: la primera amb una durada de 61 min i la segona de 127 min. Tractant un volum de 12 litres de mostra.

L’aigua preparada té una duresa inicial de 50 °HTF i s’observa que amb tot el temps emprat en el procés de suavitzat no s’arriba a veure l’evolució completa de la resina catiònica, és a dir no s’aconsegueix el punt d’esgotament de la resina. Aquest ens indica la finalització de l’etapa de suavitzat i per tant posteriorment ja es podrà dur a terme la regeneració de la resina.

Davant dels resultats obtinguts, cal preparar una segona mostra més concentrada tot ajustant el temps d’operació.

En el segon assaig es realitza un càlcul previ per saber aproximadament amb un valor de volum gastat i un cabal d’entrada fixe, quin temps pot requerir el procés:

$$\text{Temps aprox.} = \frac{\text{Volum gastat}}{\text{Cabal entrada}} = \frac{2000 \text{ mL}}{125 \text{ mL / min}} = 16 \text{ min} \rightarrow 20 \text{ min aprox.}$$

La durada de l’assaig es de 33 min i s’ha gastat un volum entre 3-3.6 litres aprox.

S’utilitza una aigua de duresa 224 °HTF i pH inicial = 7.75.

L’etapa de suavitzat ha finalitzat quan s’observa una reducció del 20% de la duresa de la mostra inicial. Per aquest assaig el valor de duresa final seria de 141.6 ° HTF per un temps comprés entre el minut 26 i el 29.

Abans de realitzar el tercer assaig s’han d’ajustar els intervals de temps i el nombre de mostreigs a efectuar per poder obtenir una corba més homogènia.

El tercer assaig de duració: 29 min. El volum gastat: 2 litres.

La mostra preparada té una duresa inicial de 236 °HTF i un pH inicial = 7.23.

S’observa que entre el minut 24 ( 116.67 °HTF ) i el minut 25 ( 200 °HTF ) té lloc la reducció del 20% de la duresa de la mostra inicial, per tant el valor de la duresa segons el percentatge en aquest punt seria de 149.15 ° HTF.

L’alçada de la resina humida és de 190 mm.

En aquest assaig s’han emprat 9 mostres i es decideix fer un últim assaig inserint-hi tres punts més per el següent assaig.

En el quart assaig el procés finalitza els 26 min. La concentració de la mostra preparada té una duresa de 308 °HTF i un pH inicial = 7.51.

S’utilitzen els mateixos temps emprats en l’assaig anterior però s’introdueixen tres punts de mostreig en els minuts 7,15 i 17 per veure més bé l’evolució de la resina.

Es dona per finalitzat l’assaig, en el moment que es produeix la reducció del 20% de la duresa calculada inicialment. El valor de la duresa en aquest punt segons el percentatge seria de 194.66 °HTF, però en l’assaig efectuat correspon exactament en el minut 18 i 20 (222 °HTF).

L’alçada de la resina humida és de 190 mm.

Finalment es deixa per finalitzada, la pràctica de suavitzat d’una resina catiònica amb els següents temps fixats en minuts: 3,7,10,15,17,20,22,24,25 i 26.

A continuació s’inclouen quatre gràfics:

- Conductivitat vs temps
- pH mostra recollida vs temps
- Duresa ( °HTF) vs temps

Es representen només les variables per les tres concentracions finals de mostra a tractar. El primer assaig no s’inclou ja que les dades obtingudes difereixen molt dels últims assaigs realitzats.

A continuació s’adjunten els gràfics comparatius obtinguts:

a) Conductivitat vs temps

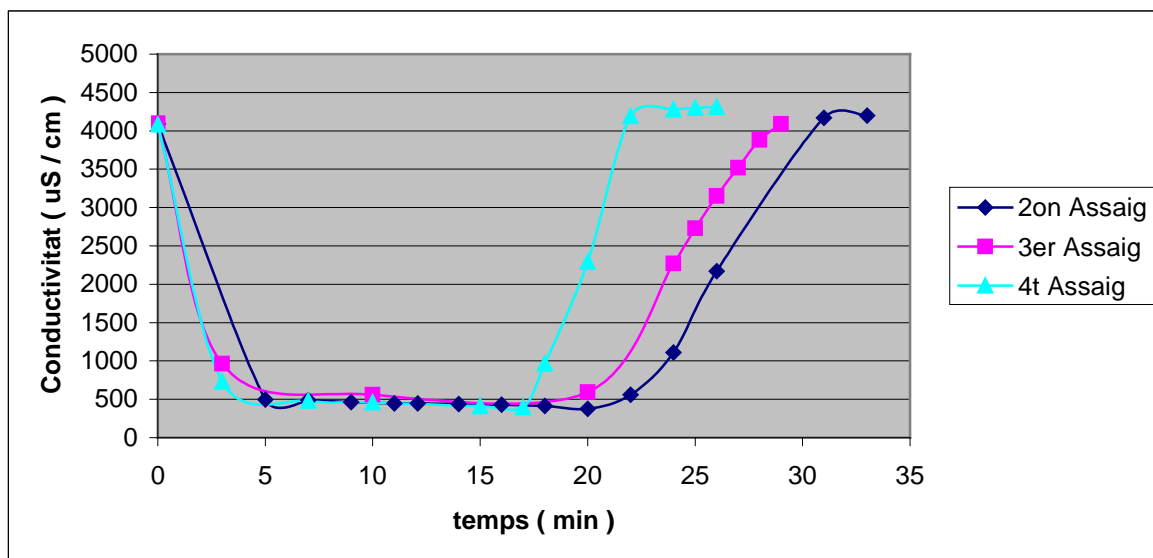


Fig nº 3.- Evolució de la conductivitat vs temps

S’observa que les tres corbes tenen un punt on augmenta el valor de la conductivitat de forma sobtada, això indica l’inici de l’ esgotament de la resina.

En el segon i el tercer assaig aquest canvi es produeix en el minut 25 - 26. Quan més temps porta funcionant la resina, més eficiència presenta. Això es pot observar en l’última corba realitzada on la durada es menor als altres assaigs efectuats: 21 minuts aproximadament.

b) pH mostra recollida vs temps

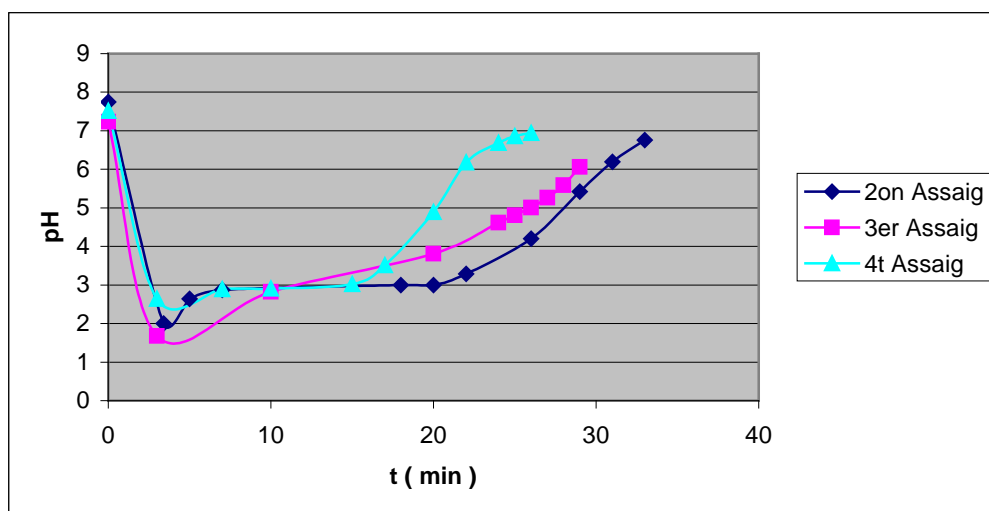


Fig nº4.- Evolució del pH vs temps

L’aigua preparada per fer els assaigs té un pH bàsic al voltant de 7.75 ( 2on Assaig ), 7.23 ( 3er Assaig ) i 7.51 ( 4t Assaig ).

S’observa que en el minut 3 per tots tres casos disminueix el pH fins a valors compresos entre 1.68 i 2.64. Per tant, davant d’aquests resultats es pot dir que la resina catiònica presenta més eficiència i té una capacitat d’intercanvi elevada.

Quan la mostra comença a penetrar dins la resina es va produint l’intercanvi entre el ió sodi de la resina i el ió calci present en la mostra preparada.

A partir del minut 15, el pH comença a augmentar ràpidament cap a valors propers a pH = 6. No serà fins el minut 26 ( 2on Assaig ), el minut 25 ( 3er Assaig ) i el minut 20 ( 4t Assaig ), en que aquests valors de pH s’estabilitzen. Aquest moment coincideix amb el punt d’esgotament de la resina utilitzada.

### c) Duresa vs temps

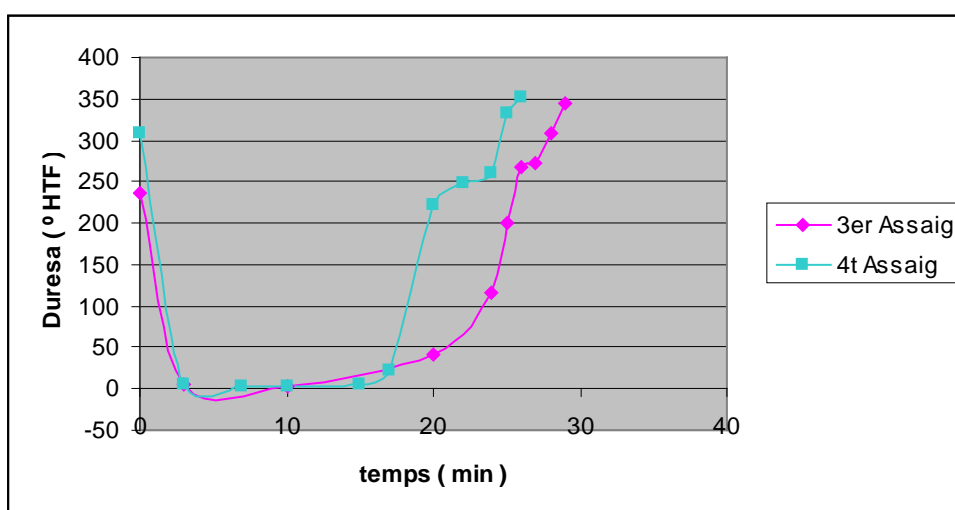


Fig nº 5.- Evolució de la duresa vs temps

El segon assaig efectuat no s’inclou a la representació gràfica per manca de resultats en els punts de mostreig.

En el 3er i 4t Assaig s’observa l’elevat grau d’eficiència de la resina ja que en el minut 3 la mostra té una duresa de 4 i 6.8 °HTF respectivament. En el minut 20 s’inicia un ascens fins a arribar a valors propers als 350° HTF que ens indica l’inici de l’esgotament de la resina. Per tant és necessària la realització d’una regeneració amb una solució àcida.

**Taula nº5.- Quadre resum de la posta a punt**

Concentració a descalcificar Volum de la mostra a descalcificar	Conc. Mostra = 15g Ca(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> / L aigua Volum mostra = 3 L
Cabal de treball	125 mL / min = 7.5 L / h
Interval de mostreig ( min )	3,7,10,15,17,20,22,24,25 i 26
Volum mostra recollida	100 mL aprox.
Determinació : 1) pH mostra inicial 2) Duresa 3) Acidesa	25 mL 25 mL ( utilitzant els mateixos que en l’1 ) 25 mL

Una vegada vistes les condicions òptimes pel seguiment del suavitzat d’aigües dures ( H + ) de la mostra es procedeix a efectuar la pràctica dins de les pautes marcades en la Taula nº5.

**b) Protocol P1. Suavitzat d’aigües dures ( H+)**

**- Introducció**

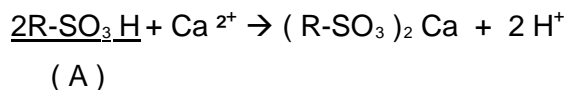
Les resines més utilitzades en aquest procés són : Amberlita ( IRP – 88 ) o bé la Dowex ( HCR-W2 ).

Cal tenir en compte una sèrie de condicions de treball com són el rang de pH i la temperatura.

S’ha de treballar amb una resina intercanviadora àcida i cal recordar que si aquestes són fortament àcides el seu rang de pH correspon a : ( 0 < pH < 14 ) . Per contra en resines feblement àcides el pH està comprès entre valors de : ( 5 < pH < 14 ).

Es important saber que aquestes resines presenten una gran capacitat d’augment de tamany al entrar en contacte amb l’aigua.

La resina catiònica d’àcid fort, conté grups sulfònics ( HSO<sub>3</sub><sup>-</sup> ). La reacció que té lloc:



El grup A és un canviador de ions procedent de una prèvia copolimentació de l’estirè amb el divenil – benzé abans de produir-se la reacció de sulfonació.

La columna s’esgota quan s’ha saturat de calci. A continuació comença l’aparició de Ca<sup>2+</sup> en la dissolució que goteja per la part inferior, produint així un augment de la duresa.

Un cop s’arriba en aquest punt es procedeix a regenerar la columna amb HCl provocant la reacció inversa.

**- Objectius**

Realitzar el seguiment d’una resina de bescanvi catiònic ( H<sup>+</sup> ) mitjançant el tractament de suavitzat d’una aigua amb una duresa ja preestablerta.

Aquest seguiment s’efectuarà a través de l’anàlisi de la duresa de l’aigua tractada i dels canvis de conductivitat i pH.

- **Reactius necessaris**

- acetat de calci
- trietanolamina
- EDTA – Na<sub>2</sub> ( 0.01 M i 0.1 M )
- Indicador ( pastilles tampó indicadores Merck )
- NaOH ( 0.1 N )
- HCl 35 %
- HCl 10%
- aigua destil·lada o desmineralitzada
- H<sub>2</sub>O Mili-Q ( preparació reactius )
- fenoftaleïna

Cal la preparació dels següents reactius:

- Solució : 500 mL de NaOH al 10%
- “ : 500 mL per cada una de EDTA –Na<sub>2</sub> ( 0.1 M i 0.01 M )
- Aigua dura : 4 litres
- Solució : 500 mL HCl al 35% i 100 mL HCl10%

- **Material necessari**

a) Equip autònom de bescanvi iònic

- dipòsit d’aigua tractada
- “ “ desmineralitzada
- “ d’àcid clorhídric
- bomba de membrana
- cabalímetre ( 5 L / h )
- columna catiònica ( d int. = 16 mm / d ext. = 20 mm / V = 0.16 L )
- conductímetre ( conductivitat = 0 - 19.99 µS / T<sup>a</sup> = 0- 50°C / precisió = ± 2 )



b) Material de vidre

- pipeta 10 mL
- matrau aforat : 50, 200, 500, 1000 mL
- erlenmeyer 100 mL
- 2 pipetes aforades 25 mL

c) pH- metre

- **Mètode Operatiu**

a) Suavitzat

- Determinació del pH, conductivitat i duresa inicial ( EDTA- Na<sub>2</sub> 0.1 M, trietanolamina i pastilles tampó indicadores Merck) de l’aigua dura preparada.
- La resina ha d’estar en forma àcida ( sinó ho està, és necessari un rentat previ seguit d’una regeneració i un rentat final ).
- Seleccionar el tanc amb l’aigua de la mostra i introduir la bomba d’aspiració.
- Obrir les vàlvules segons l’esquema de la Fig. nº2.
- Connectar la bomba i el conductímetre.
- Regular el cabalímetre a 7.5 L / h perquè el cabal d’aigua a tractar penetri bé a través de la resina catiònica.
- Efectuar la presa de mostres ( volum aprox. 75 mL) en intervals de 3, 10, 20, 24, 26, 27, 28 i 29 minuts.
- Separar la mostra en dos erlenmeyers amb un contingut de 25 mL cada un, per tal de poder fer les corresponents valoracions.
- Valorar amb :
  - EDTA- Na<sub>2</sub> ( 0.01 M i 0.1M )
  - NaOH 0.1 N
- Mesurar l’alçada de la columna humida en les condicions de treball ( mitjançant lectura directa ).
- Realitzar els càlculs corresponents, a fi d’elaborar una taula on es pugui visualitzar l’evolució dels corresponents valors en funció del temps.

b) Rentat a contracorrent previ

- Seleccionar el tanc d’aigua destil·lada i introduir la bomba d’aspiració en el seu interior.
- Obrir les vàlvules segons l’esquema de la Fig. nº 7 ( Apartat 3.3.2 ).
- Connectar la bomba i el conductímetre.
- Regular l’entrada de cabal entre 6-8 L / h.
- Anotar el valor de conductivitat de les mostres que indica el conductímetre al llarg del mostreig.

c) Regeneració

- Seleccionar el tanc amb la solució regenerant:
  - 500 mL HCl ( 10% )
  - 7.1 mL HCl ( 35% ), enrassats fins a 100 mL amb AiGga Mili-Q.
- Introduir la bomba d’aspiració.
- Posicionar les vàlvules seguint l’ esquema de la Fig.nº 8 ( Apartat 3.3.2. ).
- Connectar la bomba.
- Regular el cabal a 8 L / h.
- Mesurar la conductivitat i el pH en la presa de mostres i fer la posterior valoració de l’acidesa per cada una amb NaOH ( 0.1 N ) i fenoftaleïna.

d) Rentat Final

- Seleccionar el tanc d’aigua destil·lada i introduir la bomba d’aspiració a dins.
- Obrir les vàlvules segons l’esquema de la Fig. nº 8.
- Connectar la bomba i el conductímetre.
- Regular l’entrada de cabal entre 6-8 L / h.
- Anotar el valor de conductivitat i el pH de les mostres que indica el conductímetre durant el mostreig i a continuació fer la valoració de l’acidesa amb NaOH ( 0.1N ).

- **Presentació de resultats**

1. Realitzar un exemple de càlcul per les determinacions de la duresa.
2. Representar l’evolució de la duresa, pH i conductivitat en funció del temps ( en corbes independents ).
3. Proposa un seguiment més ràpid ( sense valoracions per a la dedterminació de l’estat de la resina ).
4. Considerant el diàmetre de la columna ( 20 mm ), l’alçada mesurada anteriorment i la massa utilitzada d’acetat de calci en la preparació de l’aigua dura. Determinar la capacitat d’intercanvi de la resina segons:  
$$\text{Capacitat d'intercanvi} = \frac{\text{Massa Acetat Càlcic}}{\text{Volum resina humida}}$$
  
( Expressar el valor en meq / L )
5. Representar la duresa de l’aigua en front dels volums d’aigua tractada. Determinar el punt de saturació de la columna.  
Un cop realitzada la gràfica, calcular la duresa lliurada de l’aigua per punt de mesura expressada en CaCO<sub>3</sub>.
6. Conclusions

## RESPOSTA A LES PREGUNTES DINS DEL PROTOCOL DE LA PRÀCTICA DE SUAVITZAT

1) Exemples de càlcul de Duresa i Acidesa:

**Càlcul de Determinació de la Duresa :**

$$\frac{x \text{ ml EDTA.Na}_2}{25 \text{ ml most}} \cdot \frac{0.1 \text{ o } 0.01 \text{ mol EDTA.Na}_2}{1000 \text{ ml}} \cdot \frac{1 \text{ mol Ca}^{2+}}{1 \text{ mol EDTA. Na}_2} \cdot \frac{1 \text{ mol CaCO}_3}{1 \text{ mol Ca}^{2+}} \cdot \frac{100 \text{ g}}{1 \text{ mol CaCO}_3} \cdot$$
$$\frac{100 \text{ mg}}{1 \text{ g}} \cdot \frac{1000 \text{ ml}}{1 \text{ L}} = x \text{ mg/L CaCO}_3 = \text{ppm CaCO}_3 \rightarrow 10 \text{ mg/L CaCO}_3 = 1^\circ \text{HTF}$$

2) Els gràfics estan fets en la part de la Preparació Pràctica.

3) A partir de les corbes obtingudes i per un determinat valor de pH o de conductivitat es podria avaluar l'estat de la columna.

4) Exemple de càlcul de la capacitat d'intercanvi de la resina:

- Diàmetre de la columna : 20 mm
- Alçada de la resina humida : 195 mm
- Massa acetat de calci = 10 g ( Per un volum gastat de 2 litres )

$$\text{Volum de resina humida} = \pi \cdot (d \text{ ( m )} / 2)^2 \cdot \text{altura ( m )}$$
$$= \pi \cdot (0.02 / 2)^2 \cdot 0.195 = 6.126 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3 = \mathbf{61 \text{ mL}}$$

$$\text{Capacitat d'intercanvi} = \frac{\text{massa d'acetat càlcic}}{\text{V.resina humida}} = \text{meq / L}$$
$$= 169.5 \text{ meq / L} / 61 \text{ mL} = \mathbf{2.78 \text{ meq / L}}$$

$$10 \text{ g Ca(CH}_3\text{COO)}_2 \cdot \frac{1 \text{ mol Ca(CH}_3\text{COO)}_2}{158 \text{ g}} \cdot \frac{2 \text{ eq Ca(CH}_3\text{COO)}_2}{1 \text{ mol Ca(CH}_3\text{COO)}_2} \cdot \frac{1000 \text{ meq}}{1 \text{ eq}} =$$

$$= 169.5 \text{ meq Ca( CH}_3\text{COO)}_2$$

5) Es parteix dels valors de duresa de l’últim assaig realitzat :

$$\text{Duresa} = 3080 \text{ ppm CaCO}_3 = 308 \text{ }^\circ\text{HTF ppm CaCO}_3$$

Aquest valor correspon el punt de saturació que s’hauria d’obtenir en funció de la mostra preparada.

Per efectuar la taula, cal saber el volum d’aigua tractada ( L ). S’utilitza la següent fórmula:

$$Q = 7.5 \text{ L/h} = 0.125 \text{ L/min}$$

$$\text{Volum Aigua tractada} = \text{Volum Saturació} = \text{temps} * Q = \text{litres}$$

Per calcular la duresa alliberada de l’aigua, cal observar a la taula efectuada, quin valor de duresa s’aproxima més al valor tèoric calculat i mirar amb quin volum d’aigua tractada coincideix:

$$V_{\text{saturació}} * \text{Duresa} = 2.75 \text{ L} * 2480 \text{ mg/L} = 6820 \text{ mg CaCO}_3 \text{ eliminat}$$

$$= \mathbf{6.820 \text{ g CaCO}_3 \text{ eliminat}}$$

**Taula nº6. Càlcul de la duresa a partir dels valors experimentals**

temps ( min)	Volum aigua tractada ( L )	Duresa ( ppm CaCO <sub>3</sub> )
0	0	3080
3	0,375	60
7	0,875	20
10	1,25	24
15	1,875	60
17	2,125	220
20	2,5	2220
22	<b>2,75</b>	<b>2480</b>
24	3	2600
25	3,125	3320
26	3,25	3520

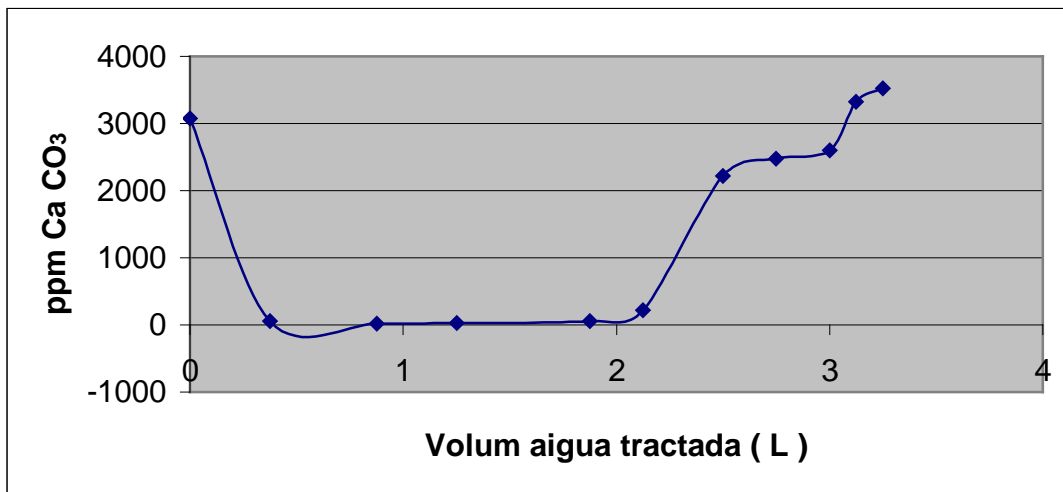


Fig n°6.- Evolució de la descalcificació en funció del volum tractat

### **3.3.2. REGENERACIÓ RESINA CATIÒNICA**

- Rentat previ a contracorrent

#### 1.- Explicació del muntatge

Primer s’ha de posar aigua destil·lada dins del dipòsit d’aigua desmineralitzada i tot seguit introduir-hi la bomba. Aquesta aspira el líquid fent-lo passar a través del cabalímetre i de la vàlvula AVT-1.

Arribat en aquest punt la mostra entra per la vàlvula AV8 i surt per la vàlvula AV6. Des d’aquí l’afluent es dirigeix cap a la vàlvula AVT – 4 entrant per la part inferior de la columna catiònica i sortint per la part superior tot dirigint-se cap a la vàlvula AV-3.

Tot seguit, l’aigua travessa la vàlvula AV-2 i baixa fins a la vàlvula AVT- 5. S’ha arribat en el punt final d’aquesta etapa i amb l’ajuda del conductímetre es pot mesurar la conductivitat obtinguda en el mostreig.

#### 2.- Esquema del muntatge

L’esquema corresponent està dins el document Esquemes.



3.- Taules obtingudes

**Taula n°7.- Valors obtinguts en el 1er Assaig**

<b>temps(min)</b>	<b>mL NaOH ( 0.1 N ) consumits</b>
60	0.3
90	0.1
105	0.1
120	0.05
135	0.05

V. mostra emprat = 25 ml

**Taula n°8.- Valors obtinguts en el 2on Assaig**

<b>temps ( min )</b>	<b>Conductivitat ( <math>\mu\text{S} / \text{cm}</math> )</b>
0	3600
5	4180
10	27100
13	9000
15	4280
16	1967
17	970
18	587
19	440
20	391
21	293
25	201

**Taula n°9.- Valors obtinguts en el 3er Assaig**

<b>temps ( min )</b>	<b>Conductivitat ( <math>\mu\text{S} / \text{cm}</math> )</b>
0	4130
5	9280
10	27600
12	5750
14	1688
18	1734
20	533
22	297
25	157.1

**Taula nº10.- Valors obtinguts en el 4t Assaig**

<b>temps ( min)</b>	<b>Conductivitat ( <math>\mu\text{S}/\text{cm}</math>)</b>
0	3960
5	4020
10	26500
12	4408
14	1300
18	648
20	207
22	206
25	73.6

#### 4.- Conclusions

El 1er Assaig realitzat va servir per establir un temps determinat i veure la resposta de la resina durant el rentat previ.

Com que els resultats del primer assaig no són prou representatius, s'utilitza el 2on, 3er i 4t Assaig per comentar- los.

El rentat previ a contracorrent es fa abans de regenerar la resina per eliminar qualsevol resta de la dissolució preparada inicialment. Consisteix en fer circular aigua destil·lada a través de la resina per tal de fer disminuir la conductivitat ja que en el final de l'etapa de suavitzat té uns valors elevats, entre 3000 - 4000  $\mu\text{S}$ .

El temps de durada d'aquest procés és de 25 minuts.

#### - **Regeneració**

##### 1.- Explicació del muntatge

Només estaran totalment obertes quatre vàlvules: AV-1, AV-3, AV- 6 i AV-9, ja que només es treballa amb la resina catiònica.

És necessària la utilització del dipòsit : HCl.

La mostra d'àcid a tractar s'aspira mitjançant una bomba fins arribar al cabalímetre. Amb l'ajuda de la clau de regulació d'aquest entra el cabal necessari d'àcid en el sistema.

Un cop s’ha arribat en aquest punt, el líquid passa a través de la vàlvula AVT- 1 i AVT -2 fins que la mostra arriba a la vàlvula AV- 1. Tot seguit aquesta surt per la vàlvula AV- 3 en direcció a la columna catiònica.

Després de tenir lloc l’intercanvi iònic en la columna, el líquid entra per la vàlvula AV-6 i a continuació la mostra surt a través de la vàlvula AV-9.

Arribats en aquest punt, el cabal es dirigeix cap al dipòsit ( Aigua tractada ).

Per tal de comprovar el bon funcionament de la resina en l’obtenció d’una aigua adient es disposa d’una cèl·lula de conductivitat que mesura directament la conductivitat de la solució emprada.

## 2.- Esquema del muntatge

L’esquema corresponent està dins el document Esquemes.

3.- Taules obtingudes

**Taula n°11.- Valors obtinguts en el 1er Assaig**

<b>temps(min)</b>	<b>pH mostra</b>	<b>Conductivitat ( <math>\mu</math>S / cm )</b>
7	-	-
12	-0.43	90.3
20	-0.78	92.6
25	-0.78	163

**Taula n°12.- Valors obtinguts en el 2on Assaig**

<b>temps (min)</b>	<b>Conductivitat ( <math>\mu</math>S / cm )</b>	<b>pH mostra</b>	<b>ml NaOH ( 0.1 N ) consumits</b>
0	-	-	-
1	277	3.19	-
2	-	-	-
3	126	3.42	-
4	260	-	-
5	144	3.30	-
7	1866	-	-
8	1931	2.86	0.5
10	21500	1.53	4.8
11	-	-0.23	-

V. mostra emprat = 25 ml

**Taula n° 13.- Valors obtinguts en el 3er Assaig**

<b>temps (min)</b>	<b>Conductivitat ( <math>\mu</math>S / cm )</b>	<b>pH mostra</b>	<b>ml NaOH ( 0.1 N ) consumits</b>
0	1191	1.87	1.6
2	250	2.98	0.5
4	319	2.83	0.5
6	1859	1.67	4.2
8	28400	0.53	> 25
10	40000	-0.23	-

V. mostra emprat = 25 ml

**Taula nº14.- Valors obtinguts en el 4t Assaig**

temps (min)	Conductivitat ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )	pH mostra	ml NaOH ( 0.1 N ) consumits
0	870	5.15	0.5
2	161.3	6.35	0.2
4	126.2	-	-
6	131.6	-	-
8	133	-	-
10	141.6	-	-
13	153.2	6.27	0.1
15	710.2	-	-
17	5500	2.78	0.5
18	21500	0.04	>25

V. mostra emprat = 25 ml

En els primers 5 minuts dels tres assaigs va entrar aire a través del bombejat amb àcid. Això es degut al poc nivell de mostra necessària per fer la regeneració i per tant la bomba aspira ( aire + mostra). S’ha de considerar el manteniment d’un nivell de solució àcida per evitar l’efecte.

#### 4.- Conclusions

Basades en el 2on, 3er i 4t Assaigs realitzats.

La regeneració serveix per tornar el caràcter àcid a la resina tot utilitzant una dissolució concentrada de ( 500 mL HCL al 10% ) més ( 7.1 mL HCl al 35%, enrassats amb Aigua Mili-Q), ja que s’ha treballat amb una resina catiònica d’àcid fort. Aquesta etapa ha de tenir una eficiència alta perquè d’ella dependrà el posterior bon funcionament de la resina.

S’han mesurat una sèrie de paràmetres durant el mostreig: conductivitat, pH mostra recollida i volum consumit de NaOH ( 0.1 N ). La conductivitat (  $\mu\text{S} / \text{cm}$  ) augmenta al principi i quan assoleix valors propers a 21500  $\mu\text{S}$ , s’observa que el pH de la mostra disminueix per sota de 1.

Un altre paràmetre indicatiu és el volum consumit de NaOH. A mesura que el pH s’acidifica , el volum gastat de NaOH augmenta molt. Aquests canvis bruscs esmentats, indiquen la finalització de la regeneració.

Durada del procés entre 10-15 min.

- **Rentat Final**

1.- Explicació del muntatge

Correspon al mateix que s’adjunta per la Regeneració.

2.- Esquema del muntatge

Correspon al mateix que s’adjunta per la Regeneració.

3.- Taules obtingudes

**Taula nº 15.-Valors obtinguts en el 1er Assaig**

<b>temps (min)</b>	<b>Conductivitat ( <math>\mu\text{S} / \text{cm}</math> )</b>	<b>pH mostra</b>	<b>ml NaOH ( 0.1 N ) consumits</b>
5	3830	1.76	-
8	1509	2.18	3.8
12	1163	2.45	0.8
22	1043	2.56	0.8
32	614	2.77	0.8
38	939	2.45	0.8

V. mostra emprat = 25 ml

**Taula nº16.- Valors obtinguts en el 2on Assaig**

<b>temps (min)</b>	<b>Conductivitat ( <math>\mu\text{S} / \text{cm}</math> )</b>	<b>pH mostra</b>	<b>ml NaOH ( 0.1 N ) consumits</b>
0	-	-0.56	-
5	65700	-0.07	-
6	17700	0.56	-
8	4750	1.41	6.5
9	3690	1.88	1.6
11	1702	2.17	1.5
13	1328	-	-
16	1332	2.39	0.8
21	1110	2.46	0.8
26	1075	2.55	0.8
31	997	2.54	0.8
36	999	2.57	0.7
41	4320	2.79	0.7

V. mostra emprat = 25 ml

**Taula nº17.- Valors obtinguts en el 3er Assaig**

<b>temps (min)</b>	<b>Conductivitat ( <math>\mu</math>S / cm )</b>	<b>pH mostra</b>	<b>ml NaOH ( 0.1 N ) consumits</b>
0	-	-0.60	-
4	103800	0.16	> 50
5	23800	-	-
6	10060	1.18	8
9	2730	1.85	1.8
11	1390	2.43	0.8
13	1390	2.42	1.1
16	1135	2.46	0.8
20	1140	2.46	0.8
25	1186	2.50	0.8
30	1159	2.46	0.8
35	1322	2.39	0.8

V. mostra emprat = 25 ml

**Taula nº 18.- Valors obtinguts en el 4t Assaig**

<b>temps (min)</b>	<b>Conductivitat ( <math>\mu</math>S/cm)</b>	<b>pH mostra</b>	<b>ml NaOH ( 0.1 N ) consumits</b>
0	-	negatiu	-
4	-	-0.13	-
5	-	-0.13	-
6	190500	0.16	> 50
9	16430	1.18	9.4
11	4440	1.79	2.8
13	2810	1.99	1.8
16	2310	2.19	1.5
20	1767	2.35	1
25	1452	2.44	1.1
30	1181	2.55	1.1
35	1978	2.41	1.1

V. mostra emprat = 25 ml



#### 4.- Conclusions

Realitzades a partir del 2on, 3er i 4t Assaigs. La seva finalitat és eliminar qualsevol resta de substància procedent de la solució regenerant utilitzada. Durant el mostreig s’han de mesurar els mateixos paràmetres citats en l’apartat de Regeneració.

La conductivitat va disminuint en funció del temps. Això indica el bon funcionament del rentat tot eliminant les possibles restes de solució regenerant.

L’etapa de regeneració finalitzava amb valors de  $\text{pH} \leq 1$  i ara el pH torna a augmentar cap a valors de 2.5 al mateix temps que el volum consumit de NaOH disminueix. Quan les tres últimes valoracions ( NaOH ) en cada assaig donen el mateix valor, es deixa per finalitzat el rentat ja que aquest fet indica la recuperació de les condicions inicials de la resina.

La durada del procés és de 35 min.

**Taula nº19.- Quadre Resum per Rentats i Regeneració**

<b>Rentat previ a contracorrent</b>	
Cabal de treball	6-8 L / h
Intervals de mostreig (min)	0,5,10,12,14,18,20,22 i 25
Posicions del muntatge	AV-1, AV-4,AV-7, AV-9 → tancat AV-3, AV-2, AV-6,AV-8 → obert
<b>Regeneració</b>	
Cabal de treball	8 L / h
Intervals de mostreig (min)	0, 2, 4, 6, 8 i 10
Posicions del muntatge	AV-1,AV-3, AV-6, AV-9 → tancat AV-2, AV-4, AV-7, AV-8 → obert
Volum mostra	50 mL
<b>Rentat Final</b>	
Cabal de treball	6-8 L / h
Intervals de mostreig (min)	0, 4, 5, 6, 9, 11, 13, 16, 20, 25, 30 i 35
Posicions del muntatge	AV-1,AV-3, AV-6, AV-9 → tancat AV-2, AV-4, AV-7, AV-8 → obert
Volum mostra	50 mL

### **3.3.3. DESMINERALITZACIÓ**

- a) Posta a punt i realització de la pràctica
- b) Elaboració del protocol

#### **a) Posta a punt i realització de la pràctica**

##### **- Esquema muntatge principal de la desmineralització**

L'esquema del muntatge principal a seguir en la primera part de la pràctica : desmineralització, s' adjunta a la pàgina següent.

L’esquema corresponent està dins el document Esquemes.

### - **Explicació del muntatge principal**

Partint d’una resina d’intercanvi catiònic cicle  $H^+$  i d’una resina aniònica cicle  $OH^-$  amb les condicions de muntatge que s’ especifiquen a continuació.

El següent muntatge consta de nou vàlvules. Han d’estar totalment obertes cinc d’elles: AV-1, AV-3, AV-5, AV-7, i AV-9, ja que es treballa amb la resina catiònica i aniònica. S’utilitzen dos dipòsits : Aigua a tractar i Aigua desmineralitzada.

La mostra d’aigua a tractar s’aspira mitjançant una bomba fins arribar al cabalímetre. Amb l’ajuda de la clau de regulació d’aquest entra el cabal necessari d’aigua en el sistema.

Un cop s’ha arribat en aquest punt, el líquid passa a través de la vàlvula AVT -1 i AVT -2 tot dirigint-se cap a la vàlvula AV- 1. Després l’aigua surt per la vàlvula AV- 3 en direcció cap a la columna catiònica.

Quan finalitza l’ intercanvi iònic en la resina catiònica, el líquid surt per la part inferior de la columna i entra en primer lloc per la vàlvula AVT- 4 i després per la vàlvula AV- 5. Tot seguit es dirigeix cap a la AVT - 3 tot introduïnt-se dins la columna aniònica per la part superior.

Després de dur- se a terme l’ últim intercanvi, el cabal ha de passar per la vàlvula AV- 7, la vàlvula AV- 9 i finalment va cap al dipòsit ( Aigua desmineralitzada ).

Per tal de comprovar el bon funcionament de les dues resines en l’obtenció d’una aigua adient es disposa d’una cèl·lula de conductivitat que ens mesura directament la conductivitat d’aquesta aigua.

### - **Proves realitzades inicialment**

Abans de iniciar la pràctica, es va realitzar la preparació d’una part dels reactius. Els reactius a preparar inicialment són: NaOH al 5%, HCl (35 % i 10% ) i HCl 0.1 N.

A continuació s’utilitzen dues mostres de clorur de sodi preparades prèviament de concentracions diferents.

Càlculs realitzats en la preparació de la mostra d’aigua:

• Primer

En aquesta pràctica es prepara un volum de 2 litres de mostra per realitzar el primer assaig :

- Preparar 2 litres d’ aigua Mili-Q amb 0.2 g de clorur sòdic.
- Mesurar el pH de la mostra: **pH = 6.57**
- Determinació de la concentració inicial de clorurs:

$$\frac{0.2288 \text{ g}}{2 \text{ litre}} \cdot \frac{1 \text{ mol NaCl}}{58.5 \text{ g}} \cdot \frac{35.5 \text{ g Cl}^-}{1 \text{ mol NaCl}} \cdot \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} = \mathbf{69.42 \text{ ppm Cl}^-}$$

• Segon

Amb la concentració anterior s’observa que no és suficient perquè s’esgotin les dos resines.

Per tant cal augmentar la concentració:

- Preparar 7 litres d’aigua Mili – Q amb 7 g de clorur sòdic.
- Mesurar el pH de la mostra: **pH = 6.55**
- Determinació de la concentració inicial de clorurs:

$$\frac{7.0865 \text{ g}}{7 \text{ litres}} \cdot \frac{1 \text{ mol NaCl}}{58.5 \text{ g}} \cdot \frac{35.5 \text{ g Cl}^-}{1 \text{ mol NaCl}} \cdot \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} = \mathbf{612.77 \text{ ppm Cl}^-}$$

• Tercer

Es parteix de la mateixa concentració de sal utilitzada en el segon assaig, ja que aquesta ha sigut suficient per veure l’esgotament de les dues resines:

- Preparar 7 litres d’aigua Mili - Q amb 7 g de clorur sòdic.
- Mesurar el pH de la mostra: **pH = 6.35**
- Determinació de la concentració inicial de clorurs:

$$\frac{7.0779 \text{ g}}{7 \text{ litres}} \cdot \frac{1 \text{ mol NaCl}}{58.5 \text{ g}} \cdot \frac{35.5 \text{ g Cl}^-}{1 \text{ mol NaCl}} \cdot \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} = \mathbf{607.52 \text{ ppm Cl}^-}$$

## - **Resultats obtinguts**

En aquesta pràctica s’han realitzat tres assaigs: el primer amb una concentració menor de clorur de sodi que en el segon i el tercer. Així es pot comprovar quina serà la quantitat suficient de sal per observar el correcte funcionament de la resina catiònica i aniònica en la desmineralització.

En tots tres assaigs és realitzen la mesura dels següents paràmetres:

- Temps ( min)
- Conductivitat ( S / cm o mS / cm o  $\mu$ S / cm )
- Mesura pH de la mostra recollida

Assaigs realitzats:

### • Primer

Es parteix de la mostra preparada segons la concentració de clorur sòdic preparada en primer lloc.

S’ha elaborat una taula que relaciona tots els paràmetres anteriors i especifica el temps emprat en la pràctica així com el volum aproximadament gastat.

### • Segon

S’utilitza la mostra preparada en segon lloc, de major concentració que la del primer assaig. Es realitza un taula amb els mateixos paràmetres esmentats anteriorment.

### • Tercer

Preparar el mateix volum i concentració de la mostra d’aigua emprada en el segon assaig per tal de poder comprovar els resultats.

Construir una taula amb els mateixos paràmetres citats en els dos assaigs prèviament realitzats.

A continuació es mostren les tres taules obtingudes en els diferents assaigs:

Les taules obtingudes estan dins la carpeta Taules.









## **- Conclusions de les proves realitzades**

El primer assaig va tenir una durada de 90 min . S’ha gastat un volum aproximat de 2 litres. Es parteix d’una aigua amb una concentració de 0.1 g NaCl / L H<sub>2</sub>O i pH inicial = 6.57. S’observa que amb tot el temps emprat en el procés de desmineralització, el pH només experimenta un augment en els dos primers minuts fins a 13.29 i tot seguit els valors disminueixen fins a valors de 10.3. A partir dels 30 minuts, els valors de pH sofreixen petites oscil·lacions sense presentar cap canvi important.

Tenint en compte que la durada no ha estat suficient per veure l’esgotament de una de les dos resines, convé augmentar la concentració inicial de sal en els posteriors assaigs.

L’alçada de la resina humida catiònica és de 195 mm.

L’alçada de la resina humida aniònica és de 195 mm.

En aquest assaig s’han efectuat 22 preses de mostra. En el segon i tercer assaig s’en reduirà el nombre..

El segon assaig té una durada superior al primer: 110 minuts. S’ha gastat un volum de 6.6 litres aprox.

S’utilitza una aigua amb concentració de 1 g NaCl / L H<sub>2</sub>O i pH inicial = 6.55.

El temps necessari per produir-se l’esgotament de la primera resina és de 40 minuts. Els valors de pH i els de conductivitat són els indicadors dels possibles canvis produïts al llarg del procés.

Durant el procés, en els primers dos minuts el pH s’ha incrementat fins a un valor de 11.82. Tot seguit aquest va decrementant cap a un pH proper a 10 i en la meitat de l’etapa baixa fins a 5. Aquesta disminució sobtada en el pH indica l’ esgotament de la resina aniònica, ja que la resina aniònica no treballa a un pH inferior a 9.

Un dels indicadors que marca l’esgotament de la primera resina és l’augment sobtat de la conductivitat des de 68.7 µS/ cm a 378 µS / cm ( pH = 3.29). Aquesta és la aniònica.

A continuació es dur a terme l’esgotament de la segona resina, la catiònica. La seva durada és de 70 minuts.

El pH tendeix a disminuir en els 10 primers minuts fins a un pH = 1.82. A partir d’aquí aquest augmenta a poc a poc al mateix temps que la conductivitat va disminuint, fins arribar a un pH proper a la neutralitat .

Arribat en aquest punt es dona per finalitzada la desmineralització.

L'alçada de la resina humida catiònica és de 190 mm.

L'alçada de la resina humida aniònica és de 183 mm.

Ara s'ha d'efectuar l'esgotament de la segona resina. Per tant, abans de realitzar el tercer assaig, es procedeix a ajustar els intervals de temps utilitzats en aquest assaig.

El tercer assaig té una durada de: 184 minuts. S'ha gastat un volum de 8 litres aprox.

S'utilitza una aigua amb concentració de 1 g NaCl / L H<sub>2</sub>O i pH inicial = 6.35.

Durant el procés, en els primers dos minuts el pH s'ha incrementat fins a un valor de 11.9.

Fins a la meitat del procés el pH disminueix, llavors presenta una petita oscil·lació entre el ( t= 16-20 minuts ) però a continuació baixa cap a valors propers a 3. Un dels indicadors que marca l'esgotament de la primera resina ( aniònica ) és l'augment sobtat de la conductivitat des de 38.4 µS/ cm a 687 µS / cm ( pH = 3.02).

Ara s'ha d'efectuar l'esgotament de la segona resina , la catiònica. La seva durada és de 150 minuts.

A diferència del segon assaig la durada ha augmentat bastant. Cal tenir en compte que l'esgotament de la resina es va efectuar en dos parts, ja que la mostra preparada no era suficient i va ser necessari parar el procés. Això és la causa d'aquest augment de temps tant elevat tot i que en aquest assaig l'evolució del pH ens els primers 70 minuts és més lenta que en l'anterior.

El pH tendeix a disminuir els 10 primers minuts fins a un pH = 1.73. A partir d'aquí aquest moment augmenta més lentament que en el segon assaig al mateix temps que la conductivitat va disminuint, fins arribar a un pH proper a la neutralitat . Amb aquestes condicions es deixa per finalitzada la desmineralització.

L'alçada de la resina humida catiònica és de 205 mm.

L'alçada de la resina humida aniònica és de 185 mm.

Finalment és decideix finalitzar la pràctica de desmineralització en els següents temps fixats en minuts:

- resina aniònica :0,6,10,16,20, 26, 30 i 34
- resina catiònica: 0, 10, 20, 30, 40, 50, 56, 60, 66, 70, 80 i 90

A continuació és respresenta:

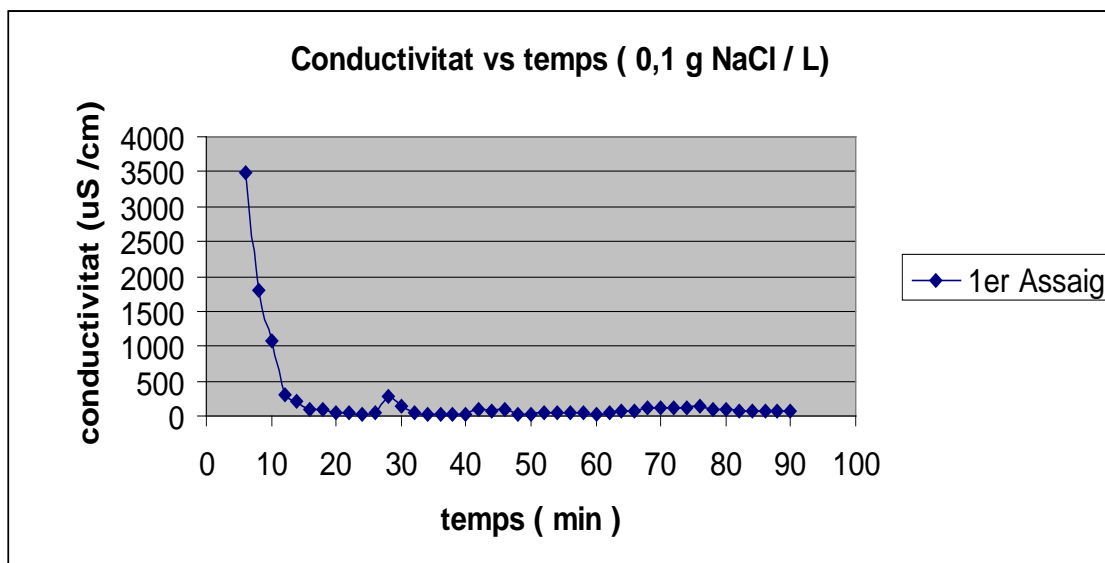
- Conductivitat vs temps
- pH mostra recollida vs temps

Es representarà el primer assaig ( menor concentració ) en un sol gràfic i els altres dos ( major concentració ) en un mateix.

Les representacions que és realitzaran pel segon i tercer assaig, és separen en dos gràfics; un que farà referència a la primer resina esgotada i l’altre per la segona.

A continuació s’adjunten els gràfics comparatius obtinguts:

**a) Conductivitat vs temps**



**Fig nº 10.- Evolució conductivitat vs temps ( 0.1 g NaCl / L )**

Cal despreciar els quatre primers minuts perquè és el que tarda a estabilitzar-se el cabal.

S’observa que amb aquesta concentració de sal, cap de les dues resines presenten esgotament. Es pot comprovar que la conductivitat només disminueix els 10 primers minuts de manera pronunciada i a partir d’aquí els valors s’estabilitzen entre 20-150 uS / cm fins al final del procés.

Per tal que es produís l’esgotament s’hauria d’observar un augment més important en el final de l’etapa. Això indicaria l’inici de l’esgotament d’una de les resines.

Davant d’aquests resultats es decideix augmentar la concentració de NaCl a 1g / L.

## 2on i 3er Assaig

- **Primer Esgotament** : resina aniònica

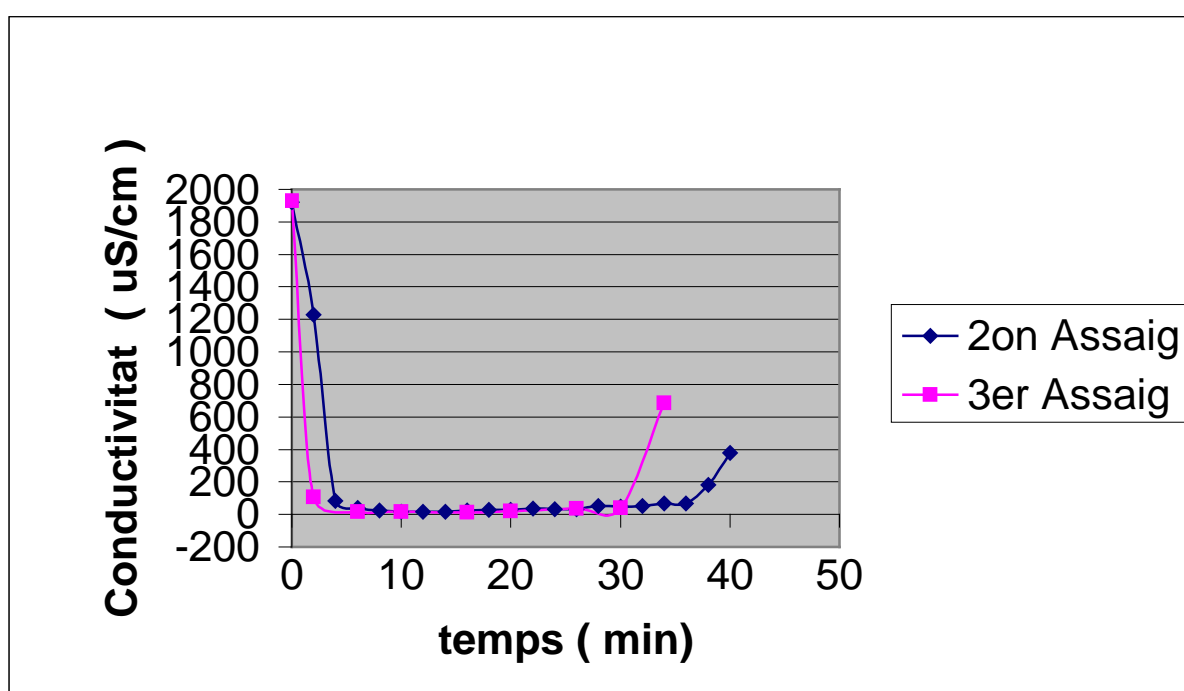


Fig nº 11.- Evolució conductivitat vs temps ( 1g NaCl / L )

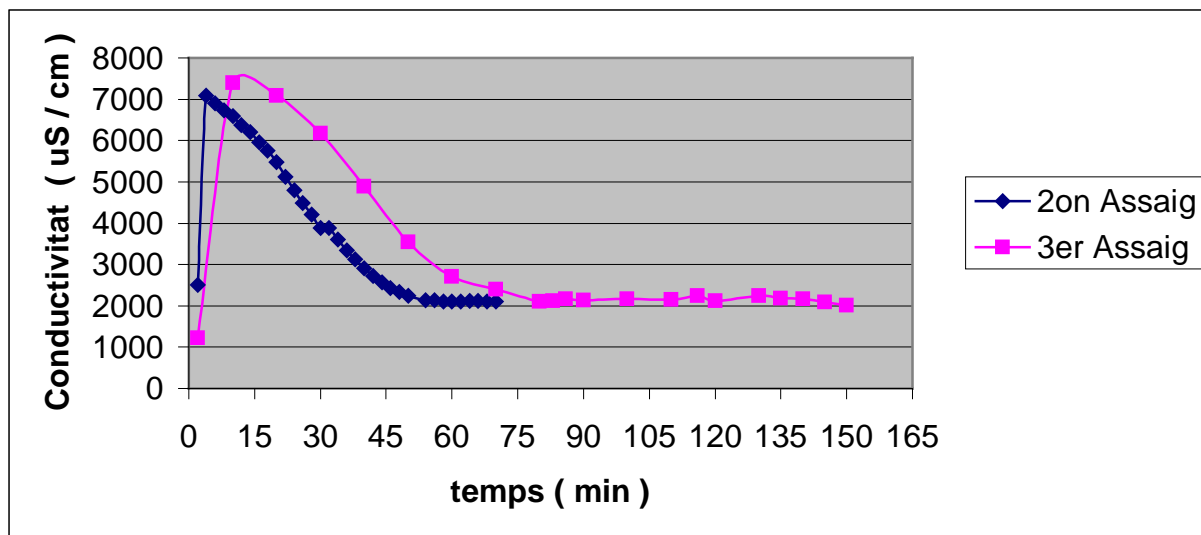
Es desprecien els dos primers minuts pel 2on Assaig perquè és el temps que tarda a establir-se. La conductivitat inicial de la mostra: 1921  $\mu\text{S} / \text{cm}$  (2on Assaig ) i 1930  $\mu\text{S} / \text{cm}$  ( 3er Assaig ).

L’evolució de la conductivitat tant pel segon com el tercer assaig és la mateixa.

A diferència del primer, aquí s’observa un augment important de la conductivitat en la última presa de mostres de cada assaig. Això indica l’inici de l’esgotament d’una de les dues resines. Es pot saber quina és la resina esgotada comparant aquests valors amb els de pH , ja que amb l’augment de la conductivitat el pH presenta un salt important.

Per tant cal establir aquesta concentració com a vàlida per els posteriors assaigs.

- **Segon Esgotament** : resina catiònica



**Fig nº12.- Evolució conductivitat vs temps ( 1 g NaCl / L )**

La mostra només circula per la resina catiònica.

Els dos primers minuts del 2on Assaig i el 3er Assaig s’han despreciat perquè és el que tarda a establir-se el cabal.

Els valors de la conductivitat en l’esgotament de la segona resina evolucionen de diferent manera que en el gràfic anterior. En els primers 10 minuts es produeix un augment de la conductivitat fins als 7000  $\mu\text{S} / \text{cm}$  i a continuació va disminuint progressivament fins a establir-se en valors propers a 2000  $\mu\text{S} / \text{cm}$ .

La zona del gràfic que indica la zona d’establiment de la mostra coincideix amb la recuperació dels valors de pH cap a la neutralitat. Per tant aquests dos paràmetres seran els indicadors de l’ esgotament de la segona resina ( catiònica ).

S’ha arribat al final de la desmineralització i per tant s’obté aigua de qualitat similar a la destil·lada.

A continuació el següent gràfic comparatiu mostra l’evolució completa de l’esgotament durant el segon i tercer assaig:

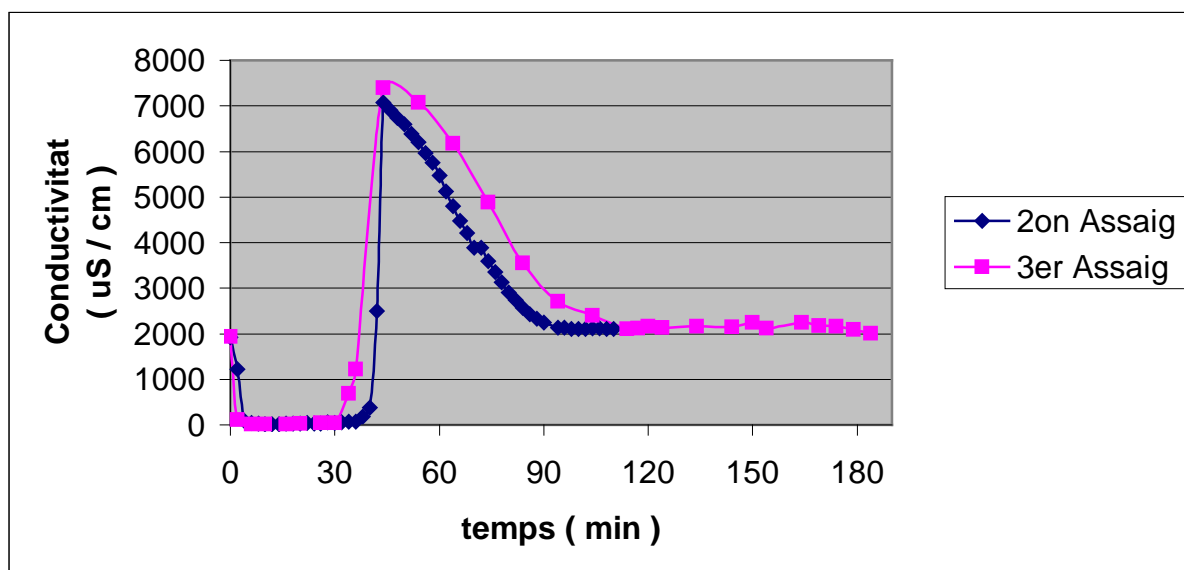


Fig n° 13.- Evolució de l’esgotament vs temps

Amb aquest gràfic es pot veure l’evolució global de l’esgotament de les dues resines. Fins el minut 30 la conductivitat disminueix d’un valor inicial al voltant dels 2000  $\mu\text{S} / \text{cm}$  fins a 200  $\mu\text{S} / \text{cm}$ , això indica l’esgotament de la primera resina (aniònica). A continuació la conductivitat es recupera i torna a augmentar fins els 7500  $\mu\text{S} / \text{cm}$  en el minut 50. Tot seguit comença a disminuir fins a quedar-se estabilitzada en un valor semblant a la conductivitat que es tenia inicialment.

b) pH mostra vs temps

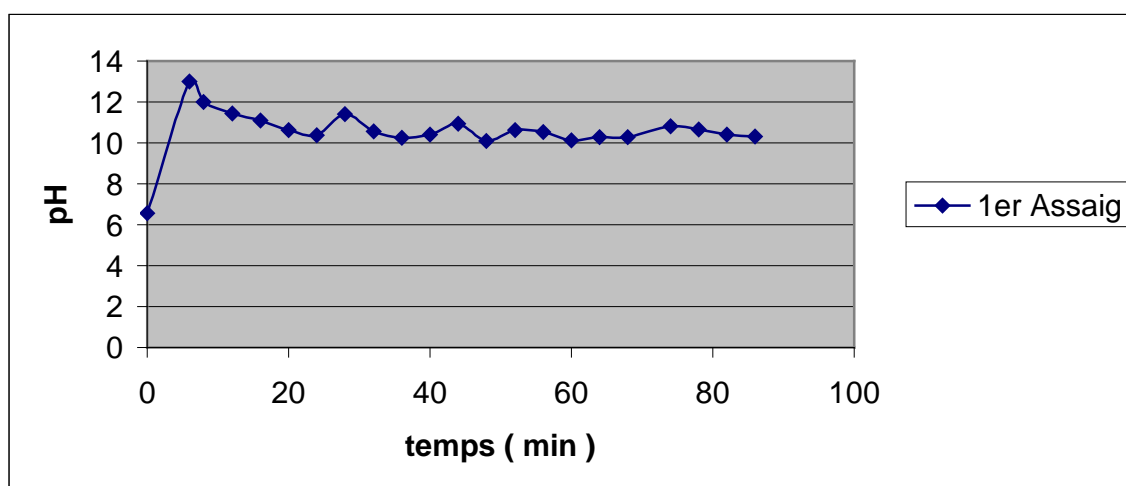


Fig n° 14.- Evolució pH vs temps ( 0.1 g NaCl / L )



L’aigua preparada té un pH inicial de 6.57. L’evolució del pH en els 20 primers minuts és en sentit descendent. Davant d’aquest resultat en el principi de l’assaig sembla que la resina s’acabarà esgotant. Tal i com podem observar, després del  $t = 20$  min, el pH pateix una sèrie d’oscil·lacions entre (  $\text{pH} = 10-11$  ) sense presentar un canvi de pH prou significatiu que indiqui l’esgotament d’una de les dues resines.

Per tant es decideix preparar una mostra més concentrada de manera que és pugui realitzar una correcta desmineralització.

## 2on i 3er Assaig

- **Primer Esgotament** : resina aniònica

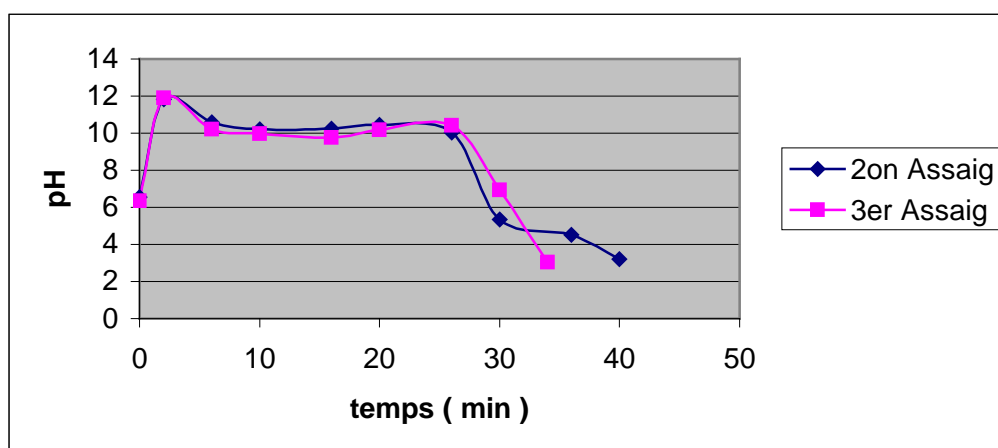


Fig nº 15.- Evolució pH vs temps ( 1 g NaCl / L )

Els pH del segon i tercer assaig són 6.55 i 6.35 respectivament.

En els primers minuts del procés, el pH arriba a valors de 12. Tot seguit fins el minut 26 aproximadament oscil·la entre (  $\text{pH} = 9.7 - 10.6$  ). El canvi important es presenta en el minut 30, quan el pH baixa de cop per sota de 6; a partir d'aquí va disminuint fins a  $\text{pH} = 3$  ( molt àcid ). Aquesta disminució coincideix amb un augment bruscat de la conductivitat.

La resina aniònica sol treballar a valors de (  $\text{pH} = 9 - 13$  ) i aquí el pH és inferior a 9. Per tant això ens indica que l’esgotament produït és el de la resina aniònica. La disminució del pH es degut al complet intercanvi de tots els grups  $\text{OH}^-$  de la resina en el primer esgotament. Ara només queda per neutralitzar els  $\text{H}^+$  generats per la resina catiònica no intercanviats.

Es pot afirmar que la capacitat d’intercanvi de la resina aniònica és inferior a la catiònica i per aquest motiu s’esgota primer.

- **Segon Esgotament** : resina catiònica

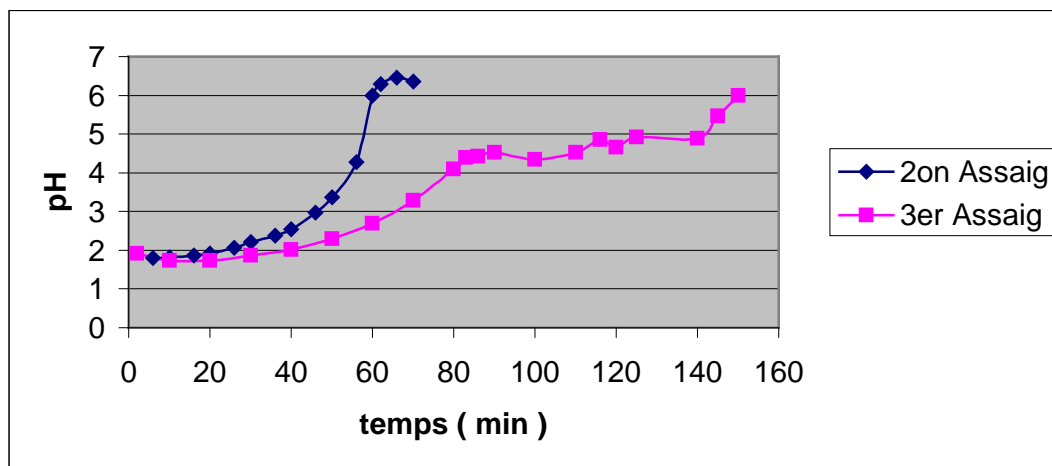


Fig nº 16.- Evolució pH vs temps ( 1 g NaCl / L )

Un cop s’ha esgotat la resina aniònica es para el muntatge i només circula la mostra per la resina catiònica per tal de poder veure l’esgotament.

Aquesta és l’última a esgotar-se i per tant s’observa que té una capacitat d’intercanvi superior a la aniònica.

En la mostra només s’hi troben  $H^+$  ja que tots el  $OH^-$  han sigut intercanviats abans.

El pH parteix dels valors anteriors ( al voltant de 3 ) i tendeix a acostar-se cap a la neutralitat.

Això indica que ja s’han intercanviat tots els  $H^+$  i es comença a obtenir aigua destil·lada.

L’interval de pH en que treballa la resina catiònica ( utilitzada en la pràctica de descalcificació) està comprés entre  $3 \leq pH \leq 7$ . Quan els valors estan propers a 6, indiquen l’esgotament de la resina catiònica. S’ha finalitzat la desmineralització.

Aquests sistemes en que treballen conjuntament una resina catiònica i una de aniònica, fa que es puguin eliminar tots els ions, a excepció del silici i alguna matèria orgànica. L’aigua pura per definició presenta un caràcter àcid i el pH de l’aigua destil·lada està al voltant de  $pH = 5.8$ , valor aconseguit en els assaigs realitzats. Aquesta aigua desmineralitzada és

sensible davant la presència de qualsevol contaminant i reacciona al entrar amb contacte amb el diòxid de carboni fent disminuir el pH al cap de poques hores d’haver finalitzat la desmineralització. D’aquesta manera l’aigua obtinguda es torna una mica més àcida degut a la formació d’àcid carbònic.

A continuació el següent gràfic comparatiu ens mostra l’evolució completa de l’esgotament durant el segon i tercer assaig:

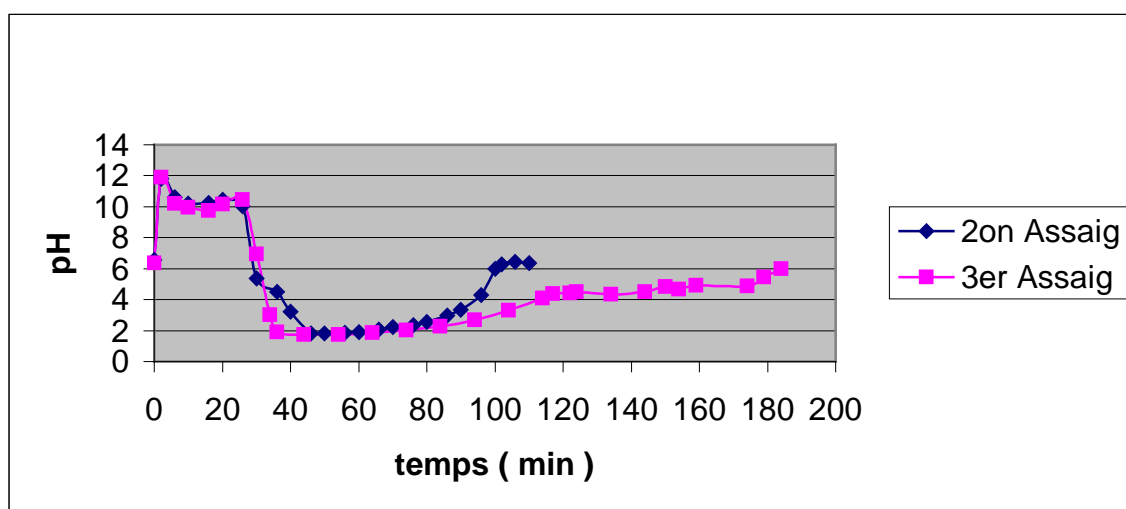


Fig nº17.- Evolució de l’esgotament vs temps

El pH inicial està entre 6.35 pel segon assaig i 6.55 pel tercer assaig. Amb la representació de l’esgotament de les dos resines durant la desmineralització, es pot veure clarament que presenten la mateixa tendència.

Abans de l’esgotament de la primera resina ( aniònica ) el pH arriba a valors de pH = 12 i tot seguit va disminuint per sota de ph < 6, es a dir s’acidifica l’aigua. Això indica que la resina aniònica ( fortament bàsica ) està esgotada i per tant ja ha intercanviat els anions clorur de la mostra preparada. A partir d’aquí només s’ha de treballar amb la resina catiònica.

La desmineralització acaba quan el pH  $\leq$  6, valor adient per una aigua desmineralitzada.

**Taula nº25.- Quadre resum de la posta a punt**

Concentració a descalcificar Volum de la mostra a descalcificar	Conc. Mostra = 1g NaCl / L aigua Volum mostra = 7 L
Cabal de treball	125 L / min = 7.5 L / h
Interval de mostreig ( min )	R.Ani =0,6,10,16,20, 26, 30 i 34 R.Cat = 0,10,20,30,40,50,56 ,60,66,70 ,80 i 90.
Volum mostra recollida	50 mL aprox.
Determinació : 1) pH mostra inicial 2) Conductivitat	25 mL 25 mL

Una vegada vistes les condicions òptimes pel seguiment de la desmineralització de la mostra es procedeix a efectuar la pràctica dins de les pautes marcades en la taula anterior.

## **b) Protocol P4. Desmineralització**

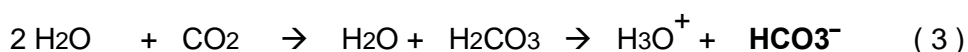
### **- Introducció**

Les resines utilitzades en la desmineralització són la catiònica fortament àcida i l’aniónica fortament bàsica, emprades en les dues pràctiques anteriors.

La combinació de les dues resines permet eliminar els minerals de l’aigua.

L’aigua entra en contacte amb la resina catiònica en forma de (  $H^+$  ), a continuació tots els cations són substituïts per protons. Un cop la mostra preparada està lliure de protons passa a través de la resina aniónica en forma de (  $OH^-$  ) i els anions són intercanviats per hidroxils. Aquests es combinen amb els protons per tal de formar aigua.

Les reaccions que es produeixen són les següents:



Les dos primeres reaccions fan referència al funcionament de la resina, mentre que la tercera és addicional.

La retenció del ió sodi per la resina catiònica no és completa degut a la reversibilitat de la reacció ( 1 ). Per tant en la desmineralització s’aconsegueix una aigua amb un baix contingut salí ( 2 ).

Un inconvenient que presenta la resina aniónica és la necessitat de protegir l’elutit del diòxid de carboni atmosfèric. El  $CO_2$  dissolt reacciona fàcilment amb l’aigua obtinguda per donar àcid carbònic. Aquest afectarà el pH de l’aigua, per tant en les indústries s’instal·la una unitat eliminadora de  $CO_2$  entre les dues columnes d’intercanvi iònic per reduir el gas a pocs ppm de concentració.

Un cop s’arriba en aquest punt es procedeix a regenerar per separat la resina aniónica amb  $NaOH$  i la resina catiònica amb  $HCl$ . Les reaccions es desplaçaran cap a l’esquerre.

El mètode descrit és el més simple per efectuar una desmineralització. L’aigua desmineralitzada substitueix a la destil·lada en molts casos, però com que aquest procés no elimina algunes substàncies orgàniques contingudes en l’aigua, no sempre pot ser apte en totes les volumetries oxidimètriques.

La desmineralització a part d’ utilitzar -se en el laboratori també es pot incloure com a etapa de purificació addicional després d’un procés de destil·lació o bé en l’entrada de les aigües d’una indústria per evitar possibles incrustacions en les conduccions d’alguns aparells causades per les sals.

#### **- Objectius**

En aquesta pràctica s’ estudiarà el procés de desmineralització d’una aigua de menor concentració i una de major concentració, per veure quina concentració és l’adient per observar l’esgotament de les resines al llarg de l’etapa. Tot seguit s’han de determinar les capacitats d’intercanvi de la resina catiònica i aniònica.

Aquest seguiment s’efectuarà a través de l’anàlisi dels canvis de conductivitat i de pH que tenen lloc en l’intercanvi.

#### **- Reactius necessaris**

- Clorur sòdic
- HCl al 35 %
- HCl al 10 %
- HCl ( 0.1 N )
- lleties de NaOH
- NaOH al 5 %
- NaOH (0.1 N )
- aigua destil·lada o desmineralitzada
- H<sub>2</sub>O Mili-Q ( preparació reactius )

Cal la preparació dels següents reactius:

- Aigua mostra ( 7g NaCl / 7 L aigua )
- Solució : 500 mL de NaOH al 5% → a partir de lleties de NaOH
- Solució : 500 mL HCl ( 0.1 N ) → a partir de HCl ( 35% )  
500 mL de HCL al 10 % → “ “

- **Material necessari**

a) Equip autònom de bescanvi iònic

- dipòsit d’aigua tractada
- “ “ desmineralitzada
- “ d’hidròxid sòdic / d’ HCl
- bomba de membrana
- cabalímetre ( 5 L / h )
- columna catiònica / aniònica ( d int. = 16 mm / d ext. = 20 mm / V = 0.16 L )
- conductímetre ( conductivitat = 0 - 19.99  $\mu$ S / T<sup>a</sup> = 0- 50°C / precisió =  $\pm$  2 )

b) Material de vidre

- pipeta 10 mL
- matrau aforat : 50, 200, 500, 1000 mL
- erlenmeyer 100 mL
- 2 pipetes aforades 25 mL
- vas mesurador ( 25 mL )

c) pH-metre

- **Mètode Operatiu**

a) Desmineralització

- Determinació del pH i la conductivitat de l’aigua a desmineralitzar.

- La resina catiònica ha d’estar en forma àcida i la aniònica en forma bàsica, sinò presenten aquesta forma necessiten un rentat previ seguit d’una regeneració i un rentat final.
- Seleccionar el tanc amb l’aigua de la mostra i s’ introdueix la bomba d’aspiració.
- Posicionar les vàlvules segons l’esquema de la Fig. nº 9.
- Connectar la bomba i el conductímetre.
- Introduir en primer lloc l’aigua a tractar preparada anteriorment per la columna de bescanvi catiònic i a continuació per la columna de bescanvi aniònic amb un cabal de 7.5 L / h.
- Efectuar presa de mostres ( volum aprox. 50 mL ) en intervals de :  
0,10,20,30,40,50, 56, 60, 66, 70, 80 i 90 minuts.
- Un cop obtinguda la mostra es mesura el pH i la conductivitat.
- Mesurar l’alçada de les dues columnes humides en les condicions de treball ( mitjançant lectura directa ).
- Realitzar els càlculs corresponents, a fi d’elaborar una taula on es pugui visualitzar l’evolució dels corresponents valors en funció del temps.

b) Rentat a contracorrent previ

b1) Resina catiònica

- Seleccionar el tanc d’aigua destil·lada i introduir la bomba d’aspiració.
- Posicionar les vàlvules segons l’esquema de la Fig. nº 18 ( Apartat 3.3.4.).
- Connectar la bomba i el conductímetre.
- Regular l’entrada del cabal a 6-8 L / h
- Anotar el valor de conductivitat de les mostres que indica el conductímetre al llarg del mostreig.

b2) Resina aniònica

- Seleccionar el tanc d’aigua destil·lada i introduir la bomba d’aspiració.
- Posicionar les vàlvules segons l’esquema de la Fig. nº 19 ( Apartat 3.3.4. ).
- Connectar la bomba i el conductímetre.



- Regular l’entrada de cabal a 6-8 L / h.
- Anotar el valor de conductivitat de les mostres que indica el conductímetre al llarg del mostreig.

c) Regeneració

c1) Resina catiònica

- Preparar un volum de solució regenerant de: ( 500 mL d’HCl al 10 % ) i ( 7.1 mL HCl al 35%, enrassats amb 100 mL d’Aigua Mili-Q).
- Seleccionar el tanc amb la solució regenerant i introduir la bomba d’aspiració.
- Posicionar les vàlvules segons l’esquema de la Fig. nº 20 ( Apartat 3.3.4 ).
- Connectar la bomba i el conductímetre.
- Regular el cabal a 8 L / h.
- Mesurar la conductivitat i el pH en la presa de mostres i anotar el volum consumit d’NaOH ( 0.1 N ) en la valoració amb fenoftaleïna.

c2) Resina aniònica

- Preparar un volum de la solució regenerant ( NaOH 5 % ) de 500 ml.
- Seleccionar el tanc amb la solució regenerant i introduir la bomba d’aspiració.
- Posicionar les vàlvules seguint el mateix esquema que l’etapa de suavitzat Fig.nº 21 ( Apartat 3.3.4. ).
- Connectar la bomba i el conductímetre.
- Regular el cabal a 3 L / h.
- Mesurar la conductivitat i el pH en la presa de mostres i anotar el volum consumit d’HCl ( 0.1 N ) en la valoració amb taronjat de metil.

d) Rentat Final

d1) Resina catiònica

- Seleccionar el tanc amb aigua destil·lada i intoduir la bomba d’aspiració.

- Obrir les vàlvules segons l’esquema de la Fig. nº 20 ( Apartat 3.3.4. ).
- Connectar la bomba i el conductímetre.
- Regular l’entrada de cabal a 6-8 L / h.
- Anotar el valor de conductivitat i el pH de les mostres que indica el conductímetre al llarg del mostreig.
- Fer la valoració amb NaOH ( 0.1 N ), fenoftaleïna i anotar el volum consumit de base.

d2) Resina aniònica

- Seleccionar el tanc d’aigua destil·lada i introduir la bomba d’aspiració.
- Obrir les vàlvules segons l’esquema de la Fig. nº 21 ( Apartat 3.3.4. ).
- Connectar la bomba i el conductímetre.
- Regular l’entrada de cabal a 6-8 L / h.
- Anotar el valor de conductivitat i el pH de les mostres que indica el conductímetre al llarg del mostreig.
- Fer la valoració amb HCl ( 0.1N ), taronjat de metil i anotar el volum consumit d’àcid.

- **Presentació de resultats**

- 1) Representar l’evolució del pH i la conductivitat en funció del temps de les dues resines esgotades.
- 2) Considerant el diàmetre de la columna ( 20 mm ), l’alçada de cada resina humida i el nº de meq intercanviats de l’aigua preparada, determinar la capacitat d’intercanvi de cada resina segons:

- $\text{Meq} / \text{L} = 10^{-3} \wedge \text{pH}$
- $\text{N}^\circ \text{ meq intercanviats} = \text{meq} / \text{L} * \text{V} ( \text{ litres } )$
- $\text{Volum resina humida} ( \text{ litres } ) = \pi * ( d / 2 )^2 * \text{altura}$
- $\text{Capacitat d’intercanvi} = \frac{\text{meq intercanviats}}{\text{V.resina humida}}$

- 3) Quina de les dues resines s’ha esgotat primer? Raona-ho, tot ajudant-te dels valors obtinguts en les mesures de pH i conductivitat en l’etapa de desmineralització.
  
- 4) Conclusions.

## RESPOSTA A LES PREGUNTES DINS DEL PROTOCOL DE LA PRÀCTICA DE DESMINERALITZACIÓ

1) Els gràfics estan fets en la part de la Preparació Pràctica.

2) Exemple de càlcul de la capacitat d’intercanvi de la resina:

S’han utilitzat les dades corresponents al 3er Assaig

- Diàmetre de la columna : 20 mm
- Alçada de la resina humida catiònica : 205 mm
- Alçada de la resina humida aniònica : 185 mm
- Massa de clorur sòdic = 8 g ( Per un volum gastat de 8 litres )

$$\begin{aligned}\text{Volum de resina humida catiònica} &= \pi \cdot (d \text{ ( m )} / 2)^2 \cdot \text{altura ( m )} \\ &= \pi \cdot (0.02 \text{ m} / 2)^2 \cdot 0.205 = 2.05 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3 = 0.0205 \text{ L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Volum de resina humida aniònica} &= \pi \cdot (d \text{ ( m )} / 2)^2 \cdot \text{altura ( m )} \\ &= \pi \cdot (0.02 \text{ m} / 2)^2 \cdot 0.185 = 1.85 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3 = 0.0185 \text{ L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Capacitat d’intercanvi resina catiònica} &= \frac{\text{massa de clorur sòdic}}{\text{V.resina humida}} = \text{meq} / \text{L} \\ &= 136.75 \text{ meq} / 0.0205 \text{ L} = \mathbf{6670.73 \text{ meq} / \text{L NaCl}}\end{aligned}$$

$$8\text{g NaCl} \cdot \frac{1 \text{ mol NaCl}}{58.5 \text{ g}} \cdot \frac{1 \text{ eq NaCl}}{1 \text{ mol NaCl}} \cdot \frac{1000 \text{ meq NaCl}}{1 \text{ eq NaCl}} = 136.75 \text{ meq NaCl}$$

$$\begin{aligned}\text{Capacitat d’intercanvi resina aniònica} &= \frac{\text{massa de clorur sòdic}}{\text{V.resina humida}} = \text{meq} / \text{L} \\ &= 136.75 \text{ meq} / 0.0185 \text{ L} = \mathbf{7391.89 \text{ meq} / \text{L NaCl}}\end{aligned}$$

**3)** La primera resina esgotada és la aniònica. Amb el control de la conductivitat i el pH s’ha pogut observar l’evolució general de les dues resines. Quan la conductivitat disminueix el pH augmenta. Segons la conductivitat, en els primers 10 minuts tendeix a disminuir fins a  $20 \mu\text{S} / \text{cm}$ , i quan es recupera, ens indica que l’esgotament de la primera resina comença a ser present. Al mateix temps en el minut 10 (  $\text{pH} = 12$  ) i a partir d’aquí descendeix cap a  $\text{pH} < 3$ . Amb l’evolució del pH cap a valors d’acidesa, podem dir que la resina aniònica és la primera a esgotar-se ja que la seva zona de treball està compresa entre  $9 < \text{pH} < 13$  ( la zona bàsica).

Un cop s’ha esgotat la primera resina, s’ha de fer passar la resta de mostra només per la columna catiònica. En l’última etapa de la desmineralització el pH torna a augmentar tot retornant a valors de  $\text{pH} \leq 6$  i s’estabilitza en aquests. La conductivitat presenta una punta de  $7000 \mu\text{S} / \text{cm}$  en el minut 40 aproximadament i a partir d’aquí comença a disminuir. Per tant l’esgotament de la segona resina comença a visualitzar-se, tot evolucionant la conductivitat cap a una estabilitat en els  $2000 \mu\text{S} / \text{cm}$ . Amb aquests resultats es deixa per finalitzada la desmineralització.

### **3.3.4. REGENERACIÓ RESINA CATIÒNICA I ANIÒNICA**

#### **- Rentat previ a contracorrent ( resina catiònica )**

##### **1.- Explicació del muntatge**

Primer s’ha de posar aigua destil·lada dins del dipòsit d’aigua desmineralitzada i tot seguit cal introduir la bomba. Aquesta aspira l’aigua fent-la passar a través del cabalímetre i de la vàlvula AVT-1.

Arribat en aquest punt el líquid es dirigeix cap a la vàlvula AV-8 i a continuació surt per la vàlvula AV- 6 i AVT- 4 respectivament. Des d’aquí l’afluent entra per la part inferior de la resina catiònica, surt per la part superior en direcció a la vàlvula AV-3 i després la mostra tractada passa per la vàlvula AV-2.

Tot seguit, l’aigua baixa fins a la vàlvula AVT- 5. Aquest punt ens indica el final de l’etapa de rentat previ i amb l’ajuda del conductímetre es pot mesurar la conductivitat obtinguda en el mostreig.

##### **2.- Esquema del muntatge**

L’esquema corresponent està dins la carpeta Esquemes.

### 3.- Taules obtingudes

En el primer assaig no es va efectuar cap Rentat previ, ja que la concentració de sal emprada era inferior a la del 2on i 3er Assaig i per tant no afectava en els posteriors assaigs.

**Taula nº 26.- Valors obtinguts en el 2on Assaig**

<b>t(min)</b>	<b>Conductivitat ( <math>\mu</math>S / cm )</b>
0	13870
5	411
10	101,5
12	74,4
14	62,8
18	44,4
20	39,2
22	36,1
25	32,6

**Taula nº 27.- Valors obtinguts en el 3er Assaig**

<b>t(min)</b>	<b>Conductivitat ( <math>\mu</math>S / cm )</b>
0	18560
5	270
10	111,4
12	55,2
14	44,1
18	34,8
20	32,7
22	31,4
25	30,7

### 4.- Conclusions

Despreciar els cinc primers minuts, temps que tarda a estabilitzar-se l’ aparell. Alhora d’efectuar el rentat previ per la resina catiònica es començarà a agafar la primera mostra en el t = 2 minuts.

El 2on Assaig realitzat va ser de tempteig i ens va servir per establir una durada pel següent. El rentat previ a contracorrent es fa abans de regenerar la resina per eliminar qualsevol resta



de la dissolució preparada inicialment. Consisteix en fer circular aigua destil·lada per la resina per tal de fer disminuir la conductivitat ja que en el final de la desmineralització es troba entre valors de 2111-2010  $\mu\text{S}$  . S’aconsegueix reduir aquest paràmetre fins a valors propers a 30  $\mu\text{S}$  / cm.

El temps de durada d’aquest procés és de 25 minuts.

- **Rentat previ a contracorrent ( resina aniònica )**

1.- Explicació del muntatge

Primer s’ha de posar aigua destil·lada dins del dipòsit d’aigua desmineralitzada i tot seguit introduir-hi la bomba. Aquesta aspira l’aigua fent-la passar a través del cabalímetre i de la vàlvula AVT-1.

Arribat en aquest punt el líquid es bifurca en la vàlvula AVT-2 tot dirigint-se cap a la vàlvula AV-8 i a continuació per la vàlvula AV-7. Des d’aquí l’afluent entra per la part inferior de la resina aniònica i surt per la part posterior en direcció a la vàlvula AVT – 3 i després la mostra tractada passa per la AV-4.

Tot seguit, l’aigua travessa la vàlvula AV-2 i baixa fins a la vàlvula AVT- 5. Aquest punt ens indica el final de l’etapa de rentat i amb l’ajuda del conductímetre es pot mesurar la conductivitat obtinguda en el mostreig.

2.- Esquema del muntatge

L’esquema corresponent està dins el document Esquemes.

### 3.- Taules obtingudes

En el primer assaig no es va efectuar cap Rentat previ ja que la concentració de sal emprada era inferior a la del 2on i 3er Assaig i per tant no afectava en els posteriors assaigs.

**Taula nº28.- Valors obtinguts en el 2on Assaig**

<b>t(min)</b>	<b>Conductivitat (<math>\mu</math>S / cm )</b>
0	1641
5	309
10	325
11	-
12	-
13	170,6
14	-
15	-
17	147,2
19	112,4
21	80,4
23	50,9

**Taula nº 29.- Valors obtinguts en el 3er Assaig**

<b>t(min)</b>	<b>Conductivitat (<math>\mu</math>S / cm )</b>
0	1834
5	326
10	190
11	-
12	-
13	-
14	14,5
15	16
17	-

### 4.- Conclusions

El 2on Assaig realitzat va servir per establir un temps determinat de funcionament.

El rentat previ a contracorrent es fa abans de regenerar la resina per eliminar qualsevol resta

de la dissolució preparada inicialment. Consisteix en fer circular aigua destil·lada per la resina per tal de fer disminuir la conductivitat ja que en el final de l’etapa de suavitzat aquesta té uns valors de ( 2111-2010  $\mu\text{S/cm}$ ).

El temps de durada establert per aquest procés és de 15-20 minuts, i s’aconsegueix fer disminuir la conductivitat fins a valors propers als 16  $\mu\text{S/cm}$  ( 3er Assaig ).

## **- Regeneració ( resina catiònica )**

### **1.- Explicació del muntatge**

Només han d’estar totalment obertes quatre vàlvules: AV-1, AV-3, AV-6, i AV-9, ja que només es treballa amb la resina aniònica. S’utilitza el dipòsit : HCl.

La mostra d’àcid a tractar s’aspira mitjançant una bomba fins arribar al cabalímetre. Amb l’ajuda de la clau de regulació d’aquest entra el cabal necessari de base en el sistema.

Un cop s’ha arribat en el punt anterior, el líquid passa a través de les vàlvules AVT-1, AVT-2 i després es dirigeix cap a la vàlvula AV-1. Surt per la AV-3 i entra l’eluent per la part superior de la columna catiònica.

Després d’haver-se produït l’intercanvi iònic en la resina de la columna, el líquid entra per la vàlvula AVT-4 i AV-6 i surt per la AV-9.

Arribats en aquest punt, el cabal va al dipòsit ( Aigua tractada ).

Per tal de comprovar el bon funcionament de la resina en l’obtenció d’una aigua adient es disposa d’una cèl·lula de conductivitat que ens mesura directament la conductivitat d’aquesta solució utilitzada.

### **2.- Esquema del muntatge**

L’esquema corresponent està dins el document Esquemes.

### 3.- Taules obtingudes

En el primer assaig no es va efectuar cap Regeneració, ja que la concentració de sal emprada era inferior a la del 2on i 3er Assaig i per tant no afectava en els posteriors assaigs

**Taula nº 30.- Valors obtinguts en el 2on Assaig**

Temps (min)	Conductivitat (µS / cm)	pH mostra	mL NaOH ( 0.1 N ) consumits
0	38,8	11,62	0
2	66,3	10,21	0.2
4	6950	7,41	0.3
6	106000	0,85	0.5
8	Fora de rang	-0,31	> 50
10	"	-0,56	> 50
13	-	-	-
15	Fora de rang	-0,48	> 50
17	-	-	-
18	-	-	-

V.mostra emprat = 25 mL

**Taula nº 31.- Valors obtinguts en el 3er Assaig**

Temps ( min )	Conductivitat (µS / cm)	pH mostra	ml NaOH ( 0,1 N ) consumits
0	61.2	10,38	0,1
2	70,5	8,31	0,2
4	101,8	7,88	0,2
6	6320	6,93	0,3
8	137000	0,05	>50
10	-	-	-

V.mostra emprat = 25 mL

### 4.- Conclusions

La regeneració serveix per tornar el caràcter àcid que tenia la resina a l’inici tot utilitzant una dissolució concentrada de HCl al 10% ja que s’ha treballat amb una resina catiònica d’àcid

fort. Aquesta etapa és molt important que sigui eficient perquè d’ella dependrà el posterior bon funcionament de la resina.

S’han mesurat una sèrie de paràmetres durant el mostreig: conductivitat, pH mostra recollida i volum consumit de NaOH.

La conductivitat inicial en els primers minuts està al voltant dels 60  $\mu\text{S} / \text{cm}$  i s’observa un increment brusc un cop arriba als 6000  $\mu\text{S} / \text{cm}$ . Aquest salt de conductivitat coincideix amb el canvi de pH, quan passa de  $\text{pH} = 7$  a valors de  $\text{pH} < 1$ .

Es pot afirmar que a mesura que el pH disminueix, la conductivitat augmenta i el volum de NaOH experimenta un augment sobtat quan el  $\text{pH} < 1$ .

Arribats en aquest punt es deixa la regeneració per finalitzada.

Durada del procés: 10 min.

## **- Regeneració ( resina aniònica )**

### **1.- Explicació del muntatge**

Només han d’estar obertes quatre vàlvules: AV-1, AV-4, AV-7, i AV-9, ja que només es treballa amb la resina aniònica. S’utilitza el dipòsit : NaOH.

La mostra de base a tractar s’aspira mitjançant una bomba fins arribar al cabalímetre. Amb l’ajuda de la clau de regulació d’aquest entra el cabal necessari de base en el sistema.

Un cop s’ha arribat en el punt anterior, el líquid passa a través de les vàlvules AVT-1, AVT-2 i després cap a la vàlvula AV-1. Surt per la AV-4 en direcció cap a la columna aniònica.

Una vegada s’ha produït l’intercanvi iònic en la resina de la columna, el líquid entra per la vàlvula AV-7 i surt per la AV-9.

Arribats en aquest punt, el cabal es dirigeix cap al dipòsit ( Aigua tractada ).

Per tal de comprovar el bon funcionament de la resina en l’obtenció d’una aigua adient es disposa d’una cèl·lula de conductivitat que ens mesura directament la conductivitat d’aquesta solució utilitzada.

### **2.- Esquema del muntatge**

L’esquema corresponent està dins el document Esquemes.



3.- Taules obtingudes

En el primer assaig no es va efectuar cap Regeneració, ja que la concentració de sal emprada era inferior a la del 2on i 3er Assaig i per tant no afectava en els posteriors assaigs.

**Taula nº 32.- Valors obtinguts en el 2on Assaig**

<b>Temps ( min)</b>	<b>Conductivitat ( <math>\mu</math>S / cm)</b>	<b>pH mostra</b>	<b>ml HCl ( 0,1 N) consumits</b>
0	533	3,12	0,6
2	382	3,22	0,8
3	90,5	3,63	1
4	303	4,03	1,1
6	90700	13,57	> 25
7	-	-	-

V.mostra emprat = 25 mL

**Taula nº 33.- Valors obtinguts en el 3er Assaig**

<b>Temps ( min)</b>	<b>Conductivitat ( <math>\mu</math>S / cm)</b>	<b>pH mostra</b>	<b>ml HCl ( 0,1 N) consumits</b>
0	188,8	3,68	0,4
2	41,4	4,98	0,5
3	33,3	6,7	0,6
4	21	-	-
6	810	8,18	0,8
7	34300	12,49	3,8

V.mostra emprat = 25 mL

4.- Conclusions

La regeneració serveix per tornar el caràcter bàsic que tenia la resina a l’inici tot utilitzant una dissolució concentrada de NaOH al 5% ja que s’ha treballat amb una resina aniónica fortament bàsica. Aquesta etapa és molt important que sigui eficient perquè d’ella dependrà el posterior bon funcionament de la resina.

S’han mesurat una sèrie de paràmetres durant el mostreig: conductivitat, pH mostra recollida i volum HCl consumit en el procés.

La conductivitat disminueix els primers tres minuts i després augmenta rapidament al mateix temps que ho fa el pH. Cal vigilar que els valors de pH no passin de 12 perquè la regeneració s’efectua en només 6 i 7 minuts. Un dels paràmetres a tenir en compte és la conductivitat ja que quan està propera a 30000  $\mu$ S ja està a un pH  $\leq$  12 i es pot deixar per finalitzada la Regeneració.

- **Rentat final ( resina catiònica )**

1.- Explicació del muntatge

El mateix que en la Regeneració.

2.- Esquema del muntatge

El mateix que en la Regeneració.

3.- Taules obtingudes

En el primer assaig no es va efectuar cap Rentat final, ja que la concentració de sal emprada era inferior a la del 2on i 3er Assaig i per tant no afectava en els posteriors assaigs.

**Taula nº34.- Valors obtinguts en el 2on Assaig**

Temps ( min)	Conductivitat ( $\mu$ S / cm)	pH mostra	ml NaOH ( 0,1 N) consumits
4	Fora de rang	-	-
5	"	-	-
6	"	-0.52	> 50
9	"	-	-
11	214000	-0.03	> 50
13	137000	0.4	30
16	33900	0.92	26.5
20	17890	1.19	-
25	11290	1.46	6.5
30	9380	1.57	-
35	8740	1.63	5.7
40	8480	1.64	5.7
45	8140	1.75	5.5
47	3030	2.01	2.6
49	2760	1.93	2.6
51	407	2.67	0.7

V.mostra emprat = 25 mL

**Taula nº35.- Valors obtinguts en el 3er Assaig**

Temps ( min)	Conductivitat ( $\mu$ S / cm)	pH mostra	ml NaOH ( 0,1 N) consumits
4	Fora de rang	-	-
5	"	-	-
6	"	-	-
9	"	-0,84	-
11	"	-0,8	-
13	"	-0,59	-
16	187000	-0,12	> 25
20	80500	0,37	> 25
25	18890	1,17	12
30	8480	1,72	5,8
35	5350	1,79	3,5
40	5080	1,84	3
45	4750	"	3
47	-	-	-
49	4240	1,9	2,5
55	3930	1,97	"
65	3760	1,95	2,2
75	3410	2,01	"
85	2880	2,09	1,9
90	2610	2,16	1,7

V.mostra emprat = 25 mL

#### 4.- Conclusions

La seva finalitat es eliminar qualsevol resta de substància procedent de la solució regenerant utilitzada. Durant el mostreig s’han mesurat els mateixos paràmetres citats en l’apartat de Regeneració.

S’observa una disminució de conductivitat que ens indica que a mesura que avança el temps, el rentat funciona bé tot eliminant possibles restes de solució regenerant.

L’ etapa de regeneració finalitzava amb valors de pH de la mostra inicial  $\leq 1$  i ara el pH torna a augmentar cap a valors de 2.16.

El volum de sosa consumit va disminuint en funció del temps.

La durada del procés és entre 50 - 90 min, però quan la conductivitat arriba per sota de 2600  $\mu\text{S}$  ens indica que el Rentat Final ha arribat a la seva fi.

#### **Rentat Final ( resina aniònica )**

##### 1.- Explicació del muntatge

El mateix que en la Regeneració.

##### 2.- Esquema del muntatge

El mateix que en la Regeneració.

##### 3.- Taules obtingudes

En el primer assaig no es va efectuar cap Rentat Final, ja que la concentració de sal emprada era inferior a la del 2on i 3er Assaig i per tant no afectava en els posteriors assaigs.

**Taula nº 36.- Valors obtinguts en el 2on Assaig**

<b>Temps ( min)</b>	<b>Conductivitat (µS / cm)</b>	<b>pH mostra</b>	<b>ml HCl ( 0,1 N) consumits</b>
0	163900	13,9	> 50
2	178200	13,86	"
5	154200	13,96	"
7	93800	13,88	"
9	26700	13,48	> 25
11	5260	13,07	7
14	1816	12,6	3
17	1485	12,53	2,7
21	650	12,06	1,2
25	577	12,01	1.2
30	518	11,95	1
36	500	11,93	0,9
40	469	11,91	0.9
50	427	11,86	0,8
55	343	11,76	0,7
65	331	11,74	0.7
75	268	11,64	0,6
85	248	-	0.6
95	232	11,55	0,5
2	475	12,01	1,2
5	149,5	11,39	0,6
7	93	11,15	0,5
9	85,3	11,1	0.5
11	103	11,28	0,6
14	69,4	11,03	0,5
17	67,2	11	0.5
19	64,4	10,98	0,4

V.mostra emprat = 25 mL

Taula nº 37.- Valors obtinguts en el 3er Assaig

Temps ( min)	Conductivitat (µS / cm)	pH mostra	ml HCl ( 0,1 N) consumits
0	142300	13,94	> 25
2	180100	14,02	"
5	13500	14,08	"
7	119700	14,01	"
9	30000	13,77	"
11	4210	12,76	4,5
14	1554	12,19	2,3
17	904	12,04	1,7
21	1474	12,32	2,4
25	1700	12,59	3
30	1149	12,42	2,4
36	1036	12,27	2,2
40	1010	12,37	2
50	713	12,16	1,5
55	685	12,24	1,9
65	325	11,85	1
75	255	11,66	0,7
85	208	10,93	0,7
95	162,5	-	0,5
100	-	-	-
102	153,8	10,66	0,4
105	-	-	-

V.mostra emprat = 25 mL

#### 4.- Conclusions

La seva finalitat és l’ eliminació de qualsevol resta de substància procedent de la solució regenerant utilitzada. Durant el mostreig cal mesurar els mateixos paràmetres citats en l’apartat de Regeneració.

S’observa una disminució de conductivitat a mesura que avança el temps, això vol dir que s’estan eliminant les possibles restes de solució regenerant.

L’etapa de regeneració finalitza amb valors de ( pH = 12.5-13.5 ) i en aquesta etapa s’aconsegueix disminuir el pH fins a valors de 10.66 ( 3er Assaig). Quan el pH < 11, el volum de HCL també disminueix per sota de 1 mL. Per tant el pH i el volum consumit d’àcid indiquen que el Rentat Final s’ ha acabat.

Aquesta etapa és la que requereix més temps : 100 -114 min.

**Taula nº 38.- Quadre de la posta a punt de la resina catiònica**

<b>Rentat previ a contracorrent</b>	
Cabal de treball	6-8 L / h
Intervals de mostreig (min)	0,5,10,12,14,18,20,22 i 25
Posicions del muntatge	AV-1, AV-4,AV-7, AV-9 → tancat AV-3, AV-2, AV-6,AV-8 → obert
<b>Regeneració</b>	
Cabal de treball	8 L / h
Intervals de mostreig (min)	0, 2, 4, 6, 8 i 10
Posicions del muntatge	AV-1,AV-3, AV-6, AV-9 → tancat AV-2, AV-4, AV-7, AV-8 → obert
Volum mostra	50 mL
<b>Rentat Final</b>	
Cabal de treball	6-8 L / h
Intervals de mostreig (min)	0, 4, 5, 6, 9, 11, 13, 16, 20, 25, 30 i 35
Posicions del muntatge	AV-1,AV-3, AV-6, AV-9 → tancat AV-2, AV-4, AV-7, AV-8 → obert
Volum mostra	50 mL

**Taula nº 39.- Quadre de la posta a punt de la resina aniònica**

<b>Rentat previ a contracorrent</b>	
Cabal de treball	6-8 L / h
Intervals de mostreig (min)	0,5,10,11,12,13,14,15 i17
Posicions del muntatge	AV-1, AV-3,AV-5, AV-6, AV-9 → tancat AV-2, AV-4, AV-7,AV-8 → obert
<b>Regeneració</b>	
Cabal de treball	3 L / h
Intervals de mostreig (min)	0, 2, 3, 4, 6 i 7
Posicions del muntatge	AV-2,AV-3, AV-5, AV-6, AV-8 → tancat AV-1, AV-4, AV-7, AV-9 → obert
Volum mostra	50 mL
<b>Rentat Final</b>	
Cabal de treball	6-8 L / h
Intervals de mostreig (min)	0, 4, 5, 6, 9, 11, 13, 16, 20, 25, 30 i 35
Posicions del muntatge	AV-2,AV-3, AV-5, AV-6, AV-8 → tancat AV-1, AV-4, AV-7, AV-9 → obert
Volum mostra	50 mL



#### 4.- PRESSUPOST

##### Partida personal

a) 1 Tècnic Químic expert en Anàlisi Químic de l' Aigua per efectuar l'anàlisi i resultats:

	<u>Hores</u>	<u>Preu / unitat</u>	<u>Total</u>
- Suavitzat d'aigües dures	13	10 euros / h	130 euros
- Rentat i Regeneració de resina catiònica	19	"	190 euros
- Desmineralització	16	"	160 euros
- Rentat i Regeneració de resina catiònica / aniònica.	21	"	210 euros

b) 1 Secretària per la redacció dels informes:

- Suavitzat d'aigües dures	3	8 euros /h	24 euros
- Rentat i Regeneració de resina catiònica	2	"	16 euros
- Desmineralització	3	"	24 euros
- Rentat i Regeneració de resina catiònica / aniònica	3	"	24 euros

c) Material

1.- Laboratori

##### Material Fungible:

	<u>Unitat</u>	<u>Preu / unitat</u>	<u>Total</u>
1.1- Reactius :			
- acetat de calci	500 g	5 euros / u	5 euros
- trietanolamina	100 mL	2,38 euros / u	2,38 euros
- EDTA 0.1 M ( sal disòdica 2 – hidratat)	1 Kg	63.1 euros / u	63,1 euros
- Pastilles tampó Merck			
- HCl ( 37 % )	1 L	9,63 euros / u	9,63 euros
- Aigua destil·lada	90 L	1 euro / u	90 euros
- Aigua mili-Q	5 L	1,5 euros / u	7,5 euros

	<u>Unitat</u>	<u>Preu / unitat</u>	<u>Total</u>
- Fenoftaleïna	500 g	7,9 euros / u	7,9 euros
- Clorur de sodi	100 g	113,15 euros / u	113,15 euros
- Ataronjat de metil	100 g	30,9 euros / u	30,69 euros
- Llenties de NaOH	1 Kg	13,56 euros / u	13,56 euros
- NaOH ( 0.1 N )	1 L	11,58 euros / u	11,58 euros
1.2- Material Vidre			
- pipeta ( 10 mL )	1	6 euros / u	6 euros
- matrau aforat :			
50 mL	1	20 euros / u	20 euros
200 mL	1	23 euros / u	23 euros
500 mL	1	27 euros / u	27 euros
1000 mL	1	50 euros / u	50 euros
- Erlenmeyer ( 100 mL )	15	6 euros / u	90 euros
- Pipeta aforada ( 25 mL )	1	4,5 euros / u	4,5 euros
- Vas mesurat ( 25 mL )	1	2 euros / u	2 euros
- Vas de precipitats			
100 mL	2	5,25 euros / u	10,5 euros
500 mL	1	6 euros / u	6 euros
1.3- Equips			
- pH – metre	1	400 euros / u	400 euros
( - amort. Acum)			40 euros
- Conductímetre	1	600 euros / u	600 euros
( - amort. Acum )			60 euros
- Equip de bescanvi iònic	1	5775.86 euros / u	5.775,86 euros
( - amort. Acum)			577,59 euros
2.- Material d'Oficina			
- Suport paper , impressió	500	7,50 euros / u	7,50 euros
- Suport Informàtic ( CD )	5	0,25 euros / u	1,25 euros
<b>TOTAL</b>			<b>7.478,51 euros</b>

	<u>Hores</u>	<u>Preu / unitat</u>	<u>Total</u>
Partida personal			
a) 1 Tècnic Químic expert en Anàlisi Químic de l' Aigua per efectuar l'anàlisi i resultats:	69 h	10 euros / u	690 euros
b) 1 Secretària per la redacció d'informes	11 h	8 euros / u	88 euros
			<u>Total</u>
c) Material			
1.- Laboratori			
Material fungible			
1.1.- Reactius			354,49 euros
1.2.- Material vidre			239 euros
1.3.- Equips			6.098,27 euros
2.- Material d'oficina			8,75 euros
<b>TOTAL</b>			<b>7.478,51 euros</b>

## **5.- DIAGRAMA DE GHANT**

Està dins el full Excel : Diagrama Ghant.

## 6.- CONCLUSIONS

Una vegada efectuada la posta a punt del muntatge i veient l'evolució de les diferents proves realitzades es pot concloure que:

1.- Donat que la previsió de la realització de les pràctiques és d'aproximadament unes 3 hores per cada pràctica es recomana treballar amb les següents condicions:

- Pràctica de descalcificació:  
Concentració mostra : 15 g d' acetat de calci / L aigua  
Volum mostra a utilitzar : 3 L  
Cabal de treball: 7.5 L / h  
Esquema de funcionament segons s'especifica en l'apartat corresponent
  
- Pràctica Regeneració / Rentats de la resina catiònica:  
Solució regeneradora: HCL  
Volum treball : 2 L  
Cabal de treball : 8 L / h  
Esquema de funcionament segons s'especifica en l'apartat corresponent  
  
Solució rentat: aigua destil·lada  
Volum treball: 5 L  
Cabal de treball : 6 – 8 L / h  
Esquema de funcionament segons s'especifica en l'apartat corresponent
  
- Pràctica Desmineralització:  
Concentració mostra: 1 g NaCl / L aigua  
Volum mostra a utilitzar: 7 L  
Cabal de treball: 7.5 L / h  
Esquema de funcionament segons s'especifica en l'apartat corresponent
  
- Pràctica Regeneració / Rentats de la resina catiònica i aniònica
  - per resina catiònica: Solució regeneradora: HCl  
Volum treball: 2 L  
Cabal treball: 8 L / h  
Esquema de funcionament segons s'especifica en l'apartat corresponent

Solució de rentat : aigua destil·lada

Volum treball: 5 L

Cabal treball: 6 – 8 L / h

Esquema de funcionament segons s'especifica en l'apartat corresponent

- per resina aniònica: Solució regeneradora : NaOH

Volum treball: 2L

Cabal treball: 3 L / h

Esquema de funcionament segons s'especifica en l'apartat corresponent

Solució de rentat: aigua destil·lada

Volum treball: 5 L

Cabal treball: 6-8 L /h

Esquema de funcionament segons s'especifica en l'apartat corresponent

2.- El pressupost per l'elaboració del present objecte ascendeix a 8675. 07 euros, havent estat realitzat durant un període de 7 mesos.

Rosa Gorgas Borràs

40363180 - C

18 juny del 2007

## **7.- RELACIÓ DE DOCUMENTS**

DOCUMENT N°1 : MEMÒRIA

DOCUMENT N°2 : ANNEXOS

## 8.- BIBLIOGRAFIA

J. M<sup>a</sup> Martí Deulofeu. Stenco ( Tractaments d'aigües ). Stenco. Barcelona. 2000.

R.S.Ramalho. Tratamiento de Aguas Residuales. Ed Reverté, S.A . Barcelona.1991.

Guia per al disseny d'un perfil de formació ENGINYERIA QUÍMICA. Agència per la Qualitat del Sistema Universitari de Catalunya. 2006.

American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. Métodos Normalizados para el análisis de aguas potables y residuales. Ediciones Diaz de Santos. Madrid.1992.

M.Valcárcel Cases, A. Gómez Hens. Técnicas analíticas de separación, Ed Reverté, S.A. Barcelona. 1988.

Richard d.Noble, Patricia A.Terry. Principles of Chemical Separations with Environmental Applications. Cambridge University Press. 2004.

Konrad Dorfner, Ph.D. Ion Exchangers ( Properties and Applications ). Ann Arbor Publisher. Michigan. 1972.

F. Burriel, F. Lucena. Química Analítica Cualitativa. Ed Paraninfo. Madrid. 1989.

Francisco Bermejo Martínez, M<sup>a</sup> del Pilar Bermejo Barrera, Adela Bermejo Barrera. Química Analítica General, Cuantitativa e Instrumental ( VOL I ). Editorial Paraninfo. Madrid.1991.



