

Załącznik 1

Szczegółowy Zakres Badań

Zadanie 1 (Z1). Formowanie biokompozytu (alginian/żelazo/kalcyt) w warunkach laboratoryjnych

Optimalny okres realizacji - 3 miesiące, 1. – 3. miesiąc realizacji projektu

W warunkach laboratoryjnych zostaną dobrane rodzaje i stężenia reagentów do produkcji biokompozycji hydrożelowych z uwzględnieniem:

- a) stężenia nośnika biopolimerowego (alginianu) oraz soli sieciującej (chlorku żelaza(III)),
- b) rodzaju i ilości substancji aktywnej immobilizowanej w układzie (kalcytu),
- c) morfologii i struktury biokompozytu
- d) stabilności mechanicznej biokompozytu. Badania będą przeprowadzane po otrzymaniu kapsuł oraz okresowo, po przechowywaniu ich w naturalnych roztworach wodnych.

Dla najlepszych układów zostanie określona efektywność wiązania jonów fosforanowych w środowisku wodnym.

Zadanie 2 (Z2) Dobór parametrów pracy urządzeń przy produkcji biokompozytu alginian/FeCl₃ (Alg_Fe).

Optimalny okres realizacji - 6 miesięcy , 4. – 9. miesiąc realizacji projektu

W warunkach laboratoryjnych zostanie przetestowana produkcja biokompozytu Alg_Fe z roztworów testowanego we wcześniejszych badaniach ZUT alginianu i chlorku żelaza(III) cz.d.a przygotowanych na bazie wody destylowanej i wody wodociągowej o stężeniach reagentów jakie zostały zoptymalizowane przez ZUT w ramach wcześniejszych badań (zgodnie z know how) tj. 1,5% roztworu alginianu i 0,155 mol·dm⁻³ roztworu FeCl₃. Poszczególne serie kapsuł będą otrzymane przy różnych parametrach pracy przykładowo na bazie Jet-Cutter Typ S (prędkości obrotów, natężenie przepływu). Po otrzymaniu kapsuł zostanie porównana ich jakość. Będzie otrzymanych do 10 serii kapsuł. Pomiar jakości będzie obejmował pomiary wykonane dla 10 losowo wybranych kapsuł:

- pomiar sferyczności i wielkości ziaren (pomiar robiony w trzech płaszczyznach pomiarowych) – max do **200 pomiarów**;
- pomiar wytrzymałości na ściskanie – max do **200 pomiarów**.

Najbardziej optymalne parametry pracy urządzenia będą stosowane w kolejnym etapie badań.

W ramach zadania nastąpi:

2.1 Testowanie i optymalizacja dostępnych, technicznych surowców do produkcji biokompozytu.

Zostaną przeprowadzone testy tworzenia biokompozytu alginian/FeCl₃ (Alg_Fe) w oparciu o surowce przemysłowe zweryfikowane pod względem ceny przez zleceniodawcę:

- alginiany o czystości spożywczej lub technicznej – przynajmniej 3 wybrane;
- chlorek żelaza(III) produkty techniczne i przemysłowe – 3 rodzaje.

Roztwory reagentów będą przygotowane w wodzie wodociągowej. Hydrożelowy biokompozyt Alg_Fe będzie otrzymywany poprzez żelowanie kropelek wodnego roztworu alginianu w roztworze chlorku żelaza(III). W tym celu zostaną przygotowane roztwory badanych alginianów o stężeniu 0,5; 1,5 i 2,0%

(9 roztworów) oraz roztwory chlorku żelaza(III) o stężeniu: 0,100, 0,155; 0,310 mol·dm⁻³ (9 roztworów). Oceny jakości otrzymanych kapsuł (81 rodzajów) będzie przeprowadzona poprzez pomiar:

- sferyczności i wielkości ziaren (pomiar robiony w trzech płaszczyznach pomiarowych) –max do **810 pomiarów**;
- wytrzymałości na ściskanie –max do **810 pomiarów**.

Na tej podstawie zostaną wytypowane 3 rodzaje sferycznych kapsuł o najlepszej wytrzymałości mechanicznej, których parametry produkcji będą stosowane w kolejnym etapie badań, dla tych kapsuł dodatkowo zostanie zbadana:

- gęstość - **9 pomiarów**
- efektywność wiązania fosforanów – **18 pomiarów**.

2.2 Dobór rodzaju i ilości substancji aktywnej (kalcytu) immobilizowanej w wytypowanych w zadaniu 1. trzech najlepszych układach Alg_Fe.

Badane będą dwa rodzaje kalcytu - kalcyt 1 - kalcyt 2

W tym celu zostaną sporządzone zawiesiny zawierające: 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5 g badanych kalcytów w 100 ml roztworu alginianu sodu o stężeniach wytypowanych w etapie 1.2, każda zawiesina kalcyt/alginian zostanie wkroplona do wytypowanych roztworów chlorku żelaza (III). W efekcie uzyskamy **maksymalnie do 36 serii** kapsuł typu kalcyt/alginian/żelazo (Kal_Algin_Fe), każda z nich zostanie poddana badaniom jakościowym:

- pomiar sferyczności i wielkości ziaren (pomiar robiony w trzech płaszczyznach pomiarowych) max do **360 pomiarów**;
- pomiar wytrzymałości na ściskanie –max do **360 pomiarów**.
- pomiar gęstości – max **108 pomiarów**

Dodatkowo będzie zbadana trwałość uzyskanych biokompozytów, będą one przetrzymywane w wodzie wodociągowej i w dwóch wodach środowiskowych w dwóch temperaturach (4 i 20°C) przez okres 16 dni, badania jakości kapsuł będą prowadzone po 1, 2, 4, 8, 16 dniach:

- badanie wytrzymałości na ściskanie –max do **1800 pomiarów**;
- badanie efektywności wiązania jonów fosforanowych, poprzez pomiar ich adsorpcji z wody destylowanej wzbogaconej w jony fosforanowe o stężeniu 1 i 10 mg – maksymalnie **360 pomiarów** w dwóch powtórzeniach.

Na tej podstawie zostaną wytypowane 3 rodzaje sferycznych kapsuł o najlepszych właściwościach mechanicznych i sorpcyjnych, których parametry produkcji będą stosowane w kolejnym etapie badań.

W każdym z wymienionych etapów czas formowania biokompozytu w roztworze soli będzie wynosił 70 minut. Kapsułki, po otrzymaniu będą trzykrotnie płukane w wodzie, w etapie 1.1 w wodzie destylowanej, a w pozostałych etapach w wodzie wodociągowej.

Zadanie 3 (Z3). Optymalizacja parametrów produkcji biokompozytu Kal_Algin_Fe za pomocą urządzenia (np. typu Jet-Cutter) w skali laboratoryjnej i przemysłowej

Optymalny okres realizacji - 6 miesięcy, 10. – 15. miesiąc realizacji projektu

W skali 1/4 technicznej, w warunkach laboratoryjnych zostanie przetestowana produkcja wytypowanych w Zadaniu 2 biokompozytów. Zostaną określone optymalne warunki jego syntezy. Otrzymane partie biokompozytu będą badane pod względem właściwości mechanicznych i sorpcyjnych z uwzględnieniem następujących parametrów:

- czasu przechowywania w wodach naturalnych
- temperatury przechowywania
- potencjału redoks
- uwalniania jonów żelaza i jonów wapnia w środowisku wodnym
- badanie laboratoryjne wiązania jonów fosforanowych na wybranych próbkach biokompozytu w formie swobodnych kapsuł oraz kapsuł upakowanych.

W ramach zadania przewidziane są:

- 3.1 Optymalizacja warunków formowania kapsuł Kal_Alg_Fe.** W warunkach laboratoryjnych zostanie zweryfikowana możliwość ciągłej produkcji kapsuł przy optymalnych parametrach procesu. Dla układów wytypowanych w zadaniu 1.3. będzie optymalizowany czas formowania hydrożeli poprzez trzymanie ich w roztworze soli przez 30, 50, 70 i 90 minut. Badania będą prowadzone w temperaturze 20°C (**12 serii**). Optymalny czas ich formowania, który będzie stosowany w kolejnych badaniach, zostanie wytypowany po dokonaniu oceny jakości mechanicznej kapsuł:
- sferyczności i wielkości ziaren (pomiar robiony w trzech płaszczyznach pomiarowych) –max do **120 pomiarów**;
 - wytrzymałości na ściskanie –max do **120 pomiarów**;
 - gęstości – max **36 pomiarów**.

Zostanie opracowana koncepcja wydzielania kapsułek z mieszaniny poreakcyjnej oraz optymalizacja generowania minimalnej ilości odpadu (chlorku żelaza) przy ich produkcji. W trakcie pracy urządzenia i po usunięciu kolejnej partii kapsuł będzie mierzona zawartość chlorku żelaza (III) w roztworze w celu wyznaczenia optymalnego zakresu stężenia soli, pozwalającego na otrzymanie biokompozytu o wymaganej jakości mechanicznej oraz zdolności wiązania fosforu. W celu maksymalnego wykorzystania surowców, zostanie opracowana metoda wzbogacania roztworu soli sieciującej w trakcie produkcji biokompozytu.

- pomiar zawartości żelaza w roztworze sieciującym – maksymalnie **do 100 pomiarów**;
- wytrzymałości na ściskanie –max **do 100 pomiarów**.

3.2 Ocena trwałości biokompozytu w różnych warunkach środowiskowych oraz innych właściwości decydujących o cechach użytkowych (wpływ warunków przechowywania).

Dla najbardziej stabilnych kapsuł, otrzymanych metodą cięcia strugi cieczy typu Jet-cutter zostanie przeprowadzona ocena trwałości biokompozytu w różnych warunkach środowiskowych. Kapsułki będą przetrzymywane w wodzie destylowanej i w dwóch wodach środowiskowych przez okres 9 tygodni:

- w dwóch temperaturach (4 i 20°C),
- w warunkach utleniających i redukcyjnych (w temperaturze 4 i 20°C)
- przy różnych wartościach pH od 5 do 9, stwierdzanych w wodach jeziornych (w temperaturze 20 °C)

W trakcie doświadczenia będą badane zmiany jakości kapsuł (wytrzymałość mechaniczna) oraz uwalniania żelaza i po 1, 2, 4, 8, 16, 32, i 64 dniach przechowywania:

- wytrzymałości na ściskanie –max do **1400 pomiarów**;
- pomiar zawartości żelaza w roztworze sieciującym – **140 pomiarów** w trzech powtórzeniach;
- pomiar pH – 140 pomiarów w dwóch powtórzeniach;

3.3. Opracowanie procedur. Projekt i instalacja uniwersalnej linii technologicznej.

Na podstawie wyników przeprowadzonych badań zostaną opracowane procedury produkcji biokompozytu w skali przemysłowej, obejmujące wskazane optymalne stężenia i ilości roztworów oraz

parametry procesu produkcji biokompozytu na tego typu urządzeniu, z uwzględnieniem wymaganej wydajności urządzania, oraz z ograniczeniem generowania odpadów.

Implementacja technologii wytwarzania kapsuł w warunkach laboratoryjnych na warunki przemysłowe będzie obejmowała weryfikację i modyfikację zaproponowanych parametrów pracy urządzenia i roztworów reagentów w celu osiągnięcia właściwości fizycznych i sorpcyjnych biokompozytu porównywalnych z najlepszymi biokompozytami wytypowanymi w poprzednich etapach zadania. Po otrzymaniu kapsuł o odpowiednich właściwościach mechanicznych, zostaną zbadane ich właściwości sorpcyjne i trwałość w warunkach środowiskowych.