

Materiały funkcjonalne

Studia II stopnia (magisterskie), stacjonarne, Rok I, semestr I

Metoda wytwarzania membran polimerowych i zastosowania ich we właściwych procesach oczyszczania wód

Opracowała: dr inż. J. Wolska na podstawie instrukcji dr inż. G. Poźniak

Ultrafiltracja (UF) jest procesem membranowym, w którym siłą napędową jest różnica ciśnień po obu stronach membrany. Ciśnienia stosowane w UF zwykle nie przekraczają 1 MPa, ponieważ ciśnienie osmotyczne roztworów makrocząsteczkowych jest małe i może być pomijane przy obliczeniach. Istota procesu UF polega na przenikaniu przez membranę strumienia filtratu zawierającego wodę oraz substancje o wymiarze cząsteczek mniejszych od wymiarów porów membrany (permeat), a zatrzymywaniu części strumienia zawierającego substancje porównywalnym i większym wymiarze cząsteczek (retentat). Zatem jest to metoda oczyszczania i zateżniania makrocząsteczek i suspensji koloidalnych.

W procesie UF stosowane są membrany polimerowe o asymetrycznej strukturze porowatej, tzn. o zmiennym wymiarze porów wzdłuż przekroju poprzecznego membrany. Membrany takie składają się z bardzo cienkiej warstwy naskórka o grubości 0,1 – 0,5 μm (o małym wymiarze porów) i znacznie grubszego ok. 50 – 500 μm porowatego podłoża (z dużymi porami). Membrany tego typu otrzymywane są metodą inwersji faz typu zol – żel tzw. wariantem mokrym. Do charakterystyki membran UF stosuje się oznaczanie średniego wymiaru porów metodą przepływu hydraulicznego lub metodą wyznaczania ciężaru cząsteczkowego związku przy którym 90 % substancji zostanie zatrzymane (*molecular weight cut-off* – MWCO).

Wykonanie ćwiczenia**Pomiar strumienia wody**

- a. Z arkuszy polisulfonowych membran wylanych podczas ćwiczenia nr 4, wyciąć odpowiednie krążki,
- b. Krążek membrany umieścić w aparacie ciśnieniowym (naskórkiem do góry),
- c. Aparat napełnić 100 cm^3 wody destylowanej,
- d. Włączyć sprężarkę, regulując manostatem ciśnienie na poziomie 0,1 MPa,
- e. Mierzyć czas przepływu trzech kolejnych porcji 10 cm^3 porcji wody,
- f. Wyłączyć manostat i sprężarkę, wylać wodę z celki nie wyjmując membrany,

Pomiar stopnia zatrzymania barwnika

- g. Wlać do celki filtracyjnej ok. 40 cm^3 barwnika azowego (oranż metylowy, czerwień Kongo, czerń bezpośrednia)
- h. Włączyć sprężarkę, regulując manostatem ciśnienie na poziomie 0,1 MPa,
- i. Mierzyć czas przepływu dwóch kolejnych 10 cm^3 porcji barwnika, (UWAGA! pierwszy filtrat można wylać, drugi filtrat posłuży do określenia stężenia danego barwnika w filtracie),
- j. Wyłączyć manostat i sprężarkę,
- k. Dla kolejnych roztworów barwników postępować podobnie,
- l. Po procesie filtracji roztworów barwników, rozmontować aparat i wyjąć membranę

- m. Zmierzyć powierzchnię czynną membrany (suwmiarka) i jej grubość (śruba mikrometryczna),
- n. Osuszyć membranę między arkuszami bibuły po czym umieścić ją w zważonym wcześniej naczynku wagowym i ponownie zważyć naczynko ze spęcznianą membraną.
- o. Następnie umieścić naczynko z membraną w suszarce (temp. ok. 105 °C) i wysuszyć, po czym ponownie zważyć naczynko z suchą membraną. Masy te posłużą nam do określenia porowatości ogólnej membrany,
- p. Z drugiej porcji filtratu (permeatu) barwnika pobrać próbkę do oznaczenia stężenia metodą spektroskopii UV/VIS. Z wyznaczonej ekstynkcji obliczyć stężenie (krzywa kalibracyjna). Stężenia te posłużą nam do określenia stopnia zatrzymania danego barwnika.

Przygotowanie krzywych kalibracyjnych barwników

- a. Z roztworu wyjściowego danego barwnika (oranż metylowy, czerwień Kongo, czerń bezpośrednia) o stężeniu początkowym 0,1 g/dm³, przygotować w kolbkach miarowych o pojemności 50 cm³ roztwory o stężeniu 0,01; 0,02 oraz 0,03 g/dm³ dla każdego z barwników.
- b. Następnie dla każdego z barwników zmierzyć absorbancję metodą spektroskopii UV/Vis, przy danej długości fali oranż metylowy $\lambda=465$ nm, czerwień Kongo $\lambda=497$ nm, czerń bezpośrednia $\lambda=580$ nm.
- c. Wyznaczyć krzywe kalibracyjne, które posłużą do określania stężenia barwników w poszczególnych filtratach

Obliczenia

1. Porowatość ogólną (E) wyliczyć ze wzoru:

$$E = \frac{m_s - m_o}{m_s}, \quad (1),$$

w którym:

m_s – masa membrany spęcznianej (mokrej), g,

m_o – masa membrany suchej, g (badany krążek membrany wysuszyć w 105 °C).

2. Przepuszczalność hydrauliczną (J) obliczyć wg wzoru:

$$J = \frac{V}{S \times t} \left[\frac{\text{cm}^3}{\text{cm}^2 \text{s}} \right], \quad (2),$$

w którym:

V – objętość filtrowanej wody, cm³,

S – powierzchnia czynna membrany, cm²,

t – czas pomiaru, s.

3. Średni wymiar porów (r) wyznaczyć z równania Hagen-Poiseuille:

$$r = \frac{8 \cdot J \cdot d \cdot \eta}{p \cdot E}, [nm], \quad (3),$$

w którym:

η – lepkość wody, Ns/m²,

d – grubość membrany, cm,

p – ciśnienie, N/m².

4. Stopień zatrzymania barwnika (R) ze wzoru:

$$R = \left(1 - \frac{c_p}{c_o}\right) \cdot 100\%, \quad (4),$$

w którym:

c_o – stężenie początkowe barwnika, g/dm³,

c_p – stężenie barwnika w permeacie (filtracie), g/dm³.

Sprawozdanie

- cel ćwiczenia,
- krótki wstęp teoretyczny, (proszę nie kopiować instrukcji),
- wyniki pomiarów w tabeli,
- wszystkie obliczenia w tabelach, dodatkowo przykładowe obliczenia dla każdego z wyznaczanych parametrów,
- dyskusja i wnioski.

Literatura

1. J. F. Rabek, „*Podstawy fizykochemii polimerów*”, Wyd. Politechnika Wrocławska, Wrocław, 1977.
2. M. Bodzek, J. Bohdziewicz, K. Konieczny, „*Techniki membranowe w ochronie środowiska*”, Wyd. Politechnika Śląska, Gliwice 1997.

Zagadnienia do kolokwium

1. Definicja procesu membranowego, definicja membrany, podział membran, podział procesów membranowych.
2. Jakie znasz procesy membranowe, w których siłą napędową jest różnica ciśnień? Proszę podać zakresy wielkości cząstek, które mogą być tymi poszczególnymi procesami rozdzielane.
3. Zalety porowatej struktury asymetrycznej membran.
4. Jak tworzy się warstwa naskórka w membranie asymetrycznej?
5. Zastosowanie UF.
6. Właściwości polimeru (wzór, otrzymywanie), z którego uformowano badaną membranę porowatą.