

LABORATORIUM TECHNOLOGICZNE

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

Wytwarzanie membran polimerowych

Opracowała: dr hab. inż. J. Wolska

Membrana może być zdefiniowana jako filtr i, tak jak w przypadku każdej filtracji, co najmniej jeden ze składników rozdzielanej mieszaniny może bez przeszkód przechodzić przez membranę, podczas gdy inne są na niej zatrzymywane. Jest to bariera (faza), która oddziela dwie fazy i ogranicza transport różnych substancji chemicznych w sposób selektywny [1]. Membrany można podzielić ze względu na szereg czynników, najczęściej dzieli się je ze względu na [1,2]:

1. pochodzenie:

A. syntetyczne

-organiczne, (polimerowe)

-nieorganiczne (ceramiczne, metalowe)

B. biologiczne (np. błona komórkowa)

2. morfologię:

A. nieporowate- homogeniczne

B. porowate

3. strukturę:

A. symetryczne

B. asymetryczne.

Istnieje wiele metod otrzymywania membran, wśród nich możemy wyróżnić [1]:

a. metodę spiekania,

b. metodę rozciągania,

c. metodę radiacyjną,

d. metodę inwersji faz,

e. metodę powlekania membrany mikroporowatej warstwą permeacyjną, tworząc tzw. membrany kompozytowe

Celem dzisiejszego ćwiczenia jest otrzymanie dwóch rodzajów membran polimerowych: porowatych asymetrycznych - mających zastosowanie w procesie ultrafiltracji oraz żelowych (nieporowatych), które po modyfikacji mogą służyć w procesach dialitycznych. Ćwiczenie będzie składać się z trzech części, kolejność wykonywania poszczególnych części wskaże Prowadzący ćwiczenie.

Wykonanie ćwiczenia**1. Otrzymywanie membran o strukturze asymetrycznej**

Celem tej części jest otrzymanie membran porowatych asymetrycznych na bazie polisulfonu UDEL 1700.

Membrany polimerowe mogą mieć różną strukturę w zależności od zastosowanego polimeru, z którego jest ona wytwarzana, jak również od samej metody wytwarzania. Otrzymywane podczas ćwiczenia membrany otrzymywane będą z homogenicznych roztworów polisulfonu UDEL 1700, metodą inwersji faz, a konkretnie jej tzw. wariantem mokrym. Polega to na doborze mieszalnych ze sobą rozpuszczalnika i nierozpuszczalnika wybranego polimeru.

Z roztworu polimeru (o dużej lepkości) formuje się na płycie szklanej film polimerowy, a następnie płytkę zanurza się do łaźni z nierozpuszczalnikiem. W wyniku wypierania rozpuszczalnika przez nierozpuszczalnik zachodzi wytrącanie polimeru, a miejsca wypełnione nierozpuszczalnikiem stanowią pory. Wielkość porów zależy od szybkości wytrącania polimeru (regulacja stężeniem roztworu polimeru, czasem wstępnego odparowania rozpuszczalnika na powietrzu lub dodatkiem czynników zmieniających szybkość wytrącania) [3].

Otrzymywanie ultrafiltracyjnych membran z polisulfonu UDEL 1700

Odczynniki i surowce

Przygotowany wcześniej roztwór Polisulfonu UDEL 1700 o znanym stężeniu wagowym w N,N-dimetyloformamidzie
Woda destylowana
Metanol techn. do oczyszczania powierzchni szyb

Aparatura i szkło

Nóż do formowania membran
Kuwety plastikowe
Szyba szklana
Zlewki szklane
Gąbka
Ściereczki bezpyłowe

Przebieg otrzymywania membran

Szybę, na której będą formowane poszczególne arkusze membran, należy dokładnie umyć wodą, a następnie odtłuścić metanolem, po czym wytrzeć ją do sucha ściereczką bezpyłową. Szybę umieszcza się na specjalnym podkładzie z gąbki. Nóż do formowania membran stawia się na brzegu szyby. W otwór noża wylewa się roztwór polisulfonu i następnie rozprowadza się równomiernie po szybie szklanej z użyciem tego noża. Następnie wylany film wraz z szybą przenosi się do kuwety plastikowej wypełnionej wodą, w celu wytrącenia się filmu polimeru, który po oderwaniu się od szyby przenosi do świeżej porcji wody. Tak otrzymane membrany pozostawia się w wodzie.

2. Otrzymywanie membran o strukturze symetrycznej

Celem tej części jest otrzymanie membran nieporowatych na bazie poli(chloroku winylu). Tym razem otrzymamy membrany tzw. wariantem suchym, polega to na doborze rozpuszczalnika wybranego polimeru. Z roztworu tego polimeru (o dużej lepkości) formuje się na płycie szklanej film polimerowy, a następnie płytkę pozostawia się na powietrzu lub w suszarce w celu odparowania rozpuszczalnika.

Otrzymywanie membran z poli(chloroku winylu)

Odczynniki i surowce

Przygotowany wcześniej roztwór PVC o znanym stężeniu wagowym w tetrahydrofuranie lub cykloheksanonie
Metanol techn. do oczyszczania powierzchni szyb

Aparatura i szkło

Nóż do formowania membran
Szyba szklana

Gąbka
Ściereczki bezpyłowe

Przebieg otrzymywania membran

Szybę, na której będą formowane poszczególne arkusze membran, należy dokładnie umyć wodą, a następnie odtłuścić metanolem, po czym wytrzeć ją do sucha ściereczką bezpyłową. Szybę umieszcza się na specjalnym podkładzie z gąbki. Nóż do formowania membran stawia się na brzegu szyby. W otwór noża wylewa się roztwór PVC i następnie rozprowadza się równomiernie po szybie szklanej z użyciem tego noża. Następnie wylany film wraz z szybą przenosi się w miejsce wskazane przez prowadzącego i pozostawia do odparowania rozpuszczalnika.

3. Modyfikacja membran na bazie poli(chlorku winylu)

Celem tej części ćwiczeń jest modyfikacja membran żelowych otrzymanych z PVC.

Odczynniki i surowce

Przygotowane wcześniej membrany z poli(chlorku winylu)
Etylenodiamina
Metanol techn.
Woda dejonizowana

Aparatura i szkło

Kolby stożkowe ze szlifem + korki 2 szt.
Szczypczyki plastikowe
Zlewki szklane

Modyfikacja membran z poli(chlorku winylu)

Arkusze membran z poli(chlorku winylu) zważyć i umieścić w kolbach stożkowych opisując odpowiednio daną próbkę, następnie zalać 20 cm³ etylenodiaminy. Tak przygotowane kolby ustawić na wytrząsarce i wytrząsać w temperaturze pokojowej w czasie wskazanym przez prowadzącego ćwiczenia. Po tym czasie wyciągnąć membrany z roztworu modyfikującego i przemyć kolejno 2 razy porcją metanolu, 3 razy mieszaniną metanol:woda (1:1 obj.:obj.) i 4 razy porcją wody, w celu usunięcia nieprzereagowanej aminy. Membrany te posłużą Państwu w trakcie realizacji ćwiczenia #P3 na laboratorium „Analiza materiałów”.

Sprawozdanie

- cel ćwiczenia,
- krótki wstęp teoretyczny, (proszę nie kopiować instrukcji),
- opis wykonywanych doświadczeń
- obserwacje,
- dyskusja i wnioski.

Literatura

1. http://www.ztch.umcs.lublin.pl/materialy/rozdzial_19.pdf
2. „Membrany i membranowe techniki rozdziału”, praca zbiorowa pod red. Anny Narębskiej, Uniwersytet Mikołaja Kopernika, Toruń, 1997
3. „Membrany i membranowe techniki rozdziału” podręcznik do ćwiczeń pod red. Anny Narębskiej, Uniwersytet Mikołaja Kopernika, Toruń, 1996

Zagadnienia do kolokwium

1. Definicja procesu membranowego, definicja membrany, podział membran, podział procesów membranowych.
2. Rodzaje procesów modyfikacji materiałów polimerowych.
3. Właściwości polimerów (wzór, otrzymywanie), z którego uformowano membrany.