

**Biopolimery w biotechnologii**

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

**Wydzielanie produktu reakcji z mieszaniny reagentów z użyciem membrany**

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  $\mu\text{m}$  (o małym wymiarze porów) i znacznie grubszego ok. 50 – 500  $\mu\text{m}$  porowatego podłoża (z dużymi porami). Membrany tego typu otrzymywane są metodą inwersji faz typu żół – 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**

- Z arkuszy polisulfonowych membran wylanych podczas ćwiczenia nr 1, wyciąć odpowiednie krążki,
- Krążek membrany umieścić w aparacie ciśnieniowym (naskórkem do góry),
- Aparat napełnić 100  $\text{cm}^3$  wody destylowanej,
- Włączyć sprężarkę, regulując manostatem ciśnienie na poziomie 0,1 MPa,
- Mierzyć czas przepływu trzech kolejnych porcji 10  $\text{cm}^3$  porcji wody,
- Wyłączyć manostat i sprężarkę, wylać wodę z celki nie wyjmując membrany,

**Pomiar stopnia zatrzymania barwnika**

- Wlać do celki filtracyjnej ok. 40  $\text{cm}^3$  barwnika azowego (oranż metylowy, czerwień Kongo, czerń bezpośrednia)
- Włączyć sprężarkę, regulując manostatem ciśnienie na poziomie 0,1 MPa,
- Mierzyć czas przepływu dwóch kolejnych 10  $\text{cm}^3$  porcji barwnika, (UWAGA! pierwszy filtrat można wylać, drugi filtrat posłuży do określenia stężenia danego barwnika w filtracie),
- Wyłączyć manostat i sprężarkę,
- Dla kolejnych roztworów barwników postępować podobnie,
- 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/dm<sup>3</sup>, przygotować w kolbkach miarowych o pojemności 50 cm<sup>3</sup> roztwory o stężeniu 0,01; 0,02 oraz 0,03 g/dm<sup>3</sup> 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, cm<sup>3</sup>,

$S$  – powierzchnia czynna membrany, cm<sup>2</sup>,

$t$  – czas pomiaru, s.

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

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

w którym:

$\eta$  – lepkość wody, Ns/m<sup>2</sup>,

$d$  – grubość membrany, cm,

$p$  – ciśnienie, N/m<sup>2</sup>.

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/dm<sup>3</sup>,

$c_p$  – stężenie barwnika w permeacie (filtracie), g/dm<sup>3</sup>.

### 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.