

Praca dyplomowa inżynierska

Modyfikacje właściwości materiałów porowatych przy użyciu płynów w stanie nadkrytycznym

Autor: Ewelina Zofia Wojewoda

Nr albumu: 258384



Promotor: prof. nzw. dr hab. inż. Marek Henczka

Opiekun pomocniczy: mgr inż. Jan Krzysztoforski

Rok akademicki: 2016/2017

Wprowadzenie

Struktury porowate to ciała stałe zawierające jamy, kanały oraz szczeliny, których głębokość jest większa od ich szerokości. Wraz z rozpowszechnieniem zastosowań struktur porowatych nastąpiła konieczność ich modyfikacji w celu uzyskania materiałów o pożądanych właściwościach. Jedną z metod modyfikacji membran mikrofiltracyjnych jest „szczepienie” (z ang. grafting) struktur porowatych przy użyciu różnych substancji pomocniczych np. kwasu akrylowego. Grafting może przebiegać przy użyciu dwutlenku węgla w stanie nadkrytycznym.

Cel i zakres pracy

Celem pracy jest doświadczalne badanie przebiegu procesu graftingu kwasu akrylowego na membranie polipropylenowej przy użyciu dwutlenku węgla w stanie nadkrytycznym. Po wykonaniu doświadczeń dla różnych czasów trwania procesu wykonano analizę wagową próbek w celu zbadania zmian ich masy. Zakres pracy obejmuje:

- Przegląd literatury dotyczącej właściwości materiałów porowatych oraz dwutlenku węgla w stanie nadkrytycznym, a także procesów modyfikacji struktur porowatych przy użyciu płynów w stanie nadkrytycznym,
- porównanie metod graftingu kwasu akrylowego na porowatych strukturach polimerowych,
- opracowanie metody badawczej (dobór odczynników, materiałów i odpowiednich parametrów procesowych, zaprojektowanie układu badawczego oraz procedury doświadczalnej),
- realizację badań doświadczalnych,
- przedstawienie i analizę wyników doświadczalnych oraz sformułowanie wniosków końcowych.

Modyfikacja chemiczna właściwości materiałów porowatych

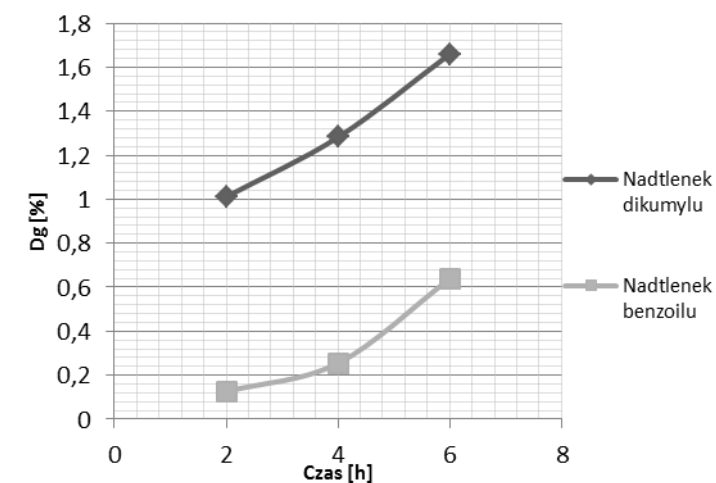
Grafting kwasu akrylowego na powierzchni polipropylenowej membrany został uzyskany przy użyciu dwutlenku węgla w stanie nadkrytycznym jako substancja nośna. Proces przebiegał w następujący sposób. Odpowiednią ilość porowatego polimeru umieszczono w wysokociśnieniowym reaktorze, w którym znajdowała się odpowiednia ilość kwasu akrylowego z dodatkiem inicjatora reakcji: nadtlenu dikumylu lub nadtlenu benzoilu. Do układu wprowadzono dwutlenek węgla przy użyciu pompy dozującej. Po usunięciu powietrza zamykany był zawór odpowietrzający. Reaktor umieszczano w czaszy grzejnej, która utrzymywała stałą temperaturę w układzie. Proces prowadzono pod ciśnieniem 140 bar i w temperaturze 80°C.

Wyniki badań doświadczalnych

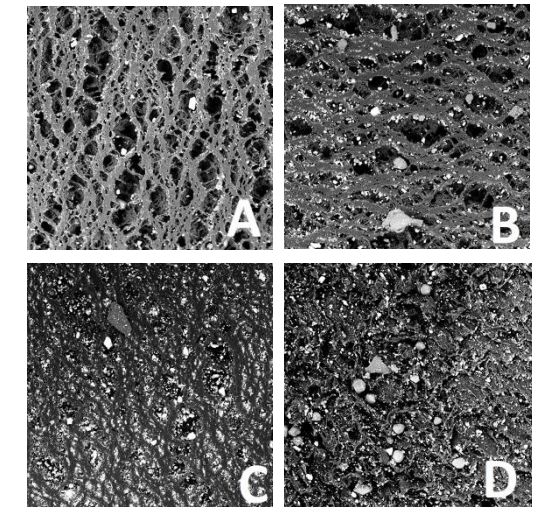
Przebieg procesu graftingu został porównany na podstawie obliczonego stopnia graftingu dla danego czasu prowadzenia procesu przy użyciu nadtlenu dikumylu oraz nadtlenu benzoilu jako inicjatora reakcji:

$$D_g[\%] = \frac{(W_1 - W_0)}{W_0}$$

gdzie: W_0 – masa membrany przed modyfikacją [g]; W_1 – masa membrany po szczepieniu i usunięciu pozostałości nieprzereagowanego kwasu akrylowego [g].



Rysunek 1. Porównanie graftingu



Rysunek 2. Zdjęcia z mikroskopu [SEM]

Na Rysunku 1. przedstawiono porównanie przebiegu procesu graftingu kwasu akrylowego na powierzchni polipropylenowej membrany przy użyciu dwóch inicjatorów reakcji – nadtlenu dikumylu oraz nadtlenu benzoilu. Stwierdzono, że wraz ze wzrostem czasu trwania procesu rośnie stopień graftingu. Dla reakcji trwającej 6 godzin stopień graftingu wyniósł mniej niż 2%. Przy dłuższym czasie prowadzenia procesu dla tej samej ilości kwasu akrylowego oraz inicjatora można uzyskać większą wartość stopnia graftingu. Lepszym inicjatorem reakcji jest nadtlenek dikumylu – przy jego udziale uzyskuje się większą wartość stopnia graftingu dla tego samego czasu trwania procesu.

Rysunek 2. przedstawia zdjęcia z mikroskopu [SEM] powierzchni zewnętrznej polipropylenowej membrany. A – membrana przed modyfikacją; B, C, D – membrana po modyfikacji z użyciem nadtlenu dikumylu jako inicjatora po procesie trwającym odpowiednio 2, 4 i 6 godzin.

Wnioski

Z uzyskanych danych doświadczalnych wynika, że w celu uzyskania dużego stopnia graftingu należy prowadzić proces przez czas dłuższy niż 6 godzin oraz z użyciem nadtlenu dikumylu jako inicjatora, który w przeciwieństwie do nadtlenu benzoilu nie jest substancją wybuchową.

Na zdjęciach z mikroskopu [SEM] można zauważyć, że po procesie graftingu pory membran pozostają otwarte. Pokazują one zmiany struktury powierzchni zmodyfikowanej w odniesieniu do powierzchni membrany referencyjnej (oczyszczonej i niepoddanej modyfikacji). Modyfikacja powierzchni ma charakter punktowy, co uwidaczniają pojedyncze ziarna przyłączonego polimeru. Wraz ze zwiększającym czasem trwania procesu rośnie liczba ziaren na powierzchni membrany oraz ich rozmiar.