

MICHAŁ DOLIŃSKI

Wydział Chemiczny, Politechnika Warszawska, Warszawa

MACIEJ SZWAST

Wydział Inżynierii Chemicznej i Procesowej, Politechnika Warszawska, Warszawa

WOJCIECH FABIANOWSKI

Wydział Chemiczny, Politechnika Warszawska, Warszawa

WOJCIECH PIĄTKIEWICZ

Wydział Inżynierii Chemicznej i Procesowej, Politechnika Warszawska, Warszawa

Badanie właściwości filtracyjnych i mechanicznych polipropylenowych membran kapilarnych

Wstęp

Celem pracy było przeprowadzenie analizy mającej określić przyczyny i charakter występujących zmian w zależności od składu mieszaniny membranotwórczej oraz od etapów pojedynczego wyprzędu (początek, środek i koniec procesu). W tym celu zbudowano stanowisko do badania parametrów filtracyjnych otrzymywanych membran kapilarnych z polipropylenu. Przy użyciu tego stanowiska wyznaczano współczynnik filtracji oraz określano właściwości filtracyjne określonego typu zawiesiny. Przy użyciu innych własnych urządzeń pomiarowych wyznaczano również rozkład wielkości porów zmodyfikowaną metodą *bubble point* oraz określano właściwości mechaniczne membran [1, 2].

Materiały i metoda

Badania przeprowadzono na trzech seriach produkcyjnych membran, spośród których dwie wyprodukowane były z wykorzystaniem nowego dodatku do roztworu przędnego, poroforu. Do pomiarów właściwości filtracyjnych zaproponowano stanowisko, którego schemat przedstawia rys. 1. Pomiar przepuszczalności hydraulicznej prowadzono w zakresie ciśnienia 0–1 bar.

Badania rozpoczynano od poddania membran polipropylenowych hydrofilizacji. Następnie wyznaczano współczynnik filtracji (*UFC*) dla cieczy hydrofilizującej, a następnie dla

wody. Współczynnik filtracji wyznaczany był z następującej zależności:

$$UFC = \frac{Q}{S p} \quad (1)$$

gdzie

- Q – przepływ objętościowy permeatu,
- S – powierzchnia membrany,
- p – ciśnienie transmembranowe.

Do badań nad retencją składników mieszanej wytypowano zawiesinę pigmentu 110 (Fe_2O_3). Stabilną zawiesinę do badań otrzymywano w wyniku dwutygodniowej sedymentacji, a następnie dekantacji. Otrzymana w ten sposób zawiesina była stabilna w czasie, co umożliwiała badanie rozkładu wielkości cząstek oraz spektrofotometryczny pomiar mętności. Filtrację zawiesiny prowadzono przy ciśnieniu transmembranowym w zakresie 0,5–0,8 bara. Pobrane podczas filtracji próbki poddawano badaniom rozkładu wielkości cząstek za pomocą dyfrakcji laserowej (*Malvern Zetasizer Nano ZS*).

Badania wytrzymałości na zrywanie prowadzono na dwóch różnych urządzeniach pomiarowych: *Instron 5566* i zrywarce skonstruowanej na Wydziale Inżynierii Chemicznej i Procesowej. Badania prowadzono przy tej samej szybkości rozciągania.

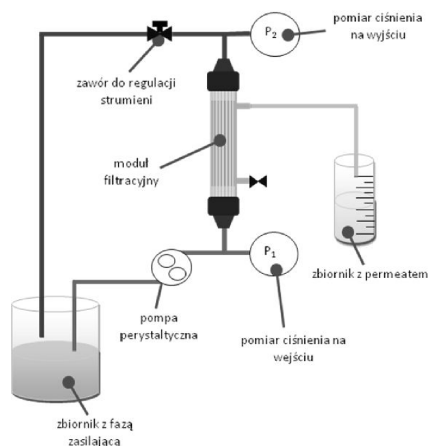
Wyniki i wnioski

Współczynnik filtracji

Średnie wartości współczynników filtracji (*UFC*) dla cieczy hydrofilizującej wynosiły:

- dla membran bez dodatku nowego poroforu: 0,88 ml/(bar · cm² · min);
- dla membran z dodatkiem nowego poroforu:
 - z początku wyprzędu: 1,10 ml/(bar · cm² · min);
 - ze środka wyprzędu: 1,25 ml/(bar · cm² · min);
 - z końca wyprzędu: 1,81 ml/(bar · cm² · min).

Membrany z nowym poroforem posiadają *UFC* dla cieczy hydrofilizującej większe nawet o 100% od membran pozbawionych tego składnika. Dla membran ze środkowej części wyprzędu w porównaniu z początkiem obserwowano wzrost o 14%, zaś dla końca wyprzędu o 65%.



Rys. 1. Schemat stanowiska pomiarowego

Natomiast średnie wartości współczynnika UFC dla wody wynosiły:

- dla membran bez dodatku nowego poroforu: 1,55 ml/(bar · cm² · min);
- dla membran z dodatkiem nowego poroforu:
 - z początku wyprzędu: 3,07 ml/(bar · cm² · min);
 - ze środka wyprzędu: 3,46 ml/(bar · cm² · min);
 - z końca wyprzędu: 5,26 ml/(bar · cm² · min).

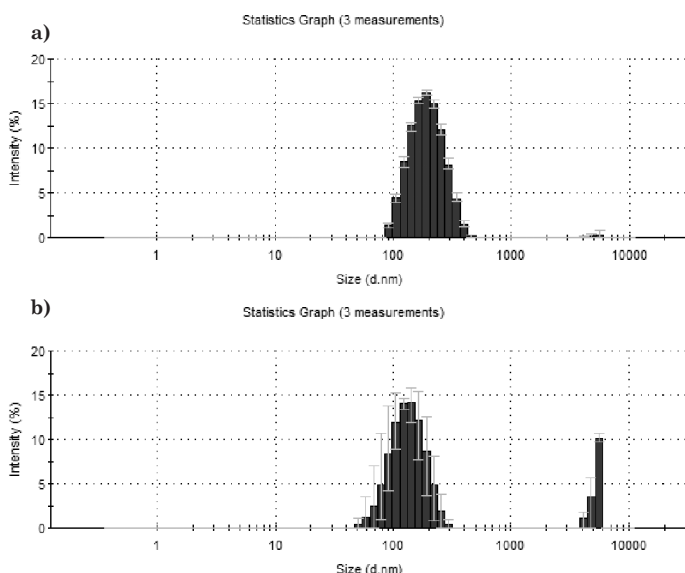
Membrany z nowym poroforem posiadały UFC dla wody większe nawet o 240% od membran pozbawionych tego składnika. Dla membran ze środkowej części wyprzędu w porównaniu z początkiem obserwowano wzrost o 11%, zaś dla końca wyprzędu o 71%.

Retencja cząstek zawiesiny

Na rys. 2 przedstawiono wyniki badań rozkładu wielkości cząstek w strumieniach nadawy i permeatu. W przypadku rozkładu cząstek dla permeatu zauważono duże odchylenia standardowe. Rozkład dla permeatu wykazuje nieznaczne przesunięcie w kierunku cząstek o mniejszych rozmiarach. Poza tym raport pomiarów dla filtratu wykazuje niedostateczną jakość kryteriów pomiaru, co może świadczyć o bardzo małej zawartości cząstek o przedstawionym na wykresie rozmiarach. Rozkład przy wielkościach 4000–6000 nm widoczny dla filtratu najprawdopodobniej jest wynikiem zanieczyszczeń lub szumem wygenerowanym przez urządzenie pomiarowe.

Wytrzymałość mechaniczna

Średnie wartości wydłużenia do zerwania z przyrządu Instron 5566 i zrywarki WICHIP wynosiły:



Rys. 2. Rozkład wielkości cząstek w strumieniach: a) nadawy, b) permeatu

- dla membran bez dodatku nowego poroforu: 105%;
- dla membran z dodatkiem nowego poroforu:
 - z początku wyprzędu: 33%;
 - ze środka wyprzędu: 256 %;
 - z końca wyprzędu: 100%.

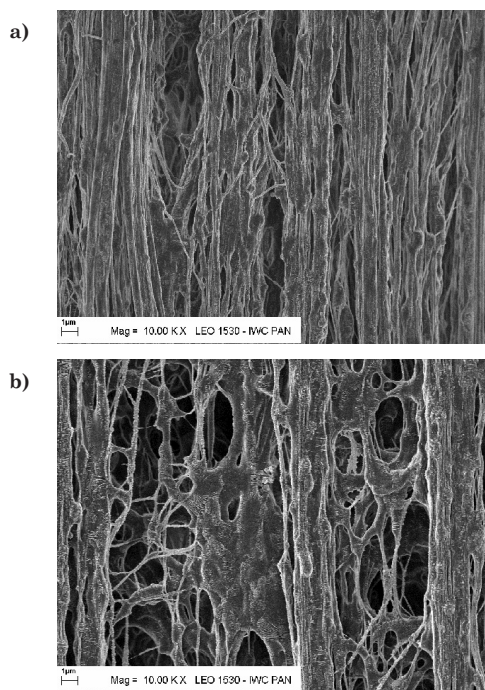
Membrany z początku i środka wyprzędu zawierające nowy porofor miały nawet ponad trzykrotnie większe wydłużenie do zerwania niż membrany, które nie zawierały nowego poroforu oraz te pochodzące z końca wyprzędu.

Powodem różnic wyników dla różnych faz produkcji mogą być stałe warunki grzania mieszalnika przy obniżającym się poziomie roztworu przędnego w trakcie wyprzędu. To może powodować powstawanie zjawiska degradacji temperaturowej PP, a następnie rekombinację i wzrost masy cząsteczkowej PP, co mogłoby tłumaczyć osłabienie wytrzymałości na zrywanie.

Niektóre z membran wykazują rozrzut wartości grubości ścianek zmierzonych wzdłuż kapilary. Może mieć to wpływ na spadek wytrzymałości na zrywanie. Jednorodność grubości ścianek w całym pojedynczym przekroju oraz symetryczne okrągłe kształty membran z początku i środka wyprzędu zapewniały bardzo dobre parametry wytrzymałościowe.

Obserwacje mikroskopowe

Rys. 3 przedstawia przykładowe zdjęcia powierzchni zewnętrznej membran wyprodukowanych bez dodatku i z dodatkiem nowego poroforu. Obecność tego składnika w roztworze przędnym powoduje zanik zbędnej warstwy naskórkowej. Taka zmiana powierzchni membrany wyjaśnia wzrost współczynnika filtracji dla tych membran.



Rys. 3. Powierzchnia zewnętrzna membran wyprodukowanych a) bez dodatku nowego poroforu, b) z dodatkiem nowego poroforu

Podsumowanie

Zauważa się pozytywny wpływ nowego składnika roztworu przędnego, poroforu, na własności mechaniczne i filtracyjne membran. Jednocześnie zauważono, że szarżowy system produkcji membran powoduje, iż produkt nie jest jednolity w ramach danej partii (różnice we właściwościach początku i końca wyprzędu). Obecnie prowadzone są prace nad uciąganiem procesu wytwarzania membran, co powinno rozwiązać ten problem.

LITERATURA

1. M. Szwał, J. Salwocki, W. Piątkiewicz: Inż. Ap. Chem. 45, nr 4s, (2006).
2. M. Szwał, W. Fabianowski, L. Gradoń, W. Piątkiewicz: Przem. Chem., 87, nr 2 (2008).