

MATERIAŁY POLIMEROWE W FARMACJI - ĆWICZENIE NR 1 i 2			
Temat ćwiczenia: HYDROŻELE POLIMEROWE: OTRZYMYWANIE I CHARAKTERYSTYKA PODSTAWOWYCH WŁAŚCIWOŚCI FIZYKOCHEMICZNYCH			
Wydział:	TECHNOLOGIA CHEMICZNA	Stopień: I	Sem.: V
Kierunek:	Inżynieria farmaceutyczna		

1. Cel ćwiczenia:

teoretyczny - poznanie metod otrzymywania, właściwości, zastosowania poli(alkoholu winylowego) oraz poznanie mechanizmu tworzenia i właściwości hydrożeli na bazie poli(alkoholu winylowego)

praktyczny - otrzymanie hydrożelu na bazie poli(alkoholu winylowego) oraz zbadanie jego wybranych właściwości

2. Zagadnienia teoretyczne:

metody otrzymywania poli(alkoholu winylowego) (PVA); właściwości i zastosowanie PVA; hydrożele – cechy charakterystyczne, właściwości, zastosowanie; fizyczne i chemiczne sieciowanie polimerów; właściwości lepkosprężyste polimerów, efekt Weissenberga, efekt Barusa

3. Literatura:

1. J. Pielichowski, A. Puszyński „Technologia tworzyw sztucznych”, WNT, Warszawa 1994
2. J. Pielichowski, A. Puszyński „Chemia polimerów” WNT TEZA, Kraków 2004
3. W. Szlezyngier, „Tworzywa sztuczne”, tom 1, Oficyna Wyd. Polit. Rzesz., Rzeszów 1996
4. Pluta J., Karolewicz B., *Hydrożele - właściwości i zastosowanie w technologii postaci leku I. Charakterystyka hydrożeli, Polimery w medycynie*, T.XXXIV, nr 2, 2004
5. Pluta J., Karolewicz B., *Hydrożele: właściwości i zastosowanie w technologii postaci leku. II. Możliwości zastosowania hydrożeli jako nośników substancji leczniczej, Polimery w medycynie*, T.XXXIV, nr 3, 2004
6. W. Szlezyngier, Podstawy reologii polimerów, Politechnika Rzeszowska im. Ignacego Łukasiewicza, Rzeszów 1994
7. Krzysztof Wilczyński, Reologia w przetwórstwie tworzyw sztucznych, WNT, 2001

4. Spis odczynników:

- a) poli(alkohol winylowy), $M_w=80\,000$ g/mol, stopień hydrolizy 90%,

- b) tetraboran sodu – bezwodny lub dekahydrat, $M_{wNa_2B_4O_7}=201$ g/mol, $M_{wNa_2B_4O_7 \cdot 10H_2O}=384$ g/mol
- c) wodorotlenek sodu, $M_w=40$ g/mol
- d) kwas siarkowy – stężony 95%, $M_w=98,08$ g/mol, $d=1,8337$ g/ml
- e) barwniki: błękit metylenowy, błękit bromotymolowy, oranż metylenowy, betanina, inne
- f) fenoloftaleina – roztwór alkoholowy
- g) woda destylowana

5. Wykonanie ćwiczenia:

Część A.

5.1. Przygotowanie roztworów

5.1.1. Roztwór poli(alkoholu winylowego)

A. Należy przygotować 500 ml roztworu poli(alkoholu winylowego) o stężeniu 4% m/V (1_PVA).

Do trójszyjnej kolby okrągłodennej o pojemności 500 ml zaopatrzonej w termometr, chłodnicę zwrotną oraz mieszadło odmierzyć cylindrem miarowym 400 ml wody destylowanej. Kolbę ogrzewać do temperatury $40 \pm 2^\circ\text{C}$ cały czas mieszając. Obliczyć potrzebną do sporządzenia roztworu ilość PVA, odważyć na wadze analitycznej z dokładnością do 0,0001 g, a następnie ostrożnie przenieść do trójszyjnej kolby zawierającej wcześniej ogrzaną wodę (cały czas mieszając). Następnie podnieść temperaturę roztworu do $85 \pm 2^\circ\text{C}$ i utrzymywać temperaturę w kolbie, aż do całkowitego rozpuszczenia PVA. Następnie zawartość kolby ochłodzić w łaźni lodowej do temperatury pokojowej. Przenieść otrzymany roztwór PVA do kolby miarowej o pojemności 500 ml i dopełnić wodą destylowaną do kreski. Dokładnie wymieszać otrzymany roztwór PVA_1.

B. Przygotować rozcieńczony roztwór PVA (PVA_2). W kolbie stożkowej o pojemności 250 ml przygotować 120 ml roztworu PVA_2 przez rozcieńczenie wcześniej przygotowanego roztworu poli(alkoholu winylowego) w stosunku wagowym PVA_1:H₂O równym 7:3 lub podanym przez prowadzącą zajęcia. Obliczyć potrzebną ilość roztworu PVA_1, odważyć na wadze technicznej bezpośrednio do zlewki. Następnie zważyć odpowiednią ilość wody destylowanej. Dokładnie wymieszać otrzymany roztwór PVA_2.

UWAGA. W czasie ogrzewania nie dopuścić do wrzenia roztworu.

5.1.2. Roztwór tetraboranu sodu

A. Należy przygotować 100 ml roztworu tetraboranu sodu o stężeniu 2% m/V (lub podanym przez prowadzącą zajęcia) (boraks_1)

Do zlewki o pojemności 100 ml odmierzyć cylindrem miarowym 90 ml wody destylowanej i ogrzewać do 80°C. Obliczyć potrzebną ilość tetraboranu sodu do sporządzenia roztworu, odważyć na wadze analitycznej z dokładnością do 0,0001 g, a następnie ostrożnie przenieść do zlewki z gorącą wodą. Mieszać bagietką szklaną do rozpuszczenia tetraboranu sodu. Następnie ochłodzić roztwór, przenieść do kolby miarowej o pojemności 100 ml i dopełnić wodą destylowaną do kreski. Dokładnie wymieszać otrzymany roztwór boraks_1.

B. Przygotować rozcieńczony roztwór tetraboranu sodu (*boraks_2*). W zlewce o pojemności 100 ml przygotować 80 ml roztworu boraks_2 przez rozcieńczenie wcześniej przygotowanego roztworu tetraboranu sodu w stosunku objętościowym $\text{boraks}_1:\text{H}_2\text{O}$ równym 1:1. Odmierzyć cylindrem miarowym potrzebną ilość roztworu boraks_1 i umieścić w zlewce. Następnie odmierzyć cylindrem miarowym odpowiednią ilość wody destylowanej i dodać do zlewki. Dokładnie wymieszać otrzymany roztwór boraks_2.

UWAGA. Stosując $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ uwzględnić wodę hydratacyjną w obliczeniach.

5.1.3. Roztwór wodorotlenku sodu

A. Należy przygotować 25 ml roztworu wodorotlenku sodu o stężeniu 1 mol/l (*NaOH_1*)

Obliczyć potrzebną ilość wodorotlenku sodu do sporządzenia roztworu *NaOH_1*, odważyć na wadze analitycznej z dokładnością do kolby miarowej o pojemności 25 ml. Uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Dokładnie wymieszać otrzymany roztwór *NaOH_1*.

B. Przygotować rozcieńczony roztwór wodorotlenku sodu (*NaOH_2*). Do fiolki szklanej odmierzyć pipetą automatyczną 0,1 ml roztworu *NaOH_1*, a następnie 0,9 ml wody destylowanej. Dokładnie wymieszać otrzymany roztwór *NaOH_2*.

5.1.4. Roztwór kwasu siarkowego

Należy przygotować 25 ml roztworu kwasu siarkowego o stężeniu 0,25 mol/l (*H₂SO₄_1*).

Do kolby miarowej o pojemności 25 ml wprowadzić 10 ml wody destylowanej. Obliczyć potrzebną ilość stężonego 95% kwasu siarkowego do sporządzenia roztworu, odmierzyć pipetą automatyczną i umieścić w kolbie miarowej. Uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Dokładnie wymieszać otrzymany roztwór *H₂SO₄_1*.

Część B.

5.2. Otrzymanie hydrożelu PVA

Biuretę uzupełnić roztworem boraks_2. Do zlewki o pojemności 50 ml odmierzyć pipetą 20 ml roztworu *PVA_2*, a następnie miareczkować roztworem boraks_2 aż do całkowitego zżelowania. Próbę powtórzyć.

Zważyć szalkę Petriego na wadze analitycznej z dokładnością do 0,0001 g. Usunąć z otrzymanego hydrożelu ewentualny nadmiar roztworu Boraks_2 i przenieść na zważoną wcześniej szalkę. Zważyć szalkę z hydrożelem ($m_{H\dot{Z}}$) i pozostawić do całkowitego odparowania wody (1 tydzień). Ponownie zważyć masę suchego żelu ($m_{s\dot{Z}}$).

Przeprowadzić następujące obserwacje i zapisać ich wyniki w zeszycie laboratoryjnym:

- ✓ obserwować zmiany roztworu PVA_2 w miarę dodawania roztworu boraks_2,
- ✓ ocenić wpływ wody na właściwości żelu,
- ✓ rozciągnąć otrzymany hydrożel z dużą szybkością, powtórzyć rozciąganie z małą szybkością.

5.3. Zbadanie wpływu pH na otrzymywanie hydrożelu PVA

Przygotować trzy zlewki o pojemności 50 ml. Do każdej odmierzyć po 20 ml roztworu PVA_2, a następnie dodać:

- 1) do pierwszej zlewki 2 ml wody destylowanej,
- 2) do drugiej zlewki 1 ml wody destylowanej i 1 ml roztworu NaOH_1,
- 3) do trzeciej zlewki 2 ml roztworu H_2SO_4 _1.

Wszystkie roztwory dokładnie wymieszać i miareczkować roztworem boraks_2, aż do całkowitego żelowania.

5.4. Zbadanie szybkości dyfuzji wybranych substancji w hydrożelu PVA

Otrzymany w punkcie 5.3 hydrożel w zlewce pierwszej przenieść na szalkę Petriego. Począć, aż hydrożel pokryje szalkę równomierną warstwą i usunąć ewentualny nadmiar roztworu boraks_2. Na powierzchnię hydrożelu nanieść niewielką ilość różnych barwników (wskazanych przez prowadzącą ćwiczenie). Obserwować postępujący proces dyfuzji.

5.5. Zbadanie wpływu temperatury na właściwości hydrożelu PVA

Do zlewki zawierającej 10 ml roztworu PVA_1 dodać kilka kropli fenoloftaleiny. Następnie wkraplać roztwór NaOH_2 do uzyskania intensywnego zabarwienia. Następnie za pomocą roztworu boraks_1 otrzymać hydrożel. Podzielić otrzymany produkt i umieścić w dwóch probówkach. Jedną z nich zanurzyć w gorącej wodzie o temperaturze ok. 90°C, drugą w zimnej (5-10°C). Zapisać obserwacje.

6. Opracowanie wyników:

Część A.

5.1. Przygotowanie roztworów

Zapisać wszystkie obliczenia oraz masy, objętości odmierzonych odczynników.

Obliczyć stężenia molowe i procentowe roztworów PVA_1, PVA_2, boraks_1, boraks_2. Do obliczeń przyjąć gęstość roztworów równą 1 g/ml.

W oparciu o średni ciężar cząsteczkowy PVA i stopień hydrolizy PVAc obliczyć średni stopień polimeryzacji (DP).

Część B.

5.2. Otrzymanie hydrożelu PVA

Wyznaczyć masę hydrożelu ($m_{H\dot{Z}}$) oraz masę suchego żelu ($m_{S\dot{Z}}$) na podstawie przeprowadzonych pomiarów.

Na podstawie różnicy masy żelu przed ($m_{H\dot{Z}}$) i po wysuszeniu ($m_{S\dot{Z}}$) obliczyć procentową zawartość wody w hydrożelu (m_{H_2O}).

$$m_{H_2O} = m_{H\dot{Z}} - m_{S\dot{Z}} (\%)$$

5.3. Zbadanie wpływu pH na otrzymywanie hydrożelu PVA

Porównać objętości roztworu boraksu zużytego do miareczkowania trzech próbek. Wyjaśnić otrzymane wyniki (reakcje).

5.4. Zbadanie szybkości dyfuzji wybranych substancji w hydrożelu PVA

Opisać i wyjaśnić różnice w szybkości dyfuzji poszczególnych barwników.

5.5. Zbadanie wpływu temperatury na właściwości hydrożelu PVA

Opisać i wyjaśnić przyczyny zmian barwy hydrożelu podczas przeprowadzonej próby (podczas żelowania i ogrzewania).

Wyciągnąć wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia.

7. Zasady bezpieczeństwa:

- I. Wszystkie przewidziane w ćwiczeniu badania i pomiary wykonywać zgodnie z poleceniami prowadzącego.
- II. Przystąpienie do wykonywania ćwiczenia wymaga zapoznania się z kartami charakterystyki substancji (patrz załączniki).

8. Załączniki:

Karty charakterystyki substancji:

- a) Poli(alkohol winylowy)
- b) Tetraboran sodu
- c) Wodorotlenk sodu
- d) Kwas siarkowy
- e) Błękit metylenowy
- f) Oranż metylowy

- g) Betanina
- h) Błękit bromotymolowy
- i) Fenoloftaleina

KARTA ODPADÓW			
MATERIAŁY POLIMEROWE W FARMACJI - ĆWICZENIE NR 2			
Temat ćwiczenia: HYDROŻELE POLIMEROWE: OTRZYMYWANIE I CHARAKTERYSTYKA PODSTAWOWYCH WŁAŚCIWOŚCI FIZYKOCHEMICZNYCH			
Wydział: TECHNOLOGIA CHEMICZNA		Stopień: I	Sem.: V
Kierunek: Inżynieria farmaceutyczna			
Prowadzący ćwiczenie:		Data wykonania:	
Wykonujący ćwiczenie:			
Pojemnik – faza organiczna bez fluorowców 1. 2. 3. 4. 5.		Pojemnik – faza organiczna z fluorowcami 1. 2. 3. 4. 5.	
Pojemnik – faza wodna 1. 2. 3. 4. 5.		Pojemnik – odpady stałe 1. 2. 3. 4. 5.	

Podpis prowadzącego: