

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 lepkością 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:

Ćwiczenie 1.

5.1. Przygotowanie roztworów

5.1.1. Roztwór poli(alkoholu winylowego)

A. Należy przygotować 250 ml roztworu poli(alkoholu winylowego) o stężeniu 4% m/V (*PVA_1*).

Do trójszyjnej kolby okrągłodennej o pojemności 500 ml zaopatrzonej w termometr, chłodnicę zwrotną oraz mieszadło odmierzyć cylindrem miarowym 220 ml wody destylowanej. Kolbę ogrzewać do temperatury $85 \pm 2^\circ\text{C}$ 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 gorącą wodę (cały czas mieszając). 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 250 ml i dopełnić wodą destylowaną do kreski. Dokładnie wymieszać otrzymany roztwór *PVA_1*.

B. Przygotować rozcieńczony roztwór PVA (*PVA_2*). W zlewce o pojemności 150 ml przygotować 120 ml roztworu *PVA_2* przez rozcieńczenie wcześniej przygotowanego roztworu poli(alkoholu winylowego) w stosunku wagowym $PVA_1:H_2O$ równym 7:3. 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 (*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 boraks_1:H₂O 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 Na₂B₄O₇·10H₂O 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 0,0001 g i przenieść do kolby miarowej o pojemności 25 ml. Uzupelnąć wodą destylowaną do kreski. Dokładnie wymieszać otrzymany roztwór NaOH_1.

B. Przygotować rozcieńczony roztwór wodorotlenku sodu (*NaOH_2*). Do zlewki o pojemności 25 ml 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. Uzupelnąć wodą destylowaną do kreski. Dokładnie wymieszać otrzymany roztwór H₂SO₄_1.

Ćwiczenie 2.

5.2. Otrzymanie hydrożelu PVA

Biuretę o pojemności 10 ml 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_{sz}).

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 H₂SO₄_1.

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

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/-ego 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:

Ćwiczenie 1.

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 obliczyć jego średni stopień polimeryzacji (DP).

Ćwiczenie 2.

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) Wodorotlenek 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 1 i 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		Pojemnik – faza organiczna z fluorowcami	
1.		1.	
2.		2.	
3.		3.	
4.		4.	
5.		5.	
Pojemnik – faza wodna		Pojemnik – odpady stałe	
1.		1.	
2.		2.	
3.		3.	
4.		4.	
5.		5.	
Podpis prowadzącego:			

