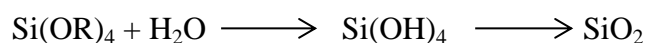


Příprava plochých polyimidových membrán obsahujících oxid křemičitý (Petr Sysel, Ústav polymerů, VŠCHT Praha, budova B, laboratoř BS98)

Úvod: Aromatické polyimidy (PI) jsou polymery s řadou vyhledávaných užitečných vlastností. Zachovávají si vysokou mechanickou, chemickou a dielektrickou stabilitu v širokém teplotním rozmezí, přibližně -150 až 200 °C. Tyto vlastnosti vedou k aplikaci PI zejména v (mikro)elektronice, leteckém průmyslu, výzkumu kosmu a v poslední době i jako polymerních membrán zejména pro separaci plyných směsí. Chemickým složením, tj. volbou vstupních monomerů, lze do určité míry ovlivňovat strukturu výsledného PI a tudíž i transportní vlastnosti plynů membránami z nich připravených. Další nadějnou cestou ke zlepšení transportních charakteristik polyimidových membrán je jejich kombinace s (mikro)porézními přísadami (aditivy), nejčastěji anorganické povahy (např. zeolity). Tato aditiva vykazují často sama o sobě velmi dobré transportní vlastnosti, obtížně však vytvářejí kompaktní dělicí vrstvy s požadovanou geometrií a mechanickou odolností. Snadno dostupným aditivem v mnoha formách je oxid křemičitý. Komerčně dostupný je i mesoporézní oxid křemičitý (M-SiO<sub>2</sub>) s póry o velikosti okolo 3 nm. Již tradiční přístup přípravy polyimidových materiálů obsahujících oxid křemičitý představuje sol gel-proces (SG-SiO<sub>2</sub>), při kterém je anorganická fáze generována *in situ* v reakčním systému, často z tetraalkoxysilanu jeho hydrolyzou následovanou termickým atakem.



Zadání: (1) Připravte polyimidovou membránu obsahující teoreticky 20 hm% M-SiO<sub>2</sub>. (2) Připravte polyimidovou membránu obsahující teoreticky 20 hm% SG-SiO<sub>2</sub> generovaného z tetraalkoxysilanu. V obou případech použijte jako výchozí komponentu pro přípravu PI polyimidový prekurzor, polyamidkarboxylovou kyselinu (PAKK) na bázi 4,4'-oxydiftalanhydridu a bisanilinu P /PAKK(ODPA-BIS P)/, syntetizovaný v laboratorní práci „Příprava homogenních polyimidových membrán“. (3) Porovnejte základní parametry membrán z bodu (1) a (2).

Pracovní postup: (ad 1) Do váženky nadávkujte 10 g 10 hm% PAKK(ODPA-BIS P) v 1-methyl-2-pyrrolidonu. Přidejte vypočtené množství M-SiO<sub>2</sub>, který byl předem dispergován v 1-methyl-2-pyrrolidonu (provede se v další váženke), tak, aby výsledný materiál obsahoval teoreticky 20 hm% M-SiO<sub>2</sub>. Reakční směs míchejte pomocí elektromagnetického míchadla za laboratorní teploty alespoň 2 h. Potom směs převed'te na teflonovou podložku (v podobě mělké misky) a podrobte termické expozici 12 při 60, 1 při 100, 1 při 150, 2 při 200 a 1 h při 250 °C. Produkt nechte v sušárně po jejím vypnutí vychladnout na laboratorní teplotu a poté jej sejměte z podložky.

(ad 2) Do váženky nadávkujte 10 g 10 hm% PAKK(ODPA-BIS P) v 1-methyl-2-pyrrolidonu. Přidejte vypočtené množství tetramethylsiloxanu a vody tak, aby výsledný materiál obsahoval teoreticky 20 hm% SG-SiO<sub>2</sub> (voda je přidávána v molárním poměru 1:1 vůči přítomným methoxy skupinám). Po nejméně 2 h míchání pomocí elektromagnetického míchadla se směs převed'te na teflonovou podložku (v podobě mělké misky) a podrobte termické expozici 12 při 60, 1 při 100, 1 při 150, 2 při 200 a 1 h při 250 °C. Produkt nechte v sušárně po jejím vypnutí vychladnout na laboratorní teplotu a poté jej sejměte z podložky.

(ad 3) Připravené materiály (membrány) budou k dispozici pro případné další analýzy.

Vybavení: (a) 10 hm% roztok PAKK připravené z 4,4'-oxydiftalanhydridu a bisanilinu P v 1-methyl-2-pyrrolidonu, 1-methyl-2-pyrrolidon, M-SiO<sub>2</sub>, tetramethoxysilan, destilovaná voda, (b) 3 ks váženka, 2 ks teflonová podložka, 2 ks elektromagnetické míchadlo, sušárna, pipeta, pinzeta, špachtle, lžička

Bezpečnost práce: Příprava materiálů bude prováděna v digestoři (tam je umístěna i sušárna).

Literatura: Sysel P.: Membránové materiály pro separaci plynů a par. In: Membránové dělení plynů a par (Šípek M., ed.). Vysoká škola chemicko-technologická, Praha, 2014, s. 55.