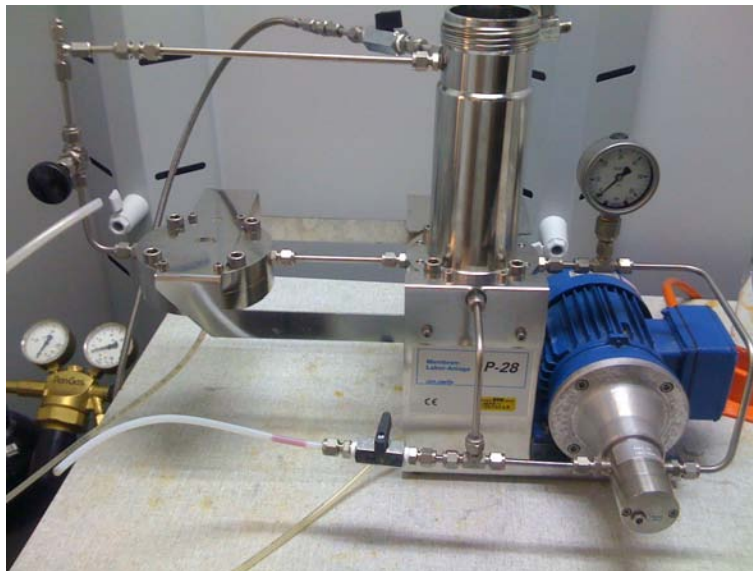


Membrane Separation

Laborbericht

Emanuel Mondgenast
Markus Gartmann

21. November 2010



Inhaltsverzeichnis

1	Abstract	3
2	Einleitung	3
2.1	Membrane Separation	3
2.2	Chromatographie	3
2.3	UV/Vis Spektroskopie	3
3	Versuchsaufbau	4
4	Verwendete Chemikalien	5
5	Resultate	5
5.1	Chromatografie	5
5.2	Membranseparation	5
5.3	Spektroskopie	5
5.3.1	Durchlässigkeit	6
5.3.2	Retentionsrate	6
5.3.3	Farbstoffmasse auf der Membran	7
6	Diskussion	8
6.1	Chromatographie	8
6.2	Mebranseparation	8
6.2.1	Retentionsrate	8
6.2.2	Analyse Spektroskopie	9
	Literatur	10

1 Abstract

Mittels zweier unterschiedlich feinen Membranen wird ein bekanntes Stoffgemisch separiert. Die erhaltenen Fraktionen wurden mit einem Spektrographen analysiert. Zur Veranschaulichung führten wir zusätzlich eine Separation mittels Chromatographie durch.

2 Einleitung

2.1 Membrane Separation

Eine Membran ist eine sehr feine Struktur, welche für gewisse Stoffe durchlässig ist. Im Gegensatz zur Filtration passieren Moleküle eine Membrane durch Diffusion und werden nicht gesiebt. Somit ist es wichtig, dass der zu trennende Stoff in einer Lösung vorliegt, damit der Stofftransport besser stattfinden kann. Es wird zwischen semipermeablen und permeablen Membranen unterschieden. Erstere lassen einen Stoff, im Gegensatz zu einer permeablen Schicht, nur in eine Richtung diffundieren. Die Stoffrate bei der Separation hängt vom Druck, der Konzentration und der Temperatur der Lösung ab. Da die Diffusion in Festkörpern, hier der Membran, extrem langsam abläuft und stärker von der Temperatur als vom Druck abhängt, lassen sich meist nur niedrige Stoffraten erzielen.

2.2 Chromatographie

Die Chromatographie ist eine physikalische Methode, um zwei Phasen zu trennen. Für uns von Interesse ist die "gel filtration chromatographie". Bei diesem Verfahren werden verschieden grosse Partikel getrennt. Eine Lösung transportiert die verschieden grossen Partikel auf einem Trägermedium unterschiedlich schnell. Als Träger des Versuchs mit Wasser als Lösung wird vielfach ein Fliesspapier verwendet.

2.3 UV/Vis Spektroskopie

UV/Vis steht für ultraviolett-visible. Das heisst, dass das Verfahren sichtbares, aber auch Licht aus dem nahen UV und IR Spektrum verwendet. Bei einem solchen Spektroskop wird eine Probe mit verschiedenen Wellenlängen bestrahlt. Parallel dazu misst ein Detektor die Intensität der wieder aufgenommenen Wellenlängen. Hieraus kann die Konzentration berechnet werden, da diese proportional zur Absorption ist. Es gilt das Lambert-Beer'sche Gesetz:

$$A = -\ln(t) = -\ln\left(\frac{I}{I_0}\right) = c \cdot k \cdot L$$

wobei A der Absorption entspricht, T der Transmittanz, k dem Extinktionskoeffizienten und c der Konzentration.

3 Versuchsaufbau

Für die Separation wurde eine P28 Anlage von cm-celfa Membrantechnik AG aus Seewen-Schwyz verwendet. Diese ermöglicht es gleichzeitig zwei verschiedene Membrane auf die gleiche Lösung anzuwenden, da diese seriell der eingefüllten Lösung ausgesetzt sind. Zuerst wird die feinere Membran, anschliessend die gröbere Membran überströmt. Um die Separationsrate zu erhöhen, findet die Trennung unter einem Druck von 20bar statt. Als Trennmittel kommen zwei Phaseninversionsmembrane zum Einsatz, die CML-HS-030 F und die CML-HS-010 F. Erstere ist etwas feiner als die zweite.

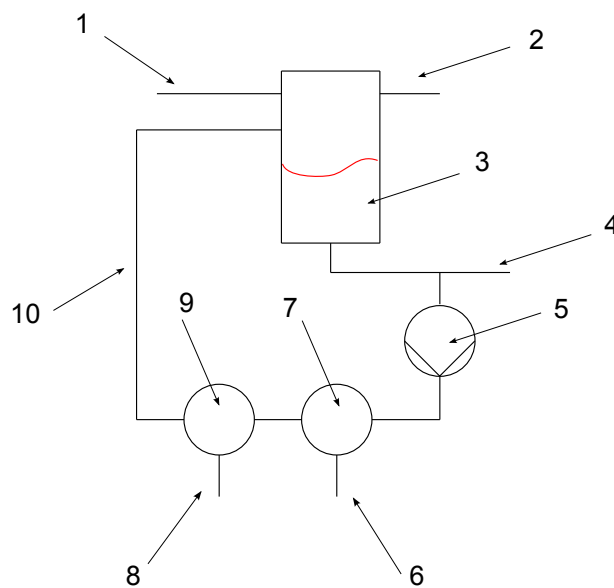


Abbildung 1: Schema der Versuchsanlage

Nomenklatur:

- 1 : Stickstoffzufuhr
- 2 : Ventil zum Ablassen des Druckes
- 3 : zu separierendes Stoffgemisch
- 4 : Ventil zum Entleeren der Versuchsanlage
- 5 : Pumpe
- 6 : Ventil zum Ablassen des Permeats 1
- 7 : Membran CML-HS-030 F
- 8 : Ventil zum Ablassen des Permeats 2
- 9 : Membran CML-HS-010 F
- 10 : Rücklauf

4 Verwendete Chemikalien

Die Versuchsanlage wird mit einem 50 : 50 Gemisch aus Murexid und Naphtayellow beschickt. Die beiden Farbstoffe liegen je in einer Lösung mit der Konzentration $c_0 = 0.001 \frac{\text{mol}}{\text{l}}$ vor.

5 Resultate

5.1 Chromatografie

In die Mitte eines Fliesspapiers wird etwas vom Farbgemisch gegeben. Nun wird das Fliesspapier von einer Seite her mit destilliertem Wasser benetzt. Nach kurzer Zeit beginnt die Lösung im Papier hochzufließen. Es ist zu beobachten, dass der rote Farbstoff langsamer transportiert wird als der gelbe. Es bilden sich zwei Farbsektoren.



Abbildung 2: Dünnschichtchromatografie zur Trennung des Gemisches

5.2 Membranseparation

5.3 Spektroskopie

Für den Spektrographen wurden die Proben im Verhältnis 1:50 verdünnt und in einen Referenzbehältern mit der Länge 1cm gefüllt.

Aus der Abbildung 3 liest man für Naphtayellow einen Peak bei 428nm und für Murexid einen bei 522nm ab. Weiterhin beobachtet man, dass der Feed nur etwa die halbe Amplitude der Summe der beiden Farbstoffe hat. Die beiden Permeate haben annähernd den gleichen Kurvenverlauf. Ihr Kurvenverlauf gleicht demjenigen von Murexid. Lediglich der Ausschlag ist kleiner.

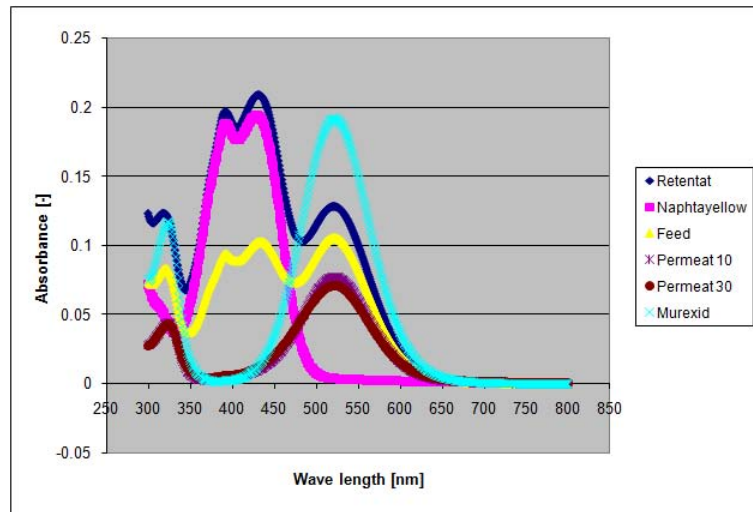


Abbildung 3: Resultate Spektroskopie

5.3.1 Durchlässigkeit

Im Folgenden sollen die verwendeten Membrane auf ihre Eigenschaften untersucht werden. Ein wesentliches Merkmal ist die Diffusionsgeschwindigkeit, welche sich durch den durchgelassenen Volumenstrom zeigt. Man beobachtet eine deutlich kleinere Durchflussmenge bei der Membran mit der feineren Struktur.

Tabelle 1: Gemessene Durchflussgeschwindigkeit

Typ	Referenzmenge	Zeit	Durchflussgeschwindigkeit
CML-HS-10	50ml	3min 45s	13.33 $\frac{ml}{min}$
CML-HS-30	10ml	2min 15s	4.44 $\frac{ml}{min}$

5.3.2 Retentionsrate

Ein weiteres Merkmal ist die Durchlässigkeit. Um dies zu untersuchen, wurden Proben der Einzelstoffe, der zwei Permeate und des Retentats genommen und mittels UV-Vis-Spektroskopie untersucht. Mit Hilfe des Gesetzes von Lambert-Beer lässt sich die Durchlässigkeit wie folgt beschreiben:

$$R = \frac{c_{Feed} - c_{Permeat}}{c_{Feed}} = 1 - \frac{A_{Permeat}}{A_{Feed}}$$

Als Referenzpunkt für die Messwerte werden die jeweiligen Peaks der Farbstoffe gewählt.

Tabelle 2: Gemessene Werte der Absorption und die daraus berechnete Retentionsrate für Membran 1 (010 F)

Substanz	Mw [g/mol]	Membran 1 (010 F)		
		A Feed [-]	A Permeat [-]	R1 [-]
Naphtal Yellow	385,2	0,101812	0,008837	0,91
Murexid	302,2	0,105998	0,060542	0,43

Tabelle 3: Gemessene Werte der Absorption und die daraus berechnete Retentionsrate für Membran 2 (030 F)

Substanz	Mw [g/mol]	Membran 2 (030 F)		
		A Feed [-]	A Permeat [-]	R2
Naphtal Yellow	385,2	0,101812	0,011103	0,89
Murexid	302,2	0,105998	0,070805	0,33

Die Durchlässigkeit der Membran ist Abbildung 4 dargestellt.

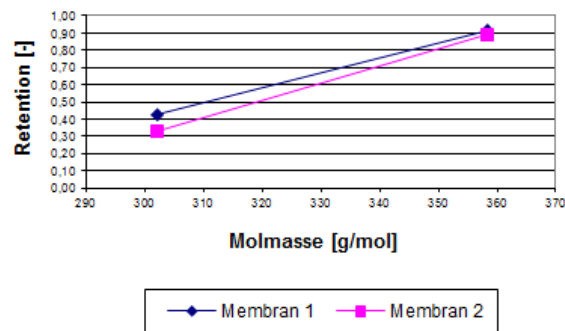


Abbildung 4: Retentionsrate als Funktion der Molmasse

Wie man sieht, ist die Retentionsrate der größeren Membran jeweils kleiner.

5.3.3 Farbstoffmasse auf der Membran

Die Konzentration der Stoffe ist über der Membran nicht konstant. Diejenigen, welche nicht oder nur schlecht hindurch diffundieren können, kris-

Tabelle 4: Farbstoffmasse auf der Membran

	Naphtolyellow	Murexid
Permeat Volumen 1 (030 F) [ml]	60	60
Permeat Volumen 2 (010 F) [ml]	20	20
$c_{feed}[\frac{g}{ml}]$	0.0005	0.0005
Masse auf Membran [g]	0.04	0.02

tallisieren an der Oberfläche. Diese Menge lässt sich über die Massenbilanz berechnen.

$$m_{Membranen} = c_{Feed} \cdot (R_1 \cdot V_{Permeat1} + R_2 \cdot V_{Permeat2})$$

Insgesamt lief die Anlage ca. 4min 30s. 3min 45s wurden für die Probeentnahme benötigt und ca. 45s für das einlaufen lassen der Anlage. Somit folgt für die Farbstoffmassen auf der Membran mit $c_{feed} = \frac{c_0}{2}$ und $V_{Permeat} = Verstrichene\ Zeit \cdot Durchflussgeschwindigkeit$:

6 Diskussion

6.1 Chromatographie

Das Schwerere Molekül wird in unserem Fall weiter transportiert als das leichtere. Je kleiner ein Molekül ist, desto grösser ist der Weg, den es im Fliesspapier zurücklegen muss, da es weiter in die Poren eindringt. Daraus folgt, dass das Naphta yellow nicht nur schwerer, sondern auch grösser als das Murexid sein muss.

6.2 Mebranseparation

6.2.1 Retentionsrate

Es fällt auf, dass die Konzentration Im Retentat von Naphtol yellow nur geringfügig von derjenigen des Feeds abweicht. Die Membran ist folglich beinahe undurchlässig für diese Moleküle. Anders verhält es sich beim Murexid. Dieses wird zu 57% bei der feinen Membran durchgelassen und zu 67% bei der groben. Die grobe Membran lässt 11% vom Naphtayellow durch, die feine Membran jedoch nur 9%. Diese Werte decken die Beobachtung des Experiments, da das Permeat purpur (Murexid) gefärbt war, währenddem der Feed rot war.

Die Retentionsrate ist proportional zur Molmasse des Moleküle. Mit anderen Worten, je schwerer ein Molekül ist, desto geringer ist der Diffusionskoeffizient. Der Proportionalitätsfaktor ist hier bei beiden Membranen ungefähr gleich.

6.2.2 Analyse Spektroskopie

Aus dem Lichtspektrum folgen die Farben Blau-Violett für $428nm$ und Grün für $522nm$. Da nun diese Farben absorbiert werden, resultiert für unser Auge eine Farbe des reflektierten Lichts, also der restlichen Wellenlängen. Somit liegt die für uns wahrgenommene Farbe auf der gegenüberliegenden Seite des Farbkreises. Somit folgt für Naphtayellow die Farbe Gelb und für Murexid Purpur. Die Kurven für die beiden Farben sind doppelt so hoch wie die Kurve des Feeds. Dies folgt daraus, dass eine gleiche Menge vom Feed wie der reinen Farben für die Spektroskopie verdünnt wurde. Somit folgt einen halb so grosse Konzentration des jeweiligen Farbstoffes im Feed wie in den jeweiligen Farbanalysen.

Aus der Analyse des Retentats ist ersichtlich, dass lediglich Murexid die Membrane passiert. Dies bestätigen die Kurven des Permeats.

Literatur

- [1] Farbkreis. http://de.wikipedia.org/w/index.php?title=Datei:Farbkreis_Newton.svg&filetimestamp=20090601180527; visited on November 18th 2010.
- [2] Lab exercise membrane separation technology. http://www.ifd.mavt.ethz.ch/education/Lectures/exp_methods/Handouts/Handouts2010/LabNotes_Separation_2010.pdf; visited on November 14th 2010.
- [3] Lichtspektrum. <http://de.wikipedia.org/wiki/Lichtspektrum>; visited on November 18th 2010.