Ciba Rot filtrieren

Arbeitsblatt

|  |  |
| --- | --- |
| * Ziel dieses Versuchs ist es, die Membranfiltration kennenzulernen und anhand einer Nanofiltration das Trennverhalten einer Membran bei vorgegebener wässriger Lösung auszutesten. * Spezifische Fragen helfen, das Thema zu verstehen. * Es wird das Rückhaltevermögen der Membran für zwei Stoffe und daraus die Selektivität bestimmt. | Anlage 01  Abbildung 1, Versuchsanordnung Membranfiltration |

Theoretischer Teil

Schlüsselfragen zum Thema Membranfiltration:

* Wie ist die Funktionsweise der in diesem Versuch angewendeten Membranfiltration?
* Wie ist das Rückhaltevermögen definiert?
* Wie ist die Selektivität definiert?
* Wie funktioniert eine Dead-End- und wie eine Querstrom-Filtration.
* Was bedeutet Fouling?
* Wann wird eine Membranfiltration angewendet und wann nicht?
* Was ist der Unterschied zwischen der Mikro-, der Ultra- und der Nanofiltration?

Experimenteller Teil

Anlage

Die Versuchsanlage (siehe Skizze) besteht aus:

* Pumpe P 790.80 (von einem Frequenzumrichter gesteuert),
* Durchflussmesser FI 790.20,
* Drucksensor PIS 790.00,
* Druckhalteventil PCV 790.50,
* Vorlagenbehälter B 790,
* drei Membranzellen F790.81, F790.82, F790.83.

Mit dem Frequenzumrichter wird die Drehzahl der Pumpe P790.80 und somit der Durchfluss eingestellt (0 bis 99). Der Durchfluss wird am Durchflussmesser FI 790.20 abgelesen. Mit dem Druckhalteventil PCV 790.50 wird der Druck des Konzentrats (=Retentat) über der Membran eingestellt und am Drucksensor PIS 790.00 abgelesen.

Kenndaten:

|  |  |
| --- | --- |
| Durchflussmessbereich des Konzentrats | 25 bis 150 l/h |
| Druckbereich des Konzentrats | 5 bis 30 bar |
| Vorlagevolumen | 2 Liter |
| Temperaturbereich des Konzentrats | 20 bis 40 °C |
| Zellenabmessung  Länge  Breite  Höhe | 180 mm  42 mm  1 mm |
| Fläche Membran | 0,00756 m2 |



Abbildung 2, Membranfiltraton F790

Hinweise:

Ciba rot F\_B ist ein Mono-Reaktivfarbstoff (mit einer reaktiven Fluorgruppe). Reaktivfarbstoffe reagieren mit den OH-Gruppen der Baumwolle/Cellulose und werden unter anderem nach dem Diazo-Verfahren hergestellt. Am Schluss verbleibt eine wässrige Farbstofflösung, welche noch wesentliche Anteile an NaCl aus der Neutralisation enthält. Diese Lösung wird durch ein Membranverfahren entsalzt. Dabei handelt es sich um eine Diafiltration. Anschliessend wird die Lösung aufkonzentriert und mittels Sprühtrocknung getrocknet. Dabei entsteht direkt der verkaufsfähige Farbstoff.

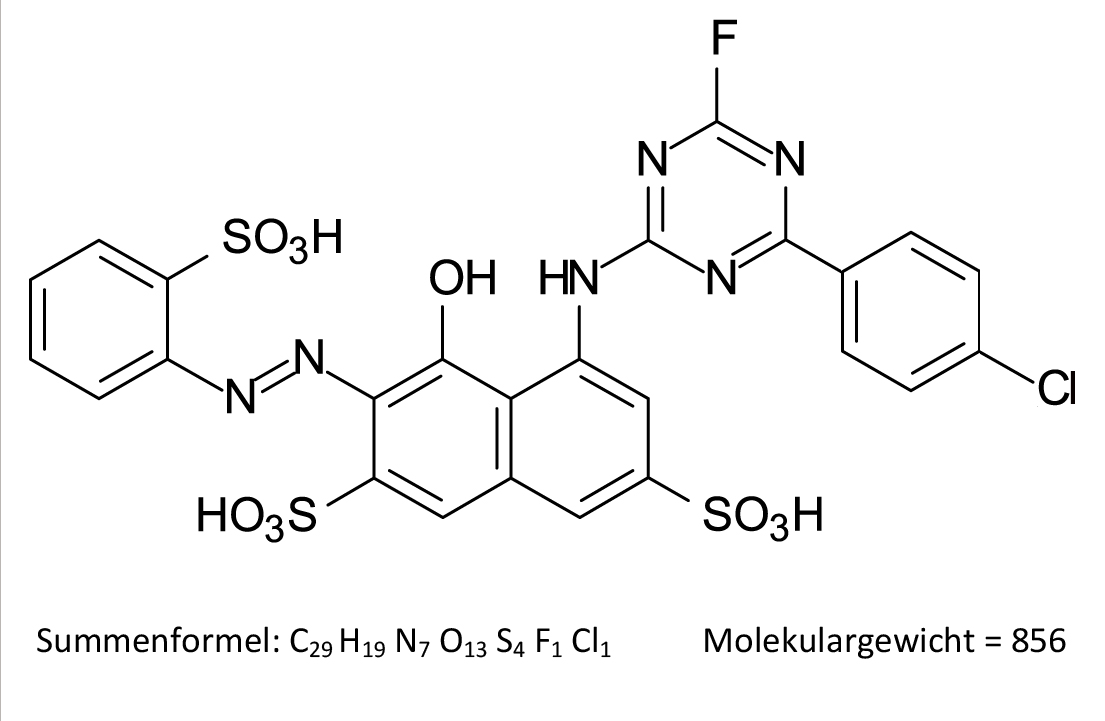


Abbildung 3, Formel Ciba-rot

Versuch

Im Vorlagenbehälter befinden sich ca. 1,5 Liter einer wässrigen Lösung mit folgender Zusammensetzung:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Wasser | 1500 g | 0,0015 m3 |
| NaCl | 7,5 g | 7000 g/m3 |
| Ciba rot F-B | 2 g | 1333 g/m3 |

Das Ziel dieses Versuchs ist die Abtrennung des Farbstoffs mit Hilfe der Nanofiltration. Um dies zu erreichen, benötigt man geeignete Membranen. Diese sollen das Kochsalz gut passieren lassen und das Farbpigment möglichst zurückhalten. Aufgrund der unterschiedlichen Molekül- und Ionenabmessung ist eine Membrantrennung grundsätzlich möglich. Das Trennverhalten von Membranen wird einerseits mit dem Rückhaltevermögen R bezüglich eines Stoffes und der Selektivität bezüglich zweier Stoffe ausgedrückt.

Im vorliegenden Versuch wird das Trennverhalten der Membran NF99HF von Alfa Laval bezüglich der zwei Stoffe NaCl (Kochsalz, MG 58) und dem Farbstoff Ciba rot F-B (MG 856) untersucht.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | p | T |
| [l/h] | [bar] | [°C] |
| 40 | 15 bis 20 | Ca. 20 |
|  |  |  |

Nehmen Sie jeweils ein Muster (min 20 ml) vom Permeat und vom Retentat.

Messen Sie und werten Sie die Muster aus.

Auswertung

Farbpigment

Die Farbpigment-Konzentration wird mit einem Photometer (Genesis 10 Bio, Digitana) bestimmt. Bei einer Wellenlänge von 230 nm ist die Lichtabsorption des Farbpigments maximal. Die Probe des Permeates wird unverdünnt gemessen, die Probe des Retentates muss 100-fach verdünnt werden.

Extinktionskoeffizient  für Farbpigment: 4,7x106 m2/g.

Küvettendicke d 0,01 m

 Wellenlänge für Absortionsmessung 230 nm

F = 100

Absorptionswert Permeat AP = ………………………………..A

Absorptionswert Retentat AR = ………………………………..A

Konzentration Permeat

kF-PP = \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_x 106 g/ m3 = ……………. g/ m3

4.7x106 x 0.01

Konzentration Retentat kF-PR = 100 x \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ x 106 g/ m3 = ……………. g/ m3

4.7x106 x 0.01

Rückhalt der Membran für das Farbpigment = …………………

Salz NaCl

Die Kochsalzkonzentration wird mit einer Potentiometrie bestimmt (Mettler Titrator G20). Dabei wird das Chlor-Ion mit Silber ausgefällt, und das gemessene Potential ändert sich. Die Bestimmung des Äquivalenzpunktes ergibt den molaren Verbrauch an AgNO3, was dem molaren Anteil von Chlor bzw. NaCl entspricht.

MG NaCl 58,44 g/mol

Titer AgNO3 0,976 mol/l (der eingesetzten Lösung)

Einwaage Probe Permeat mP = ………………………………….g (ca. 6 g, genau ablesen)

Messung Titrationsvolumen für Permeat TvP = ………………………. ml

Berechnung Äquivalenzmenge Permeat ÄmP = TvP x Titer = ……………………. mol

1000

Titrierte Masse NaCl im Permeat mNaClP = ÄmP x MG NaCl = …………………….. g

Volumen Einwaage Permeat VP = (mP - mNaClP) x 1ml / g = ……………………….. ml

Konzentration NaCl im Permeat kNaClP = (mNaClP / VP) x 1'000'000 ml/m3 = …………………….. g/ m3

Einwaage Probe Retentat mR = ………………………………….g (ca. 2,5 g, genau ablesen)

Bestimmung Titrationsvolumen für Retentat TvR = ………………………. ml

Berechnung Äquivalenzmenge Retentat ÄmR = TvR x Titer = ……………………. mol

1000

Titrierte Masse NaCl im Retentat mNaClR = ÄmR x MG NaCl = …………………….. g

Volumen Einwaage Retentat VR = (mR - mNaClR) x 1ml / g = ……………………….. ml

Konzentration NaCl im Retentat kNaClR = (mNaClR / VR) x 1'000'000 ml/m3 = …………………….. g/ m3

Rückhalt der Membran für NaCl = …………………

Selektivität der Membran für Farb-Pigment und NaCl

= …………………

Legende:

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Variable | Bedeutung | Einheit |  | Index | Bedeutung |
|  |  |  |  |  |  |
| A  d   | Membranfläche  Schichtdicke (Küvette)  Extinktionskoeffizient | [m2]  [m]  [g/(mxg)] |  | A  CF | Absorption  Cross Flow |
| E  F | Absorptionsmesswert  Faktor | A  [-] |  | E | Eingang |
| FlussPermeat | Massenstromdichte Permeat | [kg/(m2h)] |  | A | Ausgang |
| Flux | Volumenstromdichte Permeat | [l/(m2h)] |  | F  F-P | Feed  Farbpigment |
| MG | Molekulargewicht | [g/mol] |  | G | Grenzwert |
| R | Rückhaltevermögen | [-] |  | i | Stoff i, NaCl |
| S | Selektivität | [-] |  | j | Stoff j, F-B |
|  | Volumenstrom | [l/h] |  | K | Konzentrat |
| V | Volumen | [ml] |  | LM | Lösemittel |
| p | Druck | [bar] |  | M | Muster |
| p | Druckdifferenz | [bar] |  | P | Permeat |
| w | Gewichtsanteil | [g/g] |  | R | Retentat  = Konzentrat |
| T | Titer | [mol/l] |  | S | Spektrometer |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  | T NaCl | Titration |
|  |  |  |  | Trans | transmembran |
|  |  |  |  | V | Verdünnung |
|  |  |  |  | W   | Wasser  Wellenlänge |

Abbildungsverzeichnis:

[Abbildung 1, Versuchsanordnung Membranfiltration](#_Toc71892825), Daniel Mollet, FHNW-Tebisio, 2020

[Abbildung 2, Membranfiltraton F790](#_Toc71892826), Daniel Mollet, FHNW-Tebisio, 2020

[Abbildung 3, Formel](#_Toc71892827) Ciba-Rot, Ernest Hägni, FHNW-Tebisio, 2020