

Über die Behandlung von Membranfiltern.

Von Dr. GERHART JANDER, Göttingen.

(Eingeg. am 26./4. 1922.)

1. Ein Verfahren für das nachträgliche Glätten der Oberfläche.

In einer Reihe von Abhandlungen¹⁾ ist berichtet worden, welche großen Vorzüge gegenüber den Papierfiltern und Goochziegeln die Verwendung von Membranfiltern bei zahlreichen quantitativen chemischen Untersuchungen bietet, und wie häufig bei analytischen Arbeiten vorteilhafte Anwendungsmöglichkeiten hervortreten.

Einer der Hauptvorzüge der Membranfilter ist die große Engporigkeit und damit zusammenhängend die glatte, celluloidähnlich glänzende Oberflächenbeschaffenheit des Filtermaterials, wodurch es ermöglicht wird, Niederschläge, die durch Membranfilter zurückgehalten wurden, wieder quantitativ von ihnen zu entfernen, genau ebenso wie aus einer Porzellan- oder Glasschale. Aus diesem Grunde können auch die Membranfilter bei vorschriftsmäßiger Behandlung eigentlich beliebig oft benutzt werden.

Die Membranfilter, welche man im Handel²⁾ erhält, besitzen nun nicht immer die erwähnte Eigenschaft, sondern weisen, wenn man sie durch Abpressen zwischen Fließpapier von der oberflächlich anhaftenden Feuchtigkeit befreit, mitunter eine matte, stumpfe Oberflächenbeschaffenheit auf, nicht unähnlich den sogenannten matten Celloidinpapiersorten für photographische Zwecke. Auch ein ursprünglich vorzügliches Membranfilter kann bei längerem Gebrauch — z. B. durch das Abschaben der Niederschläge mit einem Hornspatel, durch starkes Abpinseln usw. — seine glänzende Oberflächenbeschaffenheit etwas einbüßen. An matten Oberflächen bleiben aber natürlich eher Niederschlagsteilchen haften und lassen sich von ihnen schwieriger entfernen als von spiegelnd glänzenden.

Auf Grund einer eingehenden Untersuchung³⁾, die hauptsächlich das Material der Membranfilter zum Gegenstand hatte und eine genauere Kenntnis der Filtersubstanz ergab, ist es gelungen, ein einfaches und bequemes Verfahren zu finden, den Membranfiltern, die aus irgendwelchen Gründen eine matte Oberfläche zeigen, in kurzer Zeit die für die Verwendung bei quantitativen Arbeiten unerlässlich notwendige glatte und glänzende Oberflächenbeschaffenheit zu geben. Das geschieht folgendermaßen: Das Filter mit der zu glättenden Oberfläche wird zunächst etwa eine halbe Stunde lang auf dem siedenden Wasserbade in einer größeren Porzellanschale mit destilliertem Wasser von 75–80° Celsius behandelt. Das Filter wird dabei immer mit Wasser ganz bedeckt gehalten. Dann nimmt man es heraus und legt es noch völlig naß auf eine ungefähr 8–10 mm starke, quadratische Spiegelglasplatte, deren Seitenlänge etwas größer ist als der Durchmesser des Filters. Nunmehr wird eine zweite Spiegelglasplatte derselben Dicke und Größe darübergelegt, wobei darauf zu achten ist, daß das Filter sich luftblasenfrei zwischen den beiden Glasplatten befindet. Die beiden Spiegelgläser werden durch vier übergreifende Schraubzwangen überall gleichmäßig fest gegeneinandergepreßt, so daß das Filter sich unter starkem Druck befindet. Um ein Zerspringen der Glasplatten zu vermeiden, legt man an den Stellen, an welchen die Metallzwangen (Messing), auf die Glasplatten aufdrücken, Scheibchen von Leder oder dünnerem weichen Holz zwischen Metall und Glas. Diese Apparatur wird nun in einer geräumigen Porzellanschale mit destilliertem Wasser auf dem Bade auf 75–80° Celsius erwärmt und bei dieser Temperatur etwa eine Stunde lang gehalten. Währenddessen zieht man von Zeit zu Zeit die Metallzwangen ein wenig mehr an, falls es nötig sein sollte. Danach nimmt man die Apparatur heraus, läßt sie erkalten und nimmt sie auseinander. Das Filter hat nunmehr die gewünschte spiegelnd glänzende Oberfläche erhalten.

Es fragt sich jetzt, ob und in welchem Maße — abgesehen von der Glättung der Oberfläche — die Eigenschaften des Membranfilters insbesondere die Filtrationsdauer durch die beschriebene Behandlung sich verändert haben. Was die Elastizität, Schmiegsamkeit, Widerstandsfähigkeit usw. anbelangt, so bemerkt man keine wesentliche Veränderung des Filters. Die Filtrationsdauer hingegen nimmt etwas zu, die Porenweite der Membran hat sich offenbar durch den Glättungsprozeß verringert, wie aus folgenden Versuchen hervorgeht: Je 200 ccm destillierten Wassers von ungefähr 18° Celsius wurden vor dem Glättungsprozeß wiederholt durch das Membranfilter hindurchfiltriert und unter denselben äußeren Bedingungen nach der Behandlung

abermals. Der mittels einer Wasserstrahlsaugpumpe erzeugte Unterdruck in der Apparatur konnte an einem eingeschalteten Manometer abgelesen werden. Er wurde stets auf annähernd 10,0 cm Quecksilbersäule gehalten. Als Filtrationsdauer wurde der Zeitabschnitt notiert, welcher zwischen dem Augenblick der ersten Berührung von Membran und Wasser und dem Momente lag, in welchem der letzte Flüssigkeitstropfen von der Membranfilteroberfläche verschwunden war. Während der Filtrationsversuche war natürlich immer darauf geachtet worden, daß die in der Trichterapparatur eingespannte Membran stets überall völlig mit Wasser bedeckt war. Gearbeitet wurde mit kleinen Membranfiltern für analytische Zwecke und der kleinen Filtrierapparatur⁴⁾.

Nummer des Filters	Filtrationsdauer ⁶⁾ von 200 ccm destilliertem Wasser					
	vor dem Glättungsprozeß in Minuten und Sekunden			nach dem Glättungsprozeß in Minuten und Sekunden		
	1.	2.	3.	1.	2.	3.
I. ⁵⁾	2' 18"	2' 24"	2' 30"	3' 25"	3' 30"	3' 28"
II.	4' 01"	4' 17"		8' 16"		
III.	3' 25"	3' 30"	3' 28"	4' 20"	4' 23"	4' 30"
IV. ⁵⁾	4' 23"	4' 30"		8' 25"	8' 40"	
V.	6' 33"	7' 12"		10' 37"		

Eine noch glattere Oberfläche der Membranfilter läßt sich erzielen, wenn man die in der geschilderten Weise zwischen zwei Spiegelglasplatten naß und luftblasenfrei eingeklemmten Filter etwa eine Stunde lang in einem Heizschränkchen bei Gegenwart einer mit Wasserdampf gesättigten Atmosphäre — um dies zu erreichen, wird einfach ein Schälchen mit Wasser in den Heizschrank gestellt — auf 90° Celsius erhitzt. Auch hierbei muß man gegebenenfalls die Schraubzwangen von Zeit zu Zeit etwas mehr anziehen. Die nach dieser Methode geglätteten Membranfilter haben gewöhnlich eine so vorzüglich glänzende Oberflächenbeschaffenheit, daß Wasser sie kaum benetzt, sondern sich auf ihnen wie auf einer Paraffin- oder Celluloidplatte in einzelnen Tropfen ansammelt. Allerdings steigt die Filtrationsdauer der so behandelten Membranen etwa auf das Doppelte an. Filter IV und V der vorstehenden Tabelle sind nach dem zweiten Verfahren geglättet.

2. Das Aufbewahren der Membranfilter.

Die „Membranfilter für analytische Zwecke“ müssen, wenn sie ihre durch die Herstellungsweise erhaltenen Eigenschaften (Porenweite, Elastizität und Schmiegsamkeit usw.) lange Zeit beibehalten sollen, feucht aufbewahrt werden. Läßt man sie trocken liegen, so verändert sich die Gelstruktur des Filtermaterials, und die Membranen verlieren einen Teil ihrer wertvollen Eigenschaften: sie schrumpfen weitgehend zusammen, büßen ihre Schmiegsamkeit ein und werden brüchig, und die Porenweite erleidet beträchtliche Änderungen. Demgemäß wurden am Allgemeinen Chemischen Universitätslaboratorium zu Göttingen die Membranfilter zunächst stets in bedeckten Glasschalen unter destilliertem Wasser aufbewahrt. Eine sich über mehrere Semester erstreckende Beobachtung jedoch lehrte, daß diese Aufbewahrungsart noch nicht ideal genannt werden kann. Es scheint nämlich, als ob die Membranfiltersubstanz ein guter Nährboden für bestimmte, bisher nicht näher untersuchte Pilzsorten ist. Erneuert man in der Glasschale das destillierte Wasser über den Membranfiltern nicht häufiger, so bilden sich in schnell zunehmendem Maße mehr oder weniger große grauweiße, schleimige Flocken. Diese Pilzkolonien können allmählich die Poren immer mehr zusetzen und verstopfen, so daß die Membranfilter ihre ursprünglich hohe Filtrationsgeschwindigkeit verlieren und jetzt auch bei vorzüglichem Unterdruck in der Filtrierapparatur Wasser nur tropfenweise hindurchfiltrieren lassen. Die Universitätskinderklinik in München hat einer Mitteilung der Firma E. de Haën zufolge ganz ähnliche Beobachtungen gemacht.

Diese unliebsame Erscheinung des Zusetzens der Filterporen hat sich nun in einfacher Weise dadurch vermeiden lassen, daß auf den Boden der Glasschale, in welcher die Membranfilter unter destilliertem Wasser aufbewahrt werden, ein Stückchen blankes Kupferblech gelegt wurde. Dadurch wird die Bildung der Pilzflocken hintangehalten. Membranfilter, die in dieser Weise monatelang ohne Wassererneuerung aufbewahrt wurden, zeigten nachher die gleiche hohe Filtrationsgeschwindigkeit wie zuvor. [A. 103.]

⁴⁾ Ztschr. f. analyt. Chem. 58, 249 f. [1919].

⁵⁾ Filter I würde nach Umrechnung auf die Dimensionen des großen Filtrierapparates und unter Berücksichtigung der in der Ztschr. f. analyt. Chem. 58, 250 (1919) gegebenen Definition etwa einem sogenannten 30-Sekundenfilter entsprechen. Durch den Glättungsprozeß ist aus ihm ein 40-Sekundenfilter geworden. Ferner: Filter IV z. B. war vor der Behandlung ein 50-Sekundenfilter und ist danach ein 100-Sekundenfilter.

⁶⁾ Die Filtrationsversuche wurden größtenteils von Herrn H. Maas durchgeführt.

¹⁾ Ztschr. f. analyt. Chem. 58, 241 ff. [1919]; 60, 289 ff. [1921]; 61, 145 ff. [1922].

²⁾ Sie werden von der Firma E. de Haën in Seelze bei Hannover hergestellt.

³⁾ Die Untersuchungen wurden gemeinsam mit Herrn H. Maas durchgeführt. Über die Ergebnisse soll in der nächsten Zeit berichtet werden. Vgl. auch: „Beiträge zur Kenntnis der Membranfilter und zu ihrer Verwendbarkeit in der analytischen Chemie“. Dissertation von H. Maas, Göttingen 1922.