# Eigenschaften und Anwendung der Glasfilter II*)

Von Dipl.-Phys. W. Frank und Chem.-Ing. D. Kutsche
Jenaer Glaswerk Schott & Gen., Mainz.

## Trennung der Phasen fest-flüssig

Zur Trennung der Phasen fest-flüssig werden für die qualitative Analyse und die präparative Chemie Filternutschen, für die quantitative Analyse Filtertiegel verwendet.

Die Glasfiltertiegel sind besonders geeignet für Niederschläge, die bis zur Gewichtskonstanz getrocknet werden müssen. Nach vorschriftsmäßiger Reinigung (s. u.) wird der Filtertiegel bei 110 °C rasch gewichtskonstant. Nach der Filtration wird er mit dem feuchten Niederschlag in den bis zu 150 °C heißen Trockenschrank gestellt und dort bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Je nach Bestimmung kann man an der freien Luft oder im Exsikkator abkühlen. Zum Glühen von Niederschlägen werden die Tiegel in den kalten elektrischen Ofen gestellt und können dort bis auf 500 °C erwärmt werden. Nach Abschalten des Stromes sollen sie bis wenigstens 200 °C im Ofen abkühlen. Erhitzen über 500 °C kann zum Zerspringen der Tiegel nach dem Wiederabkühlen führen. Bei richtiger Behandlung und einwandfreier Reinigung verliert ein Filtertiegel bei jeder quantitativen Analyse nur etwa 0,2 bis 0,3 mg an Gewicht.

Filterplatten der Porosität 0, 1 und 2 werden von Wasser und niedrig viscosen Flüssigkeiten auch ohne Anwendung von Vakuum oder Druck durchlaufen. Die Filtrationsgeschwindigkeit kann entweder durch Anwendung von Druck auf der Filterplatte (Druckfiltration) oder durch Druckminderung auf der Seite des Filtratabflusses (Saugfiltration) erhöht werden. Die Anwendung von Druck oder Vakuum ist auch dann erforderlich, wenn der Durchfluß durch den sich bildenden Filterkuchen gehemmt wird. Durch Filter der Porosität 3, 4 oder 5 ist in jedem Fall unter Anwendung von Druck oder Vakuum zu filtrieren. Hauptsächlich wird im Laboratorium die Saugfiltration angewendet.

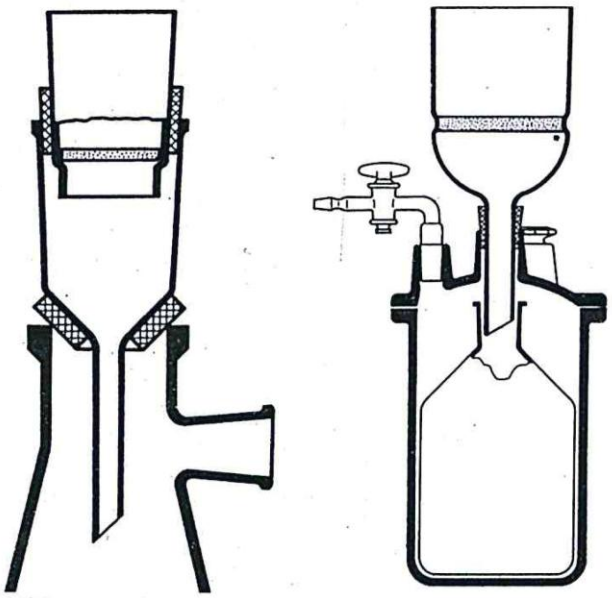

Abb. 4.a) Filtriergerät mit Saugflasche, b) Filtrierapparat nach *Witt*.

*) Teil I diese Ztschr. *19*, 145 [1968].

*Saugfiltration*

Zum Absaugen benötigt man normalerweise Saugflaschen oder verwendet spezielle Filtrier-Apparate. Abb. 4a zeigt ein Filtriergerät mit Saugflasche. Der Filtertiegel ist hier über einen Filtriervorstoß mit der Saugflasche verbunden. Abb. 4b zeigt den Filtrier-Apparat nach *Witt*.

Wenn es darauf ankommt, ein klares Filtrat in größerer Menge und nicht den Feststoffanteil zu gewinnen, wird in vielen Fällen die sogenannte umgekehrte Filtration angewendet. Man läßt den Niederschlag absetzen und saugt die darüberstehende Flüssigkeit durch ein Eintauchfilter. Da sich bei dieser Methode kaum ein Filterkuchen auf der Filterplatte absetzen kann, lassen sich hohe Filtrationsgeschwindigkeiten erreichen und größere Mengen schnell verarbeiten. Eine derartige Anordnung zeigt Abb. 5.

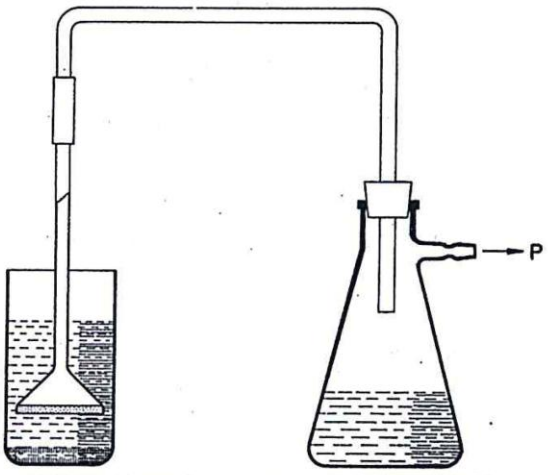


Abb. 5. Anwendung zur umgekehrten Filtration.

Speziell für radiochemische Arbeiten sind dreiteilige und zweiteilige Filternutschen verfügbar (s. Abb. 6a u. Abb. 6b). Bei der dreiteiligen Filternutsche kann die eingelegte Filterplatte mit dem abfiltrierten radioaktiven Niederschlag direkt zur Messung in ein Zählrohrgerät gebracht werden. Der Außendurchmesser paßt zu den Meßvorrichtungen der meisten Zählrohrgeräte. Der Niederschlag kann in der üblichen Weise vor oder nach der Messung auf dem Mittelteil getrocknet und gewogen werden. Bei der zweiteiligen Filternutsche wird ein feuchtes Papier- oder Membranfilter auf die Filterplatte gelegt und das Oberteil fest angedrückt. In beiden Fällen erhält man den radioaktiven Niederschlag in sehr gleichmäßiger Schicht, wie sie zur genauen Messung radioaktiver Isotopen erforderlich ist.

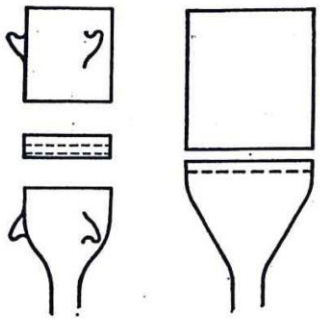

Abb. 6. a) Dreiteilige Filternutsche für radioaktive Arbeiten. b) Zweiteilige Filternutsche für radioaktive Arbeiten.

Abb. 7 zeigt einen Filterkolben, der die komplexometrische Zuckerbestimmung nach *Potterat-Eschmann* verbessert und erleichtert. An einem Rundkolben ist hier im Winkel von 120° ein *Allihn*sches Rohr angesetzt. Diese neue Kombination von Filtrier- und Kochgefäß schließt Substanzverluste aus, da Kochen und anschließendes Filtrieren in einem Gefäß durchgeführt werden. Daraus ergibt sich außerdem

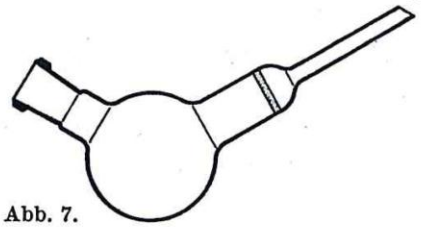

Abb. 7. Filterkolben nach *Potterat-Eschmann*.

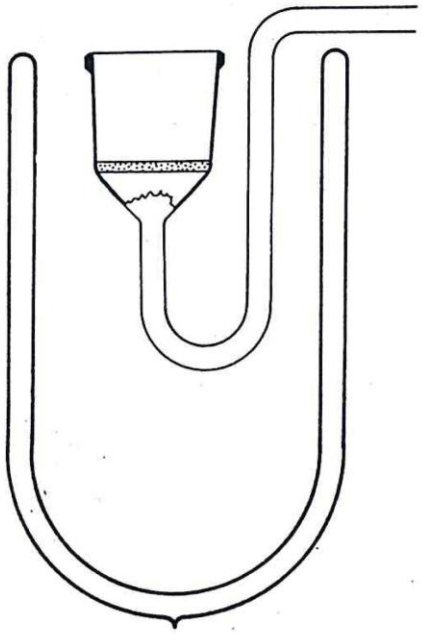

Abb. 8. Anordnung zur Filtration bei niedrigen Temperaturen.

eine bei Serienanalysen wichtige Zeitersparnis. In die Hülse wird der Rückflußkühler eingesetzt.

Soll ein Stoff durch Auflösen in einem geeigneten Lösungsmittel bei gewöhnlicher Temperatur und Abkühlen der Lösung auf eine Temperatur tief unter 0 °C umkristallisiert werden, muß man in einem Kältebad filtrieren. Eine solche Anordnung zeigt Abb. 8. Man verwendet Glasfilternutschen, wobei man den Trichterstiel durch Anschmelzen einer Glasröhre verlängert und in U-Form biegt, um die Nutsche in das Kühlgemisch in einem *Dewar*-Gefäß eintauchen zu können.

Ebenfalls für Kristallisationen und anschließende Filtration bei niedriger Temperatur sind Eintauchnutschen gut geeignet. Es genügt hierbei, das Kristallisationsgefäß gut zu kühlen.

*Druckfiltration*

Die Druckfiltration wird an Stelle der Vakuumdestillation angewendet zur

Filtration heißer, gesättigter Lösungen, um Lösungsmittelverluste und Verstopfung der Filterplatte durch Kristallisation zu vermeiden,

Filtration von Lösungen in niedrig siedenden Lösungsmitteln, wie z. B. Äther,

Filtration in inerter Atmosphäre,

Filtration von Flüssigkeiten, die nicht entgast werden sollen.

Abb. 9 zeigt das Druckfilter nach *Dannley*. In der aufgeschraubten Kunststoffkappe, die den Füllstutzen verschließt, befindet sich eine Membran als Überdrucksicherung. Sie reißt, wenn der Druck 1,5 atü übersteigt und verhindert dadurch eine Beschädigung der Filterplatte.

Abb. 9. Druckfilter nach *Dannley*.

*Filtration kleiner Stoffmengen*

Für die Filtration kleiner Stoffmengen stehen Mikro-Glasfiltergeräte zur Verfügung. Abb. 10 zeigt die Anwendung eines Mikro-Eintauchfilters. Der Durchmesser der Filterplatte beträgt 10 mm. Es dient zum Absaugen kleiner Lösungsmittelmengen unter Filtration. Die Anordnung erlaubt, den abfiltrierten Filterrückstand gleich in demselben Gefäß weiter zu verarbeiten, z. B. umzukristallisieren. Bei dieser Arbeitsweise sind die Verluste an Feststoffen sehr gering.

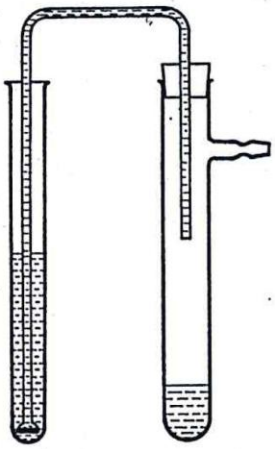

Abb. 10. Anwendung des Mikro-Eintauchfilters.

Mikro-Filternutschen werden mit einem Plattendurchmesser von 10 mm und einem Inhalt von 0,8 ml bzw. 2 ml hergestellt. Bei dem geringen Plattendurchmesser ist bei Verwendung der Porosität 4 naturgemäß auch die Durchflußgeschwindigkeit gering. Bei Vorliegen einer kleinen Feststoffmenge in einem großen Flüssigkeitsanteil empfiehlt sich daher die Anwendung der in Abb. 11 gezeigten Mikro-Filternutsche nach *Pregl*. Die Glasfilterplatte der Porosität 1 dient hier als Unterlage für eine Asbestschicht, die durch Ansaugen von Asbestmilch gleichmäßig auf der Filterplatte angebracht wird.

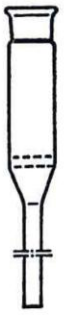

Abb. 11. Mikro-Filternutsche nach *Pregl*.

**Trennung der Phasen fest-gasförmig**

Beim Arbeiten mit Gasen ist es oft erforderlich, das Gas von mechanischen Verunreinigungen wie Staub, mitgerissenen Teilchen aus festen Trockenmitteln, Katalysatoren u. a. zu befreien. Während sich für das Filtrieren von Luft die normalen Glasfilternutschen verwenden lassen, werden zum Einbau in Gasleitungen spezielle Einbaufilter hergestellt (s. Abb. 12a u. 12b). Quantitativ analytisch wird das in Abb. 12a gezeigte Kugelfilter für Staubbestimmung in Gasen, z. B. zur Flugaschebestimmung, eingesetzt.

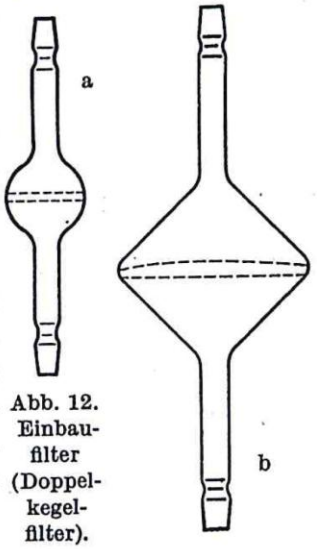


Abb. 12. Einbaufilter (Doppelkegelfilter).

Die Einbaufilter werden auch häufig zur Druck- oder Saugfiltration pharmazeutischer Lösungen verwendet. Das Kugelfilter mit einer Filterplatte der Porosität 4 dient auch als Quecksilber-Rückschlagventil oder Quecksilber-Sperrventil, da Filterplatten dieser Porosität für Quecksilber bei Druckunterschieden bis zu einer Atmosphäre undurchlässig sind.

**Sterilisation**

Zur Sterilisation dienen die sogenannten Bakterienfilter mit Glasfilterplatte der Porosität 5. Der Nennwert der maximalen Porenweite liegt hier zwischen 1 und 1,7 μm. Versuche mit *Bacterium prodigiosum* als hierfür gebräuchlichstem Testkeim ergaben, daß auch bei Filtration sehr dichter Suspensionen bei einem Nennwert der maximalen Porenweite von 2 μm Keimfreiheit des Filtrates gewährleistet war. Verwendet wurde ein aus nahezu runden Keimen bestehender Stamm. Versuche mit dem Sporenbildner *Bazillus mesentericus* brachten das gleiche Ergebnis.

Interessant ist dabei die Feststellung, daß dünne Suspensionen dieser Keime

(15000 bis 90000 Keime/ml) noch durch Filter der Porosität 3 steril filtriert werden konnten. Bei Filtration dichter Suspensionen durch diese Filter konnte in keinem Fall ein keimfreies Filtrat gewonnen werden. Die Poren sind schon so eng, daß alle Keime der dünnen Suspension an den Porenwänden haften bleiben. Sind die Wände abgesättigt, so können bei einer dichten Suspension Keime noch hindurchtreten. Direkte Siebwirkung liegt nur bei einer maximalen Porenweite von 2 μm und darunter vor, d. h. nur hier sind die Poren kleiner als die abzufangenden Bakterien.

Die Filtration ist eine der wichtigsten Methoden zur Herstellung steriler Lösungen ohne Anwendung höherer Temperatur, die in sehr vielen Fällen zur Umwandlung oder Zersetzung der in der Lösung enthaltenen Wirkstoffe führen würde. Verwendet werden Glasfilternutschen der üblichen Form. Abb. 13 zeigt eine Filtrationseinrichtung für Sterilfiltration. Als Sauggefäß dient eine Filtrationsglocke mit angeschmolzener Bakterien-Filternutsche und Schraubverschluß aus Metall. Eingesetzt wird eine Kulturflasche zum Auffangen des sterilen Filtrats. Die Erweiterung des Saugstutzens wird mit Watte gestopft. Nach der Filtration und nach Abschrauben des Verschlusses läßt man die eingesetzte Kulturflasche unter dem Schutz der Glocke herausgleiten und verschließt sie nach dem Abflammen des Halses mit einer *Kapsenberg*-Kappe.

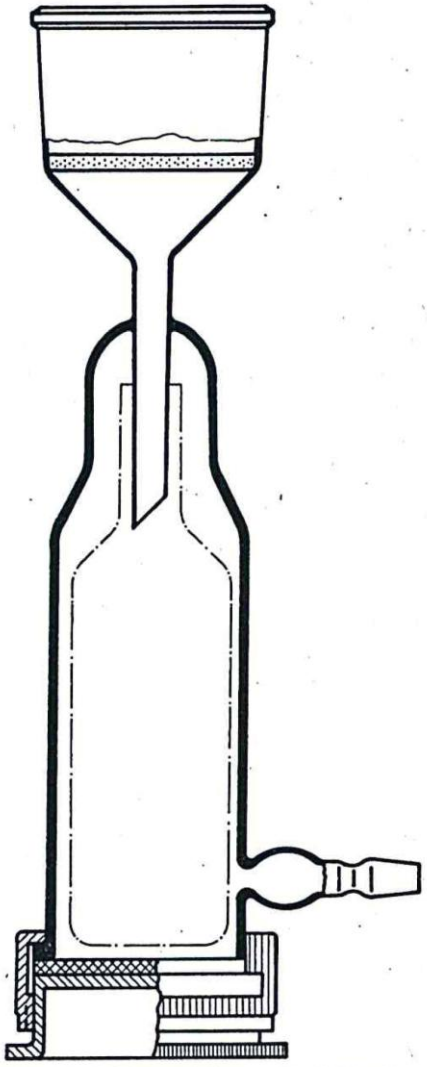

Abb. 13. Filtriergerät zur Sterilfiltration.

Zur keimfreien Filtration von Gasen, z. B. zur sterilen Belüftung von Pilz- und Bakterienkulturen, finden Einbaufilter nach Abb. 11 Verwendung. Hier ist die Porosität 3 ausreichend, wenn der Raum vor der Filterplatte auf der Lufteintrittsseite gleichmäßig und lose mit Watte ausgestopft wird.

**Gas- und Flüssigkeitsverteilung**

Neben ihrer Anwendung für Filtrationen werden Glasfilterplatten auch zur Gas- und Flüssigkeitsverteilung im Labor- und Technikumsmaßstab eingesetzt. Abb. 14a—c zeigt Geräte zur Gasverteilung, wie sie für Reaktionen zwischen Gasen und Flüssigkeiten benützt werden. Die Mikro-Filterkerze kann in Reagensgläser eingeführt werden. Der äußere Durchmesser der Kerze beträgt 13 mm, die Länge 25 mm.

Wird in Gaswaschflaschen die Verteilung des Gases in der Flüssigkeit durch Glasfilterplatten vorgenommen, kann die Absorptionswirksamkeit beträchtlich erhöht werden. Derartige Gaswaschflaschen arbeiten auch bei großen Strömungsgeschwindigkeiten noch zuverlässig. In Abb. 15 ist die Wirksamkeit einer Gaswaschflasche mit und ohne Glasfilterplatte dargestellt.

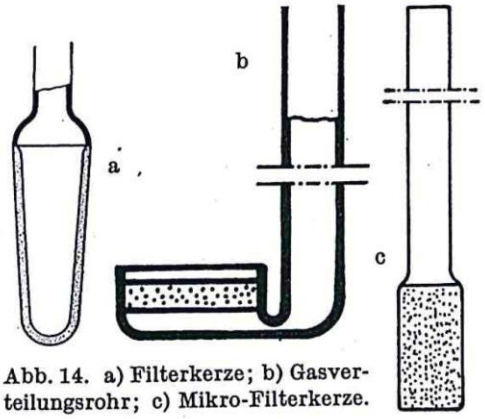


Abb. 14. a) Filterkerze; b) Gasverteilungsrohr; c) Mikro-Filterkerze.

Abb. 16 zeigt die neue Ausführung einer Sicherheits-Gaswaschflasche. Übersteigt der Druck auf der Seite des Gasaustritts den Druck auf der Gaseintrittsseite, wird die Waschflüssigkeit in den erweiterten Innenraum über der Filterplatte gedrückt und kann nicht in die Gasleitung übertreten. Wenn der Druck 1,5 atü übersteigt, reißt die in der aufgeschraubten Kunststoffkappe eingelegte Überdrucksicherung. Sie schließt damit aus, daß Schläuche bzw. angeschlossene Gefäße platzen oder die Filterplatte bricht.

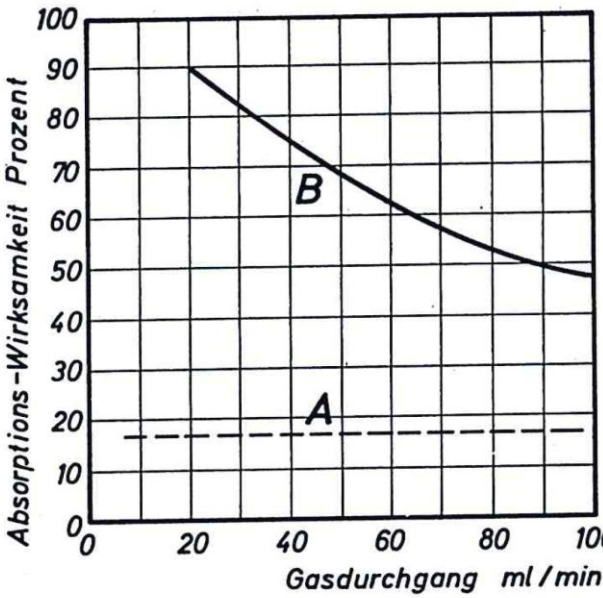


Abb. 15. Absorptionswirksamkeit von zwei Gaswaschflaschen. A ohne Glasfilterplatte; B mit Glasfilterplatte.

Die feine Gasverteilung in Flüssigkeiten ist nicht nur wichtig, um Gase intensiv zu waschen, sondern auch um Reaktionsprodukte nach Durchgang einer bestimmten Gasmenge quantitativ zu analysieren. Hierzu werden Glasfilterplatten in Absorptionsvorlagen eingeschmolzen, beispielsweise zur quantitativen Schwefelbestimmung nach *Grote-Krekeler*.

Eine gleichmäßige und feine Flüssigkeitsverteilung ist besonders bei Durchführung von Extraktionen wichtig. Abb. 17 zeigt einen Universal-Extraktor, der durch Umwechseln der verschiedenen Filtereinsätze fünf Anwendungsmöglichkeiten bietet als

Durchflußextraktor,
Perkolator,
*Soxhlet*-Extraktor,
Perforator für spezifisch leichte Extraktionsmittel,
Perforator für spezifisch schwere Extraktionsmittel.

Als Extraktoreinsätze werden Einsatztiegel aus Glas mit

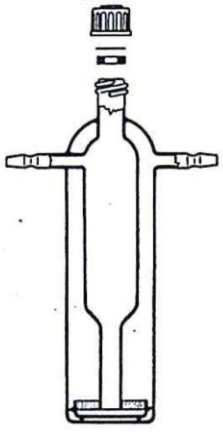

Abb. 16. Sicherheits-Gaswaschflasche.

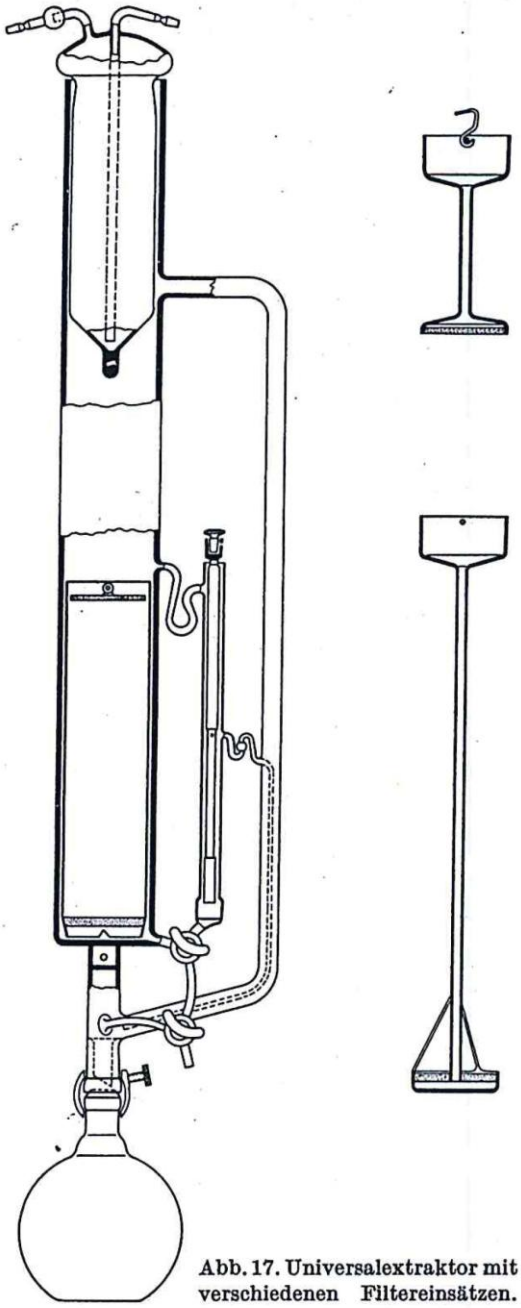

Abb. 17. Universalextraktor mit verschiedenen Filtereinsätzen.

eingeschmolzener Glasfritte oder Filterkerzen nach Abb. 18 verwendet. Gegenüber Extraktionshülsen aus Filterpapier ergibt sich hier der Vorteil, daß man auch mit sauren Extraktionsmitteln arbeiten kann.

Abb. 18. Filterkerze, geeignet als Extraktionshülse.

Für die Begasung von Flüssigkeiten sowie für die Probleme der Flüssigkeitsextraktion gibt es eine Anzahl von Rechenregeln, mit denen man die Durchflußmenge und die erforderliche Druckhöhe ermitteln kann[3]).

**Behandlung und Reinigung**

Plötzlicher Temperaturwechsel und ungleiche Erwärmung sollten vermieden werden. Glasfilternutschen und Doppelkegelfilter sowie andere Glasfiltergeräte mit Plattendurchmessern von mehr als 50 mm dürfen nicht in einen bereits erwärmten Ofen oder Sterilisator gebracht werden. Durch die langsamere Erwärmung der Platte gegenüber der Gefäßwandung würde diese sich während des Aufwärmens vergrößernde Temperaturdifferenz zu inneren Spannungen führen. Die Aufheizgeschwindigkeit sollte nicht über 2 °C/min liegen.

Im Trockenschrank oder Sterilisator sollten Filtergeräte nach Möglichkeit auf dem Gefäßrand stehen (Stiel nach oben), wobei Durchbrüche in der Aufstellfläche für die Luftkonvektion zwischen dem Innenraum des Gefäßes und dem Ofenraum vorteilhaft sind. Ist die Schräglage von Filtergeräten im Ofen unumgänglich (Doppelkegelfilter), so muß der Auflagepunkt im Bereich der Filtereinschmelzung gegen vorzeitige Erwärmung durch Unterlegen eines wärmeisolierenden Stoffes, wie z. B. Asbest, geschützt werden.

[3]) Frank, W.: GIT *11*, 683 [1967].

Zur Abkühlung verbleiben die Filtergeräte im Trockenschrank, Sterilisator oder Autoklaven. Die Abkühlzeit, bedingt durch die Wärmeträgheit dieser Heizeinrichtungen, ist ausreichend groß.
Glasfilter sollten stets unmittelbar nach Benutzung gereinigt werden.

*Reinigung neuer Glasfiltergeräte*

Vor der erstmaligen Benutzung eines Filtergerätes wird zur Entfernung von Staub und Glassplittern heiße Salzsäure und anschließend destilliertes Wasser in mehreren Portionen bei möglichst gutem Vakuum durch die Filterplatte gesaugt. Es ist wichtig, daß die folgende Portion Wasser immer erst dann aufgegossen wird, wenn die vorhergehende vollständig durchgesaugt ist. Diese als „Durchreißen" bezeichnete Filtrationsweise ist nur für die Reinigung der Filter anzuwenden, keinesfalls für präparative oder analytische Filtrationen.

*Mechanische Reinigung*

Wenn kein Niederschlag in die Poren eingedrungen ist, genügt in vielen Fällen ein Abspritzen der Oberfläche an der Wasserleitung oder mit der Spritzflasche. Die Oberfläche der Filterplatte kann dabei mit einem Pinsel oder einem Gummiwischer abgewischt werden.
Sind Teile des Niederschlages in die Poren eingedrungen, so ist eine Rückspülung nötig. Bei Filtergeräten der Porositäten 0 bis 2 kann dies direkt an der Wasserleitung geschehen, indem z. B. der Stiel der Nutsche über einen Gummischlauch an den Wasserhahn angeschlossen wird und das Wasser von rückwärts durch die Filterplatte strömt. Der eingesetzte Wasserdruck darf dabei 1 atü nicht übersteigen. Bei den Porositäten 3, 4 und 5 spritzt oder wäscht man den Niederschlag von der Platte ab und saugt Wasser entgegengesetzt zur Filtrationseinrichtung durch.
Bei der Gasfiltration durch Staub und Schmutz verstopfte Filter lassen sich durch Behandeln mit einer warmen Lösung von Spülmitteln und nachfolgendes Durchblasen reiner Luft von der sauberen Filterseite her regenerieren. Mit dem Schaum treten die Schmutzteile an die Oberfläche und werden durch Spülung mit Wasser entfernt.

*Chemische Reinigung*

Sind auch nach der mechanischen Reinigung noch Poren der Filterplatte verstopft, oder will man vor Filtration eines neuen Systems sich vergewissern, daß kein Rückstand von einem früheren Arbeitsgang in den Poren des Filterkörpers verblieben ist, ist eine gründliche chemische Reinigung notwendig. Die Wahl des verwendeten Lösungsmittels richtet sich dabei natürlich nach der Art der Verunreinigung.
Bei biochemischen Arbeiten ist eine Reinigung mit Dichromatschwefelsäure zu vermeiden, weil die in ihr vorhandenen und durch Reduktion neu entstehenden Chrom(III)-Verbindungen an der Oberfläche der Filterplatte adsorbiert werden. Durch ihre Abgabe bei erneutem Gebrauch können biologische Sub-

stanzen erheblich geschädigt werden. Diese Gefahr entfällt bei Verwendung von Schwefelsäure mit Zusatz von Nitrat oder Perchlorat. Es entstehen nur leichtlösliche Reduktionsprodukte, die sich durch Nachwaschen mit Wasser rückstandslos entfernen lassen.
Da heiße konz. Phosphorsäure und heiße Laugen die Glasoberfläche angreifen, sind sie als Reinigungsmittel ungeeignet. Müssen sie filtriert werden, so ist eine Vergrößerung der Porendurchmesser und damit eine Verkürzung der Lebensdauer der Filtergeräte unvermeidlich.

*Sterilisation*

Jedem Bakterienfilter wird vom Hersteller ein Prüfschein und eine Behandlungsvorschrift für Reinigung und Sterilisation beigelegt. Für die Erwärmung bei der Sterilisation gelten die unter 8. gegebenen Hinweise. Nutschen mit nasser Filterplatte werden zunächst im Sterilisator nur auf 80 °C erwärmt und dann bei dieser Temperatur mindestens 1 Stunde getrocknet. Erst dann wird die Temperatur weiter gesteigert. Auch vor der Dampfsterilisation im Autoklaven müssen die Filter in gleicher Weise getrocknet werden.