

Vergleich zweier verschiedener Auswaschmethoden

Stofftrennung mittels Auswaschung bei Membranfiltration

Eine wichtige Anwendung der Membrantechnik ist die Trennung von zwei (oder mehr) gelösten Komponenten aufgrund ihrer unterschiedlichen Molmasse.

Die Komponente mit der höheren Molmasse wird besser von der Membran zurückgehalten als das kleine Molekül, somit können die zwei Stoffe durch Zugabe von Waschwasser getrennt werden. Man sagt dann, dass das kleine Molekül ausgewaschen wird.

Im Folgenden nennen wir Hauptprodukt die Komponente mit der höchsten Molmasse (dies ist unser wertvolles Produkt, das wir aufreinigen wollen) und Nebenprodukt die Komponente mit der kleinsten Molmasse (dies ist eine Verunreinigung, die ausgewaschen werden soll). Natürlich gibt es auch den umgekehrten Fall, dass das auszuwaschende Molekül das gewünschte Produkt ist.

Die Voraussetzung für eine erfolgreiche Trennung ist, dass der Rückhalt der Hauptkomponente nahe 100% ist und derjenige des Nebenproduktes nahe 0% ist. Um dies zu erreichen sagt man als Faustregel, dass die Molmassen sich mindestens um Faktor 5 unterscheiden sollen. Die Trenngrenze (Cut off) der Membran muss so gewählt werden, dass sie sich zwischen den Molmassen der beiden Komponenten befindet. Als Beispiel, wenn die Hauptkomponente 1000g/mol und die Nebenkomponente 200g/mol haben, dann ist die Trennung mit einer Membran mit Trenngrenze 500-700g/mol denkbar.

Es gibt grundsätzlich zwei Möglichkeiten, diese Trennung in der Praxis durchzuführen:

1. Stufenweise Auswaschung durch mehrfache Konzentrierung – Verdünnung. Dies ist die älteste und einfachste Methode. Die Produktlösung wird zuerst aufkonzentriert, dann wird der Behälter wieder mit Waschwasser aufgefüllt und erneut konzentriert. Diese Sequenz Verdünnung – Konzentrierung wird solange wiederholt, bis die gewünschte Reinheit des Hauptproduktes erreicht wird.

2. Kontinuierliche Diafiltration. Hier wird mit Hilfe einer externen Pumpe kontinuierlich Waschwasser zudosiert, und zwar mit der gleichen Rate wie Permeat entfernt wird, sodass das Niveau im Behälter konstant bleibt. Man spricht von Diafiltration bei konstantem Niveau.

Wenn wir hier und im folgenden Text von Waschwasser sprechen, kann dies auch jedes andere Lösungsmittel sein. Die Diafiltration kann auch für den Lösungsmittelaustausch verwendet werden, indem ein Lösungsmittel durch ein anderes ersetzt wird, was häufig in der Chromatographie benötigt wird.

Vergleich der beiden Methoden

Anhand der klassischen Formeln zur Berechnung von Membranverfahren können wir die Effizienz der beiden Methoden vergleichen.

Die verschiedenen Parameter werden wie folgt benannt:

Komponente 1 = Hauptprodukt (hohe Molmasse)

Feedkonzentration: CF1

Rückhalt: R1

Komponente 2 = Nebenprodukt (niedrige Molmasse)

Feedkonzentration: CF2

Rückhalt: R2

Aufkonzentrierfaktor: $X = VF/VK$

mit VF: Feedvolumen = Startvolumen der Lösung

VK: Volumen Konzentrat

Diafiltrationsfaktor: $D = VD/VK$

mit VD: Diafiltrationsvolumen = Volumen Waschwasser

1. Fall der stufenweisen Auswaschung

Der Feed (VF) wird zuerst um Faktor X aufkonzentriert. Danach wird das erhaltene Konzentrat wieder auf das Originalvolumen VF mit Waschwasser verdünnt, und wieder um Faktor X aufkonzentriert. Diese Sequenz Verdünnung – Konzentrierung (die wir als Auswaschung bezeichnen können) wird n-mal wiederholt. Man kann zeigen, dass die Endkonzentration der Komponente i (i=1 oder 2) nach der n-ten Auswaschung wie folgt berechnet werden kann:

$$CK_i = CF_i \cdot X^{(n \cdot (R_i - 1) + R_i)}$$

Und die entsprechende relative Waschwassermenge (bezogen aus das Konzentratvolumen VK):

$$VD / VK = n \cdot (X - 1)$$

Die Reinheit des gewaschenen Hauptproduktes kann mit dem Verhältnis Konzentration Hauptprodukt zu Nebenprodukt CK_1 / CK_2 beschrieben werden.

Da das Hauptprodukt nie zu 100% zurückgehalten wird, muss man mit einem gewissen Ausbeuteverlust rechnen:

$$\text{Verlust Hauptprodukt} = 100 \cdot (1 - CK_1 / (CF_1 \cdot X))$$

Dies kann an einem Zahlenbeispiel verdeutlicht werden:

Aufkonzentrierfaktor: $X=3$

Hauptkomponente:

CF1=10g/l

R1=0.99 (99%)

Nebenkomponente:

CF2=5g/l

R1=0.2 (20%)

In Abbildung 1 werden die Reinheit und der Hauptproduktverlust in Abhängigkeit der relativen Waschwassermenge dargestellt. Jeder Punkt in der Graphik entspricht einer Auswaschung (n=1, 2, 3, etc)

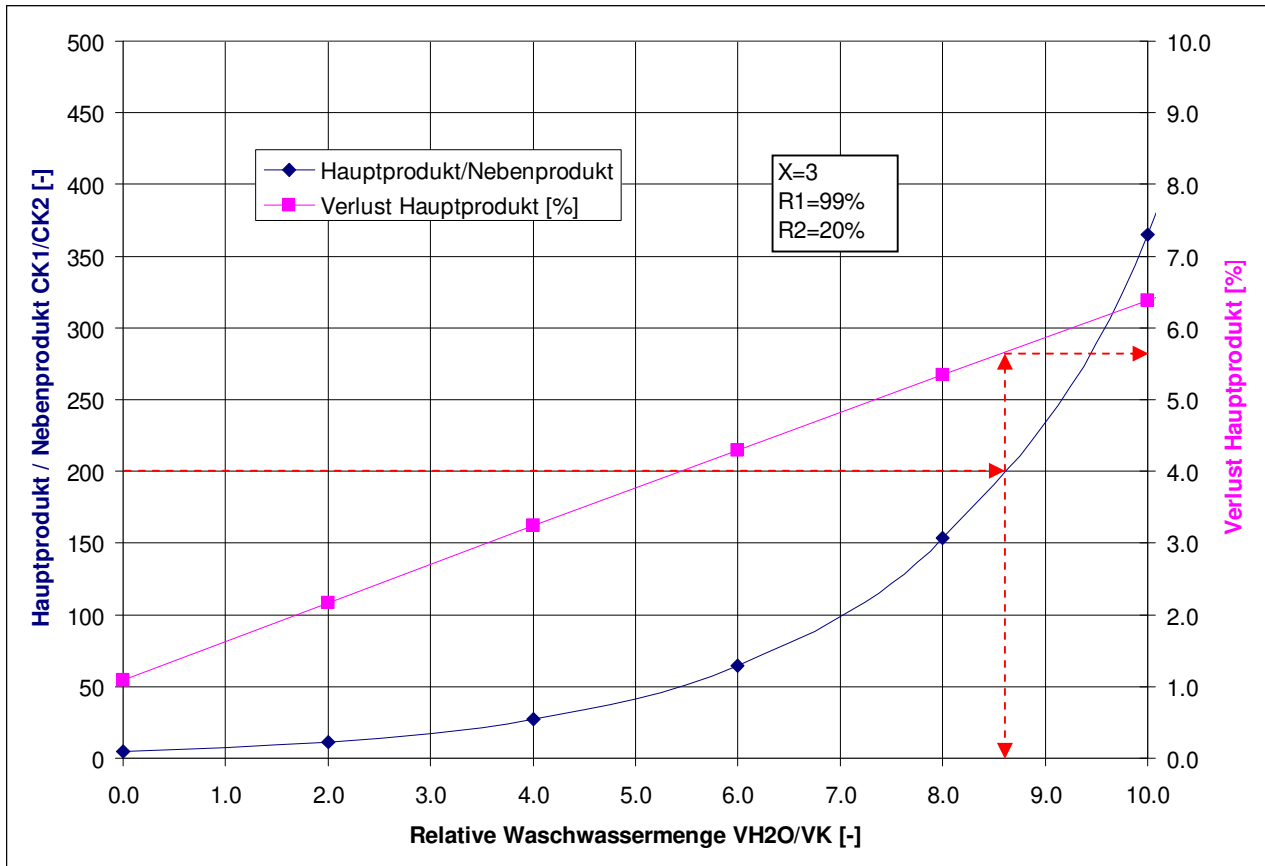


Abbildung 1: Verlauf der Reinheit und des Produktverlustes bei stufenweiser Auswaschung

Angenommen man will eine Reinheit von 200 erreichen, dann beträgt die benötigte relative Waschwassermenge ca. 8.7, und dadurch entsteht ein Ausbeuteverlust von 5.8%

2. Fall der Diafiltration

Der Feed (VF) wird ein einziges Mal um Faktor X aufkonzentriert. Danach wird kontinuierlich Waschwasser dem Konzentrat bei konstantem Niveau zudosiert.

Die Endkonzentration der Komponente i berechnet sich dann wie folgt:

$$CK_i = CF_i \cdot X^{R_i} \cdot \exp(D \cdot (R_i - 1))$$

Und die relative Waschwassermenge entspricht einfach dem Diafiltrationsfaktor:

$$VD / VK = D$$

Die Reinheit und der Ausbeuteverlust sind wie oben definiert.

Am gleichen Zahlenbeispiel kann man die Diafiltrationskurven darstellen:

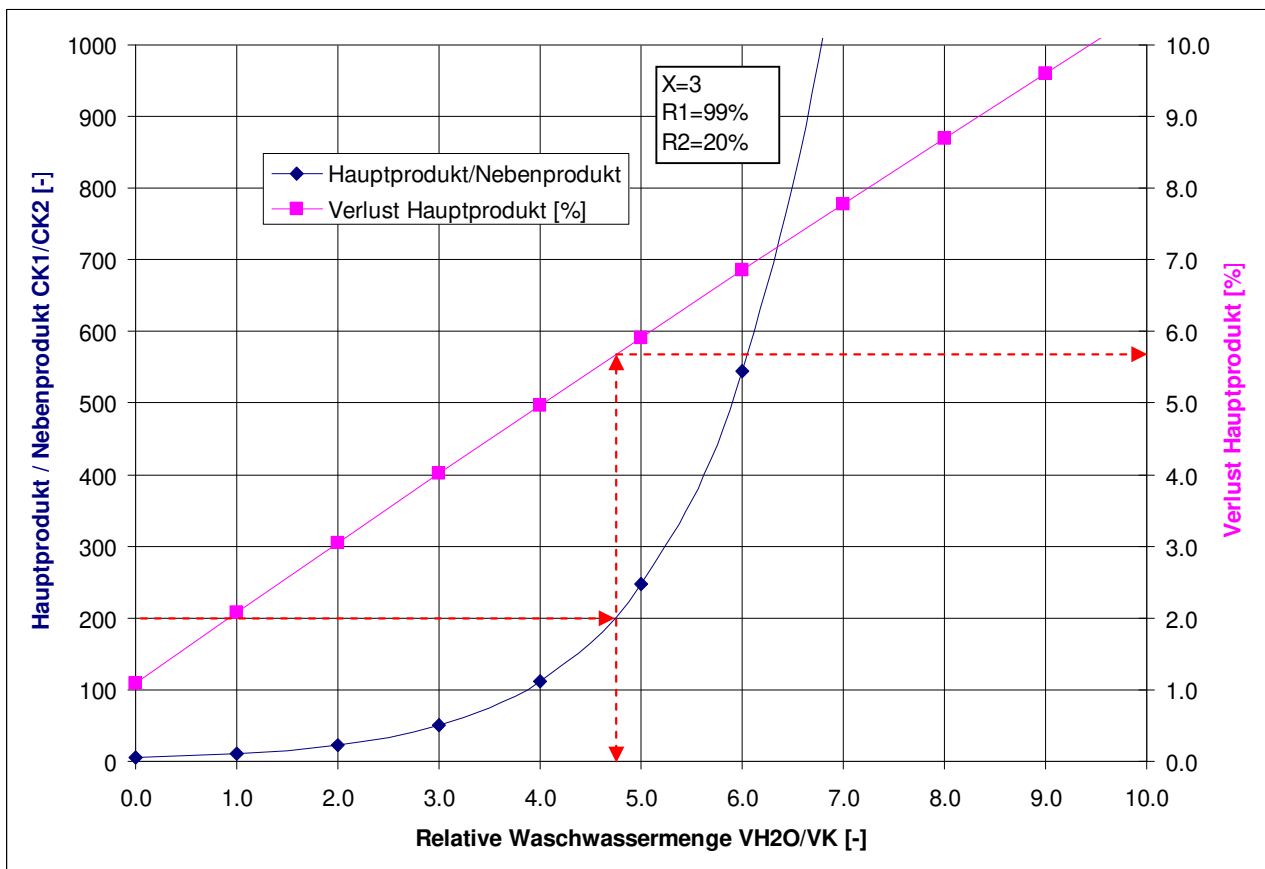


Abbildung 2: Verlauf der Reinheit und des Produktverlustes bei einer Diafiltration

Angenommen man will wie vorher eine Reinheit von 200 erreichen, dann beträgt die benötigte relative Waschwassermenge ca. 4.8 und der Ausbeuteverlust ca.5.8%

Man sieht sofort, dass die benötigte Waschwassermenge in diesem Beispiel $8.7 / 4.8 = 1.8$ mal kleiner ist als mit der stufenweisen Auswaschung. Die Produktverluste sind identisch.

Vergleich Stufenweise Auswaschung und Diafiltration

Diese Unterschiede der Effizienz kann man deutlicher machen wenn man die erzielten Reinheiten der beiden Methoden im gleichen Diagramm logarithmisch darstellt:

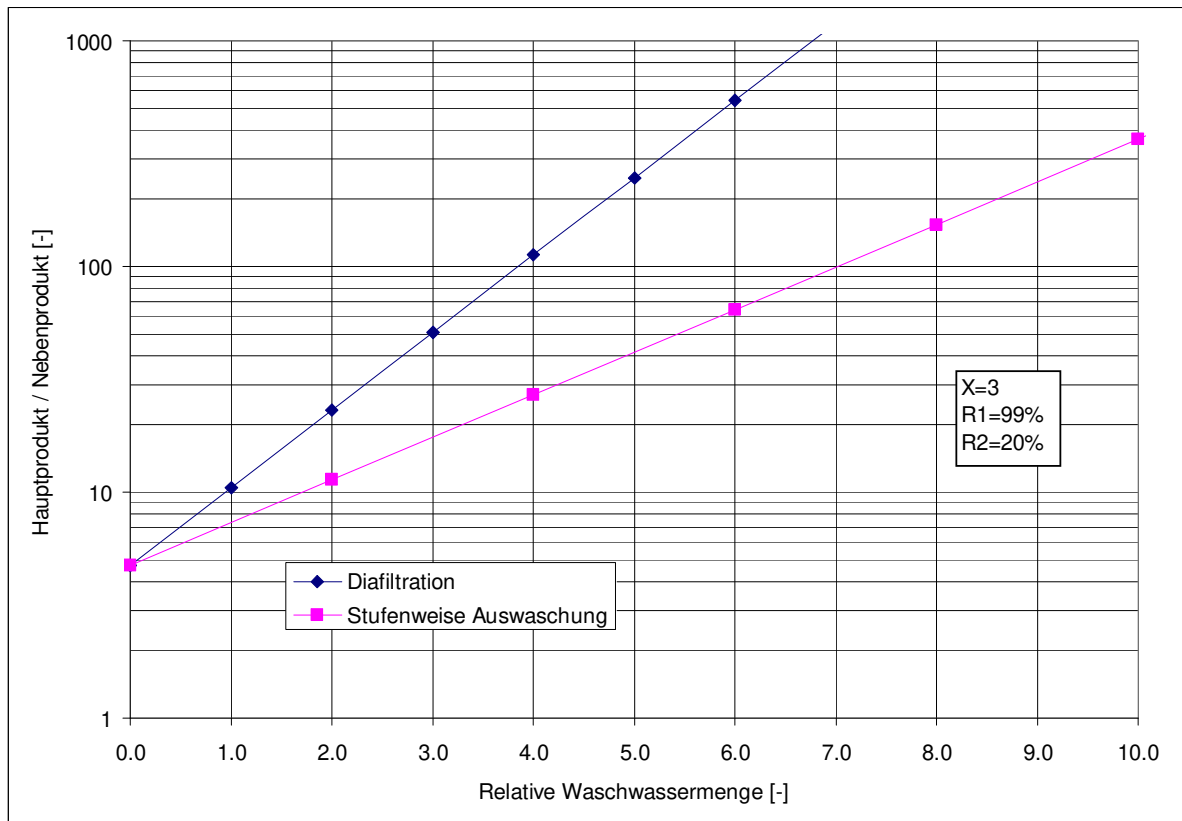


Abbildung 3: Verlauf der Reinheit: Vergleich Diafiltration / stufenweise Auswaschung

Das Verhältnis der bei beiden Methoden benötigten Wassermengen, um eine gegebene Reinheit zu erreichen, ist eine Konstante, und beträgt für dieses Zahlenbeispiel ca. 1,8. Anders ausgedrückt, egal welche Reinheit man erreichen will, die Diafiltration braucht 1,8 mal weniger Wasser als die stufenweise Auswaschung. Dieses Verhältnis ist aber abhängig vom Aufkonzentrierfaktor X. Man kann zeigen, dass:

$$\text{Verhaeltnis} = (X - 1) / \ln(X)$$

Wenn X kleiner wird und sich 1 annähert, dann wird dieses Verhältnis immer kleiner, und bei X=1 sind beide Methoden identisch. Es ist auch interessant zu bemerken, dass bei einer gegebenen Reinheit die Produktverluste der beiden Methoden identisch sind. Weniger Wasser bedeutet im Fall, dass das Produkt ausgewaschen wird, ein konzentrierteres Produkt. Dies ist dann ein weiterer Vorteil.

Schlussfolgerungen

Aus dieser theoretischen Betrachtung kann man folgende Schlüsse ziehen:

- Die kontinuierliche Diafiltration ist immer effizienter als die stufenweise Auswaschung. Für eine gewünschte Reinheit des Hauptproduktes wird bei der Diafiltration weniger Wasser benötigt, was bei gutem Permeatfluss auch heisst, dass sie schneller ist. Die Ausbeuteverluste der beiden Methoden sind aber identisch
- Die Effizienz der Diafiltration gegenüber der stufenweisen Auswaschung ist um so höher, je höher der Aufkonzentrierfaktor ist
- Die Diafiltration ist sehr gut zu automatisieren, zum Beispiel mit unserem AutoMem System. Praktischer Vorteil von AutoMem ist natürlich auch, dass man nicht manuell mehrere Konzentrierungen und Rückverdünnungen überwachen muss.