

Kapitel 6

Filtration

6.1 Einfache Filtration

6.2 Filtration unter vermindertem Druck

6.3 Filtration mit Überdruck

6.4 Filtrierhilfsmittel

6.5 Filtration durch Zentrifugieren

Die Filtration dient der Abtrennung von Feststoffen (mechanische Verunreinigungen, schwerlösliche Produkte, Reaktionsprodukte) aus Flüssigkeiten. Im einfachsten Fall kann man den Feststoff absetzen lassen und die überstehende Flüssigkeit vorsichtig abgießen (**dekantieren**). Dieses Verfahren führt allerdings nicht zur vollständigen Trennung, auch bei sorgfältigem Arbeiten verbleibt immer ein Rest der Flüssigkeit im Feststoff zurück. Um eine vollständige Trennung zu erreichen, muss filtriert werden.

Filter bestehen aus einem porösen Material. Die zu filtrierende Suspension läuft durch das Filter, die enthaltenen Feststoffteilchen werden dabei an der Oberfläche oder im Inneren des Filters zurückgehalten. Das **Rückhaltevermögen** eines Filters wird durch die Porengröße bestimmt, die **Filtrationsgeschwindigkeit** von der Filterfläche, Porengröße, Viskosität der Flüssigkeit und dem Druckunterschied zwischen Zu- und Ablauf des Filters. Im einfachsten Fall sorgt die Schwerkraft für den nötigen Druckunterschied. Durch **Vakuumfiltration** (Kap. 6.2) oder **Druckfiltration** (Kap. 6.3) wird der Druckunterschied erhöht, die Filtrationsgeschwindigkeit nimmt zu.

Die am häufigsten verwendeten Filtertypen sind:

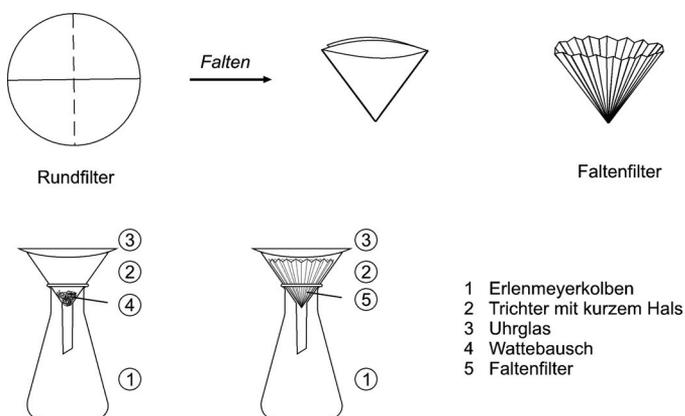
- Ein in den Trichterauslauf eingebrachter **Wattebausch** aus Cellulose oder Glaswolle. Es werden nur grobe Feststoffe zurückgehalten.
- **Papier-** oder **Glasfaserfilter** sind die wichtigsten Filtermaterialien. Sie bestehen aus einem regellos verfilzten Fasergeflecht. Aufgrund ihrer Struktur besitzen diese Filter keine definierte Porengröße sondern einen Rückhaltebereich. Häufig verwendet wird ein Rückhaltebereich von 4–7 μm für mittelfeine Niederschläge.
- **Fritten** aus gesintertem Glas, Metall oder auch Kunststoff. Zur Herstellung wird das Frittenmaterial zu einem feinen Gries vermahlen und gesintert, dadurch entstehen feine Porenkanäle. Glasfilterfritten zur Filtration werden in Porositätsklassen eingeteilt (Tabelle 6.1 in Kapitel 6.2).
- **Membranfilter** besitzen eine präzise Oberflächenstruktur mit genau definierten Poren. Filtermaterialien können hydrophile Eigenschaften (z.B. Celluloseacetat oder Polyamid für wässrige Lösungen) oder hydrophobe Eigenschaften (z.B. PTFE für organische Lösungsmittel) besitzen. Die Filtration erfolgt im Wesentlichen an der Filteroberfläche. Erhältliche Porenweiten sind 10 μm bis zu 0.01 μm , häufig verwendet werden die Porenweiten 0.2 und 0.45 μm zur Filtration analytischer Proben (HPLC-, NMR oder UV-Messungen).

Neben der Porosität muss bei der Auswahl des geeigneten Filters auch die chemische Beständigkeit des Filtermaterials berücksichtigt werden: Starke Säuren oder Laugen greifen die Cellulosefasern von Papierfiltern an. In diesem Fall müssen Glasfaserfilter oder Glasfilterfritten verwendet werden.

6.1 Einfache Filtration

Bei der Filtration wird die Suspension im einfachsten Fall durch einen Filter gegossen. Als Filter verwendet man zur Tüte gefaltete **Rundfilter** oder **Faltenfilter** (Abb. 6.1) in einem geeigneten Glasrichter (der Abstand des Filters zum Glasrand des Trichters sollte mindestens 1 cm betragen). Im Vergleich zum einfachen Rundfilter besitzen Faltenfilter eine größere Oberfläche, die Filtration verläuft schneller. Zum Abfiltrieren von sehr groben Feststoffen kann auch ein in den Trichterauslauf gestopfter Wattebausch verwendet werden.

Abb. 6.1: Einfache Filtration.



Zur Filtration wird die Suspension vorsichtig (an einem Glasstab entlang) in den Filter gegossen (nicht bis zum Filterrand auffüllen). Das durchlaufende **Filtrat** wird in einem *Erlenmeyer*-Kolben aufgefangen. Werden organische Lösungsmittel filtriert, sollte der Trichter während des Filtrationsvorgangs mit einem Uhrglas abgedeckt werden, um Verdampfungsverluste und damit das Entweichen von Lösungsmitteldämpfen zu vermeiden. Überdies müssen die Filter vor der Filtration mit dem eingesetzten Solvens angefeuchtet werden.

Wann kann die einfache Filtration eingesetzt werden?

- Die bei der Aufarbeitung eines Reaktionsansatzes erhaltene Lösung des Produkts in einem organischen Solvens wurde mit einem anorganischen Trockenmittel (z.B. CaCl_2 , Na_2SO_4) getrocknet. Die Abtrennung des Trockenmittels kann durch Filtration durch einen Faltenfilter erfolgen. Da Lösung durch das Trockenmittel festgehalten wird, muss allerdings gründlich mit dem Solvens ‚nachgewaschen‘ werden. Am Filterrand durch Verdunsten des Solvens auskristallisierendes Produkt muss mit Solvens aus einer Pipette gelöst werden. Wegen des hohen Lösungsmittelverbrauchs ist diese Methode nur 2. Wahl.
- Die Lösung des Produkts ist nicht klar (Schwebeteilchen, mechanische Verunreinigungen, ein schwerlösliches zweites Reaktionsprodukt); man filtriert durch einen Faltenfilter und wäscht mit wenig Solvens nach.

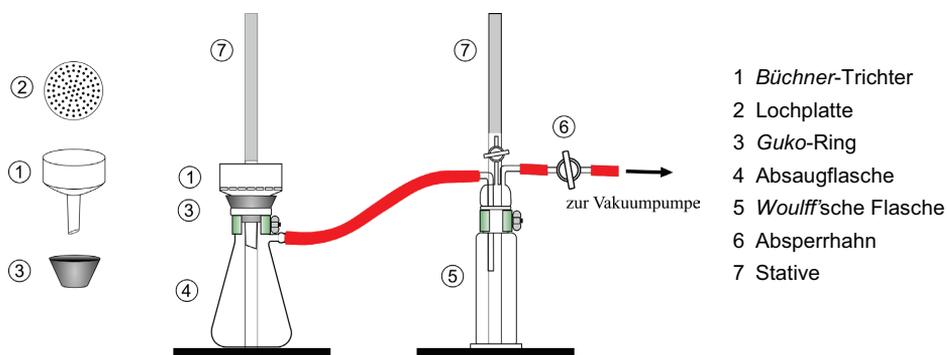
- Nicht durch Papierfilter filtrierte werden können heiße, gesättigte Lösungen einer Verbindung, aus denen beim Abkühlen während des langsamen Filtrationsvorgangs Produkt auskristallisiert.
- Feine Schwebstoffe können die Poren des Filters verstopfen, der Filter arbeitet dann nicht mehr. Hier kann die Verwendung von **Filterhilfen** (siehe unten) weiter helfen.

6.2 Filtration unter vermindertem Druck

Die langsame Filtrationsgeschwindigkeit bei Papierfiltern in einem Glastrichter führt bei vielen Filtrationen zu erheblichen Nachteilen (Verdampfen des Solvens, Verstopfen der Filterporen durch Auskristallisation des Produkts u.a.). **Die Standardfiltration in der präparativen organischen Chemie wird deshalb unter vermindertem Druck durchgeführt.**

Zum Einsatz kommen meist genormte, massive Porzellantrichter (Abb. 6.2) mit gelochter Bodenplatte (**Büchner-Trichter**). Die Normgrößen reichen von 5–20 cm Durchmesser, die entsprechenden Papierrundfilter sind handelsüblich.

Abb. 6.2: *Büchner*-Trichter mit Absaugflasche.



Zur Filtration wird der *Büchner*-Trichter über einen breiten, konischen Gummiring (**Guko-Ring**) auf eine sogenannte **Absaugflasche** aus dickwandigem, vakuumfestem Glas (Abb. 6.2) aufgesetzt. Der *Guko*-Ring darf nicht zu klein sein, da er dann beim Anlegen des Vakuums ‚durchgezogen‘ werden kann und der *Büchner*-Trichter auf die Absaugflasche ‚knallt‘, Bruchgefahr!

An der Olive der Absaugflasche wird über eine **Woulff'sche Flasche** ein schwacher Unterdruck (Wasserstrahlvakuum, Belüftungshahn z.T. geöffnet) angelegt. Der in den *Büchner*-Trichter eingelegte Papierrundfilter wird bei leichtem Unterdruck mit dem verwendeten Solvens angefeuchtet und auf der Filterplatte angedrückt. Das Filtergut wird jetzt unter **schwachen Unterdruck** portionsweise auf den Trichter gegeben. Achtung: Bei zu starkem anfäng-

lichem Unterdruck können die Poren des Filters verstopfen, die Filtration misslingt. Über den Absperrhahn stellt man einen Unterdruck ein, bei dem die Filtration zügig abläuft.

Im weiteren Verlauf der Filtration kann der Unterdruck erhöht werden, gleichzeitig wird der ‚**Filterkuchen**‘ mit einem Glasstopfen fest auf den Trichter gedrückt. Auf diese Weise wird das Solvens weitgehend abgesaugt.

Absaugflaschen sollten durch Anklammern an einem Stativ gegen Umfallen gesichert werden. Wenn die Lösung eines Produkts in einem leichtflüchtigen Solvens filtriert werden soll, darf nur mit einem sehr schwachen Unterdruck gearbeitet werden, da ansonsten Solvens verdampft und auskristallisierendes Produkt das Filter verstopft.

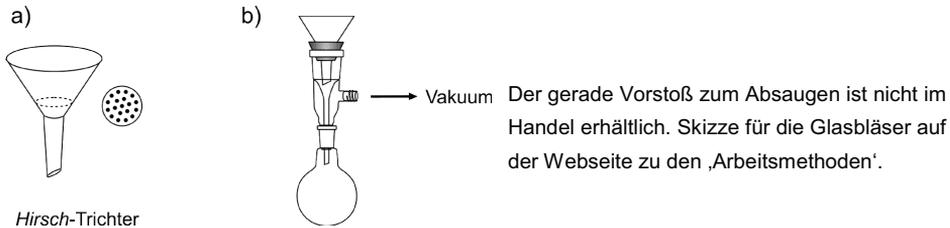
Lösungen mit feindispersen Verunreinigungen können ebenfalls das Filter verstopfen. Auch hier empfiehlt sich der Einsatz von Filtrierhilfen (siehe unten).

Die Filtration mit *Büchner*-Trichtern eignet sich für Flüssigkeitsmengen von 50–2000 ml. Trichter und Absaugflaschen sind der Menge des Filtrationsgutes anzupassen. Am Ende der Filtration sollte die Absaugflasche maximal zu etwa zwei Drittel gefüllt sein.

Einsatzmöglichkeiten von *Büchner*-Trichtern mit Papierfiltern

In folgenden Fällen empfiehlt sich das Arbeiten mit *Büchner*-Trichtern:

- Abtrennung von Trockenmitteln aus einer Produktlösung. Durch Anpressen des Trockenmittels auf dem Trichter (z.B. mit einem Schliffstopfen oder einem breiten, abgeknickten Spatel) und Nachwaschen mit dem verwendeten Solvens ist eine quantitative Isolierung des Produkts möglich.
- Abfiltrieren von schwerlöslichen und unlöslichen Verunreinigungen aus einer heißen Lösung des Produkts (Heißfiltration). Um das Abdestillieren von Solvens und damit ein vorzeitiges Auskristallisieren des Produkts während der Filtration zu vermeiden, darf nur bei schwachen Unterdrücken gearbeitet werden. Zur Vermeidung des vorzeitigen Auskristallisierens versetzt man die heiß gesättigte Lösung zusätzlich mit etwa 5–10 Volumenteilen heißem Solvens, das entweder schon während des Filtrationsvorganges wieder abgezogen oder nach der Filtration im schwachen Vakuum abgedampft wird.
- Isolierung der kalten Lösung eines aus einem Solvens auskristallisierten Produkts. Zur vollständigen Isolierung des Kristallisats spült man den im Kolben verbliebenen Kristallrückstand mit etwas klarem Filtrat auf den Trichter. Das Filtrat wird auf dem Filter fest abgedrückt und mit wenig kaltem Solvens nachgewaschen.
- Bei der Filtration kleiner Lösungsmittelmengen (max. 100 ml) in allen drei oben angeführten Fällen empfiehlt sich auch die Verwendung eines sogenannten **Hirsch-Trichters** aus Porzellan (Abb. 6.3a).

Abb. 6.3: a) *Hirsch*-Trichter, b) *Hirsch*-Trichter auf einem geraden Vorstoß mit *Guko*-Ring.

Zur Aufnahme des Filtrats eignet sich eine kleine Absaugflasche (anklammern!) oder ein NS 14.5-Vorlagekolben (Abb. 6.3b). Die zu verwendenden Papierrundfilter (\varnothing ca. 2 cm) sind handelsüblich. Der Filtrationsablauf erfolgt wie oben beim Einsatz der *Büchner*-Trichter beschrieben.

Glasfilterfritten

Für die Filtration stark saurer, alkalischer oder oxidierender Lösungen sind Papierfilter ungeeignet. In diesem Fall werden **Glasfilterfritten (Glasfilternutschen)** eingesetzt. Es sind *Büchner*- und *Hirsch*-Trichter, bei denen die gelochten Bodenplatten durch poröse Glasfilter (**Glasfrittenböden**) ersetzt sind, die Fritten sind nicht aus Porzellan sondern aus Glas. Für die verschiedenen Filtrationsprobleme sind nachstehende Glasfrittenböden handelsüblich (Tab. 6.1).

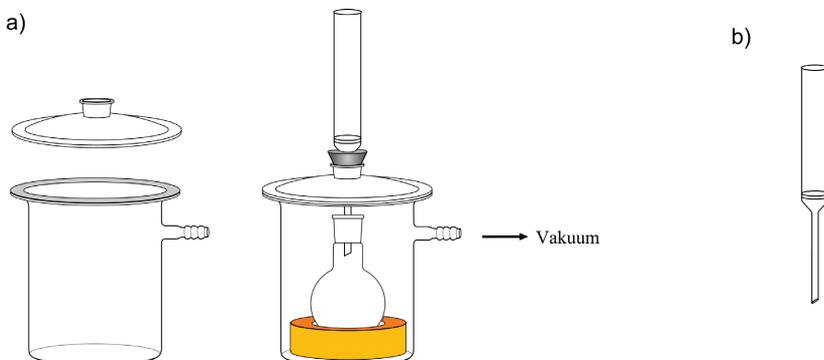
Tabelle 6.1: Handelsübliche Glasfrittenböden.

Porosität	Bezeichnung nach ISO 4793	Porenweite (μm)	Anwendung
00	P 500	250–500	Gasverteilung
0	P 250	160–250	Gasverteilung, Filtration sehr grober Niederschläge
1	P 160	100–250	Filtration grober Niederschläge
2	P 100	40–100	präparative Filtration kristalliner Niederschläge
3	P 40	16–40	präparative Filtration feiner Niederschläge
4	P 16	10–16	analytische Feinfiltration
5	P 1.6	1.0–1.6	Bakterienfiltration, Sterilfiltration

Wenn Lösungen mit schwer- und unlöslichen Verunreinigungen mit Glasfritten filtriert werden, ist die Reinigung der Fritten problematisch. In den schwierigsten Fällen muss mit heißer Chromschwefelsäure gereinigt werden. Wenn möglich, sollte hier mit *Büchner*-Trichtern und Papierfiltern gearbeitet werden.

Vorteilhaft ist häufig die Verwendung des sogenannten **Witt'schen Topfes** (Abb. 6.4a). Der *Witt*'sche Topf besitzt einen Planschliffdeckel. Im unteren Teil ist das Auffanggefäß (z.B. ein Rundkolben). Durch Korkringe oder Holzplättchen kann die Höhe so justiert werden, dass der Auslauf des Filters in die Vorlage reicht. Durch eine seitliche Olive kann der notwendige Unterdruck angelegt werden.

Abb. 6.4: a) Witt'scher Topf, b) Allihn'sches Rohr.



Für die Isolierung geringer Substanzmengen in größeren Solvensvolumina (ca. 50 ml) (siehe Kapitel 7 ‚Umkristallisation‘) eignen sich Glasfilterfritten aus dickwandigem Glas, so genannte **Allihn'sche Rohre** mit Glasfritten von 1–2 cm Durchmesser (Abb. 6.4b). Trotz größerer Solvensvolumina können geringe Substanzmengen auf einer kleinen Glasfritte gesammelt werden. Im Allihn'schen Rohr kann auch durch Anlegen von Überdruck filtriert werden (siehe unten).

6.3 Filtration mit Überdruck

Die **Druckfiltration** dreht das Prinzip der Vakuumfiltration um. Hier wird die zu filtrierende Flüssigkeit unter Druck durch das Filter gepresst, während das Filtrat unter Normaldruck bleibt. Durch diese Technik ist die Filtration mit leichtflüchtigen Lösungsmitteln weniger problematisch, nachteilig ist der apparative Aufwand zur Druckerzeugung. Mittlerweile sind allerdings vollständige Druckfiltrationsanlagen im Laborfachhandel erhältlich.

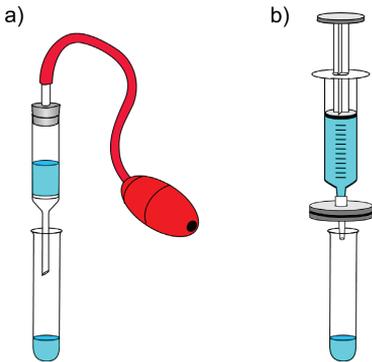
In der Laborpraxis sind zwei einfache Varianten üblich:

Ein Allihn'sches Rohr wird mit der zu filtrierenden Flüssigkeit gefüllt. Anschließend wird über einen Gummistopfen ein **Handgebläse** aufgesetzt und damit ein leichter Überdruck erzeugt (Abb. 6.5a). Wenn eine Stickstoff- oder Pressluftversorgungsleitung vorhanden ist, kann sie unter Zwischenschalten eines Druckminderers ebenfalls zur Druckfiltration verwendet werden. In jedem Fall ist darauf zu achten, dass das Filterrohr für den angewandten Druck geeignet ist!

Behelfsweise kann auch ein kleiner Wattebausch in einer Tropfpipette verwendet werden. Die Pipette wird mit der zu filtrierenden Suspension gefüllt. Mit einem Handgebläse oder einem Pipettenhütchen wird der nötige Druck erzeugt (siehe auch Kapitel 7.4). Das Filtrationsergeb-

nis kann verbessert werden, wenn der Wattebausch zusätzlich mit etwas Kieselgur (Celite) überschichtet wird.

Abb. 6.5: a) Druckfiltration mit Handgebläse und b) Spritzenfilter.



Um kleine Volumina von Lösungen zu klären, kann man Spritzen mit aufgestecktem Filter zur Druckfiltration einsetzen: Dazu wird die zu filtrierende Flüssigkeit in einer Spritze aufgesaugt. Dann wird ein **Spritzenfilter** aufgesetzt und die Flüssigkeit wieder aus der Spritze gedrückt (Abb. 6.5b). Dabei ist darauf zu achten, dass der Filter nicht durch zu hohen Druck abspringt. Bewährt haben sich Spritzen und Vorsatzfilter mit Schraubverbindung (**Luer-Lock-Anschluss**). Diese Methode ist insbesondere zur Feinfiltration von Probenlösungen mit Membranfiltern geeignet, wenn Schwebstoffe das Gerät gefährden oder schlechte Messwerte verursachen können (z.B. HPLC- oder NMR-Proben).

6.4 Filtrierhilfsmittel

Manche Suspensionen lassen sich nur schwer filtrieren: Das Filter verstopft durch sehr feine Feststoffanteile, verklebt durch teerartige Bestandteile oder das Filtrat läuft trüb durch das Filter. Wenn nur das Filtrat benötigt wird, kann die Verwendung von **Filtrierhilfsmitteln** von Vorteil sein.

Häufig verwendete Filtrierhilfsmittel sind **Celluloseflocken**, **Kieselgur** (Celite) oder **Aktivkohle**. Welche dieser Filtrierhilfen geeignet ist, hängt vom jeweiligen Problem ab.

Bei **trüben Filtraten** und durch feine Feststoffe **verstopfenden Filtern** gelingt die Filtration meist durch Zusatz von Celluloseflocken oder Kieselgur. Man kann zwei Methoden einsetzen:

- Das Filtrierhilfsmittel wird in die zu filtrierende Lösung eingerührt. Anschließend wird normal abfiltriert (vorzugsweise bei Unterdruck).
- Das Filtrierhilfsmittel wird mit dem reinen Lösungsmittel der zu filtrierenden Suspension angerührt und bei schwachem Unterdruck als 1–3 cm dicke Schicht auf das Filter eines *Büchner*-Trichters aufgeschlämmt. Danach kann wie gewohnt filtriert werden, wobei beim Aufbringen des Filtrationsgutes das Filtrierhilfsmittel nicht aufgewirbelt werden darf. Das kann einfach durch ein zweites Filterpapier verhindert werden, das auf die Filtrierhilfsmittelschicht aufgelegt wird.

Teerartige Verunreinigungen in polaren Lösungsmitteln wie z.B. Wasser oder Alkohol (häufig oligomere oder polymere Nebenprodukte in Reaktionsmischungen) können in der Regel an Aktivkohle gebunden und dann abfiltriert werden. Dazu rührt man Aktivkohle in die zu filtrierende Suspension ein. Gekörnte Aktivkohle ist leichter zu handhaben, aber weniger aktiv als gepulverte Aktivkohle. Anschließend wird wie oben beschrieben über eine ca. 1 cm dicke Schicht Kieselgur abgesaugt.

Achtung: Bei der Zugabe von Aktivkohle können heiße Lösungen durch die Aufhebung von Siedeverzügen heftig aufsieden. Brandgefahr! Oxidationsempfindliche Substanzen können in Gegenwart von Aktivkohle durch Luftsauerstoff leichter oxidiert werden.

Alle Verfahren basieren auf der **Adsorption an der Oberfläche** des Filtrierhilfsmittels. Es muss sichergestellt werden, dass das zu reinigende Produkt nicht ebenfalls adsorbiert wird. Um Ausbeuteverluste zu vermeiden, sollte die Menge an Filtrierhilfsmittel möglichst knapp bemessen und der Filtrerrückstand **gut nachgewaschen werden**.

6.5 Filtration durch Zentrifugieren

Besonders feine, auch schmierige, klebrige, harzige, schwer oder gar nicht filtrierbare, unlösliche Verunreinigungen lassen sich häufig effektiv durch Zentrifugation abtrennen.

Zum Zentrifugieren eignen sich in diesen Fällen einfache Labor-Tischzentrifugen mit vier Zentrifugengläsern und bis zu 15,000 Umdrehungen/min bzw. einer Beschleunigung von bis zu 3000 g. Die dickwandigen Zentrifugengläser haben ein Fassungsvermögen von 100 ml, mit besonderen Einsätzen lassen sich stattdessen auch jeweils vier 20 ml Zentrifugengläser in die Rotoren einsetzen.

Die gefüllten Zentrifugengläser müssen paarweise gegenüber mit einer speziellen, einfachen Waage exakt austariert werden. Die Dauer des Zentrifugierens und die Drehgeschwindigkeit sind abhängig von der Natur der Verunreinigungen, sie müssen in jedem Fall problemorientiert individuell ermittelt werden. Die nach dem Zentrifugieren überstehende klare Lösung kann durch einfaches Dekantieren isoliert werden.

Umgekehrt lassen sich auch feine Produktniederschläge durch Zentrifugieren isolieren. Aus der zentrifugierten Lösung lässt sich durch einfaches Dekantieren des überstehenden Solvens das Produkt als Bodensatz isolieren.

Geringe Mengen Substanz in größeren Solvensmengen lassen sich durch portionsweises Zentrifugieren im gleichen Zentrifugenglas quantitativ isolieren.