



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 224 665 A1

4(51) G 01 N 15/08

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 N / 262 525 8 (22) 30.04.84 (44) 10.07.85

(71) TU Dresden, 8027 Dresden, Mommsenstraße 18, DD
(72) Tietze, Rainer, Dr.-Ing.; Löttsch, Peter, Prof. Dr. sc. techn.; Nickol, Andrea, Dipl.-Ing.; Jünger, Jens, Dipl.-Ing., DD

(54) Verfahren zur Prüfung von Membranen

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Prüfung von Membranen, insbesondere solchen für die Ultrafiltration, unter Verwendung von Isobutanol. Ziel der Erfindung ist es, auch Membranen mit einem Porendurchmesser von 30 nm und darunter zu prüfen. Aufgabe der Erfindung ist es, ein System mit geringerer Grenzflächenspannung anzugeben. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß ein System aus einer alkoholhaltigen wäßrigen Phase und einer wasserhaltigen alkoholischen Phase in der Mischungslücke ins Lösungsgleichgewicht gebracht, mit der zuerst genannten Phase nach dem Zerfall der Mischung die Membran durchströmt und die zweite Phase vorgelegt wird.

Verfahren zur Prüfung von Membranen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Prüfung von Membranen, insbesondere solchen für die Ultrafiltration, unter Verwendung von Isobutanol.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es wurde bereits vorgeschlagen (DD-Anmeldung G 01 N 251 521), die zu prüfende Membran mit einer gesättigten wäßrigen Lösung von Isobutanol zu durchströmen, anschließend reines Isobutanol vorzulegen und den Porenöffnungsdruck zu messen. Mit diesem System ist ein Prüfdruck von ca. 0,85 MPa erforderlich, um Poren von etwa 30 nm Durchmesser zu erfassen. Nach KAMIDE, MANABE ("Characterization Technique of Straight-Through Porous Membrane", Polym.Sci and Technol. Vol.13, Plenum-Press, New-York, 1980) sollen Prüfdrücke von 0,3 MPa nicht wesentlich überschritten werden (maximal 0,5 MPa).

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, auch Membranen mit einem Porendurchmesser von 30 nm und darunter zu prüfen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Ursache für den noch zu hohen Prüfdruck bzw. die Begrenzung der Porenweite auf Werte über 30 nm ist die mit $6,5 \cdot 10^{-3} \text{ N m}^{-1}$ noch zu hohe Grenzflächenspannung des bisher eingesetzten Systems. Aufgabe der Erfindung ist es, ein System mit geringerer Grenzflächenspannung anzugeben.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß ein System aus einer alkoholhaltigen wäßrigen Phase und einer wasserhaltigen alkoholischen Phase in der Mischungslücke ins Lösungsgleichgewicht gebracht, mit der zuerst genannten Phase nach dem Zerfall der Mischung die Membran durchströmt und die zweite

Phase vorgelegt wird.

Insbesondere ist es vorteilhaft ein Gleichgewichtssystem aus verschiedenen Alkoholen und Wasser innerhalb der Mischungslücke herzustellen.

Zwei erprobte Systeme werden im Erfindungsanspruch genannt und in den Ausführungsbeispielen dargestellt.

Ausführungsbeispiele

1. Beispiel:

Es wird eine Mischung von Isobutanol und Wasser hergestellt, die nach dem Mischen in zwei Phasen zerfällt.

Nach dem Tränken der Membran mit der alkoholgesättigten wäßrigen Phase wird sie mit der durch Wasser gesättigten alkoholischen Phase beaufschlagt und der Porenöffnungsdruck ermittelt. Infolge der auf etwa $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ N m}^{-1}$ reduzierten Grenzflächenspannung dieses Stoffsystems ist nur noch ein Prüfdruck von 0,33 MPa erforderlich, d. h. Membranen mit einer Porenweite von 30 nm sind gut prüfbar.

2. Beispiel:

Ein zweites System besteht aus 0,075 Mol Isobutanol, 0,05 Mol Isopropanol und 0,875 Mol Wasser, das nach intensiver Mischung ebenfalls in eine alkoholhaltige wäßrige und eine wasserhaltige alkoholische Phase zerfällt.

Die Grenzflächenspannung zwischen diesen beiden Phasen beträgt nur noch etwa $0,95 \cdot 10^{-3} \text{ N m}^{-1}$, so daß bei Membranen ein Druck von 0,13 MPa ausreicht, Poren mit Durchmessern von 30 nm meßtechnisch zu erfassen. Außerdem ist die Viskosität geringer, so daß größere Volumenströme auftreten. Mit diesem System könnten Membranen mit einem Porendurchmesser bis zu 5 nm geprüft werden. Durch Variation des Isopropanolanteils können Systeme für verschiedene Prüfzwecke bereitgestellt werden.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Prüfung von Membranen unter Verwendung von zwei Flüssigkeiten zwischen denen eine geringe Grenzflächen-
spannung besteht, darunter beispielsweise wäßrige Lösungen
von Isobutanol, wobei die Membran mit der ersten Flüssig-
keit durchströmt, anschließend die zweite vorgelegt und der
Porenöffnungsdruck gemessen wird, gekennzeichnet dadurch,
daß ein System aus einer alkoholhaltigen wäßrigen Phase und
einer wasserhaltigen alkoholischen Phase in der Mischungslücke ins Lösungsgleichgewicht gebracht, mit der zuerst ge-
nannten Phase nach dem Zerfall der Mischung die Membran
durchströmt und die zweite Phase vorgelegt wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß ein
Gleichgewichtssystem aus verschiedenen Alkoholen und Wasser
innerhalb der Mischungslücke hergestellt wird.
3. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß ein
Gleichgewichtssystem aus Isobutanol und Wasser hergestellt
wird.
4. Verfahren nach den Punkten 1 und 2, gekennzeichnet dadurch,
daß ein Gleichgewichtssystem aus Isobutanol, Wasser und bis
zu 0,12 Molanteilen Isopropanol hergestellt wird.