

Eine einfache und schnelle Bestimmung der Sättigungslöslichkeit fester Stoffe in flüssigen Lösemitteln

Zusammenfassung:

Es wird eine einfache und schnelle Methode zur Bestimmung der Sättigungslöslichkeit fester Stoffe in flüssigen Lösemitteln unter Verwendung von Spritzenfiltern beschrieben. Einer Suspension wird nach Einstellung des Lösungsgleichgewichtes unter konstanten Bedingungen eine minimale Probenmenge entnommen, über einen Spritzenfilter filtriert und der (die) gelöste(n) Stoff(e) mit einem geeigneten Analyseverfahren bestimmt.

Die Bestimmung der Löslichkeit eines Feststoffes in einer Flüssigkeit ist eine nicht selten durchzuführende Aufgabe, z.B. in den Bereichen

- Voruntersuchungen zur technologischen Grundoperation „Kristallisation“ in Abhängigkeit der Temperatur, des pH-Wertes und anderen Parametern;
- Ermittlung der Sättigungslöslichkeit als bestimmender Parameter, etwa in der Pharmazie (Löslichkeit von Arzneimittelkomponenten, Pharmakokinetik), in der Agrarwissenschaft (Düngemittel) oder in der Farbstoffindustrie (Löslichkeit und Elektrolytlöslichkeit von anionischen Stoffen)

Bei den Methoden zur Bestimmung der Löslichkeit unterscheidet man im wesentlichen zwischen den „analytischen“ und „synthetischen“ Verfahren. Im ersten Falle werden bei jeweils konstanten, bekannten Parametern gesättigten Lösungen Proben entnommen, deren Zusammensetzung analysiert wird. Im zweiten Fall wird der zu untersuchende Parameter von Gemengen bekannter Zusammensetzung so lange verändert, bis sich eine homogene Lösung gebildet hat, oder man gibt solange bei konstanten Parametern Feststoff zu, bis die Sättigungsgrenze (visuelle Beobachtung) erreicht ist.

Nachstehend wird eine einfache und schnelle Methode vorgestellt, die mit minimalen Substanzmengen auskommt. Sie hat sich vor allem in Verfahrensoptimierungen sowie beim Vergleich von Löslichkeiten bewährt, wie zum Beispiel bei folgenden Problemen:

- Optimierung der Salzkonzentration beim „Aussalzen“ eines Farbstoffes
- Optimierung des pH-Wertes bei der Kristallisation
- Löslichkeit einer Amino-naphthalindisulfonsäure in Abhängigkeit der Temperatur als Mg- und Na-Salz.

Die Ausführung von Löslichkeitsbestimmungen verlangt vor allem eine einwandfreie Konstanthaltung der Temperatur der Untersuchungslösung, eine genaue Temperaturmessung und ferner ein intensives Umrühren der Suspension. Man muss sich bei der Bestimmung der Sättigungslöslichkeit in jedem Falle sehr genau davon überzeugen, dass man tatsächlich den der Temperatur entsprechenden Gleichgewichtszustand erreicht hat. Dazu wird man die Sättigungslöslichkeit bei der gewünschten Temperatur mehrmals unabhängig voneinander bestimmen, andererseits aber auch versuchen, das Gleichgewicht zu erreichen, indem man eine übersättigte Lösung und ebenfalls eine noch ungesättigte Lösung für sich mit der festen Substanz in sicherem Überschuss versetzt und die Sättigung bei der gewünschten Temperatur durch intensives Rühren herbeiführt. Die zur Löslichkeitsbestimmung verwendeten Substanzen müssen selbstverständlich möglichst rein sein, weil schon geringe Verunreinigungen die Messergebnisse beträchtlich verfälschen können. Da die Teilchengröße der Untersuchungssubstanzen und die Ebenheit der Teilchen einen gewissen Einfluss auf die Löslichkeit der Substanzen in Flüssigkeiten haben, ist es wohl am besten, wenn die zur Untersuchung kommenden Substanzen teils aus feineren, teils aus etwas größeren Kristallen bestehen.

Die Schnellmethode eignet sich nicht zur Bestimmung der Sättigungslöslichkeit bei hohen Temperaturen. (>70°C)

Durchführungsbeispiele:**A) Optimierung der Isolierung (Aussalzung) eines anionischen Farbstoffes durch Aussalzen in Abhängigkeit von der Salzkonzentration.**Arbeitsbeschreibung:

In einem Becherglas werden 500ml einer 10%igen Farbstofflösung vorgelegt bei einer konstanten Temperatur von 40°C.

Unter Rühren wird mit festem Kochsalz eine Konzentration von a) 5% b) 10% c) 15% d) 20% e) 25% eingestellt.

Nach jeder Kochsalzzugabe rührt man 3h bei 40°C (+-1°C) nach, bevor die neue Kochsalzkonzentration eingestellt wird. Die Probenaufnahme erfolgt jeweils nach der 3-stündigen Nachrührzeit. Zum Abdecken des Becherglases wird Parafilm® verwendet.

Durchführung der Filtration über den Spritzenfilter:

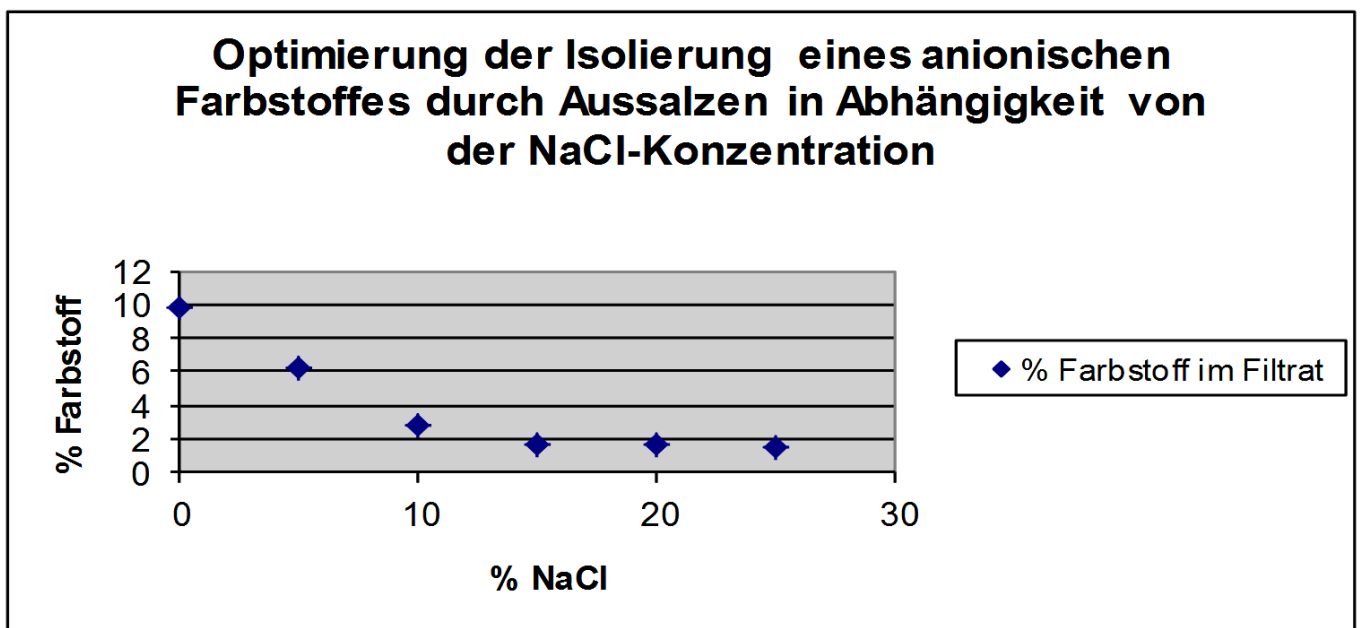
Eine 10ml Einmalspritze aus Kunststoff wird zum Vortempern ca. 1min in die 40°C warme Farbstofflösung bzw. Farbstoffsuspension gehalten.

Dann werden ca. 2ml Probe entnommen und sofort durch den LABC-Spritzenfilter (Bemerkung 1) in einen tarierten Messkolben gepresst. Nach der Auswaage wird die Probe messfertig verdünnt. Der Farbstoffgehalt im Filtrat wird photometrisch bestimmt.

Bemerkung 1:

Der LABC-Spritzenfilter (Best-Nr.1016.100) wird vorher nicht temperiert, da der dadurch entstehende systematische Fehler aufgrund des konstanten Volumens der LABC-Spritzenfilter gleich bleibt.

(http://www.labc.de/produkte/labc/040_mfs/pdf/40-5.0-Spritzenfilter-2003.pdf)

Ergebnis: (Diagramm A)

Das Diagramm A) zeigt, dass ein Gehalt von ca.15% NaCl ausreichend ist, um die größtmögliche Farbstoffausbeute bei 40°C zu erzielen.

B) Isolierung einer aromatischen Carbonsäure in Abhängigkeit des pH-Wertes mit der Aufgabe, eine Hauptkomponente (HK) von einer Nebenkompone (NK) abzutrennen, um die größtmögliche Ausbeute und Reinheit der Carbonsäure zu erreichen.

Arbeitsbeschreibung:

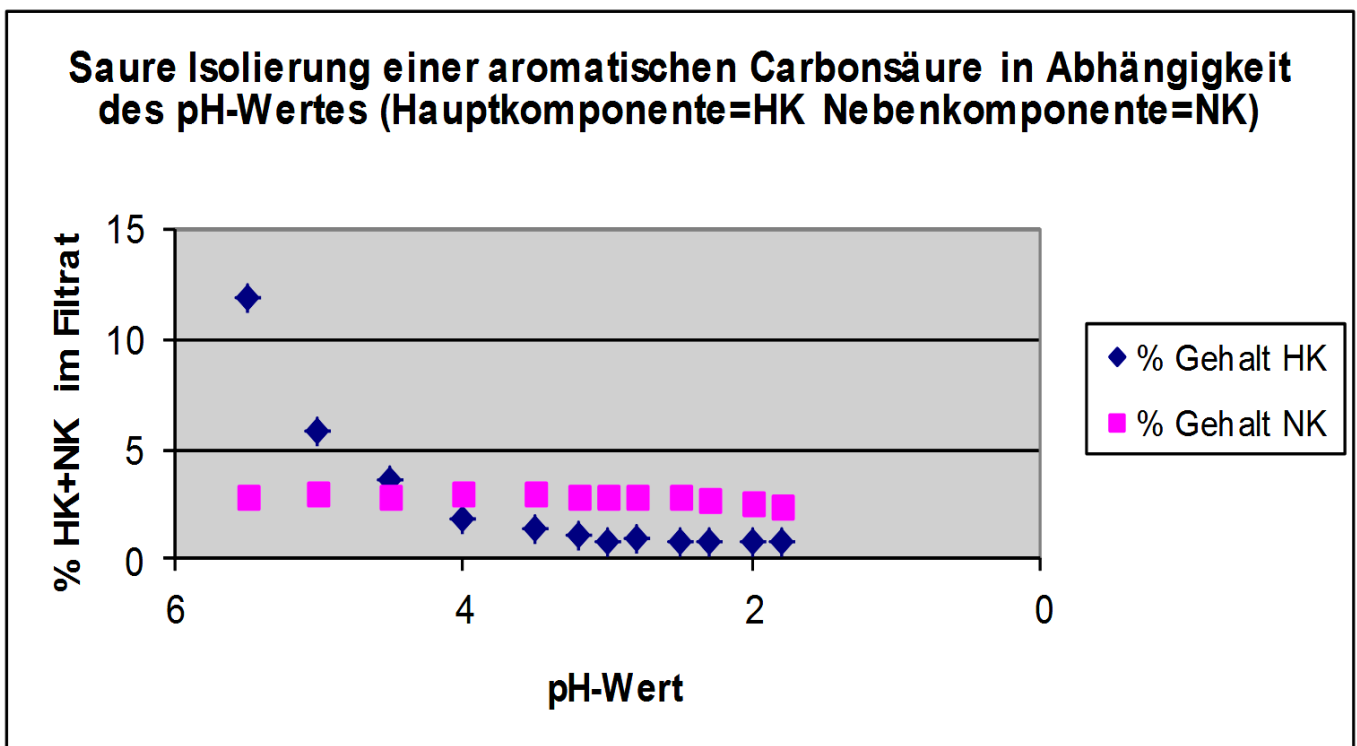
In einem Becherglas werden ca. 500 ml der alkalischen Carbonsäurelösung (ca. 15%ig) bei einer Temperatur von +5°C mit HCL conc. schrittweise unter Rühren angesäuert. Nach Einstellung der interessierenden pH-Werte wird jeweils eine Stunde nachgerührt.

Durchführung der Filtration über Spritzenfilter:

Analog zu Durchführung A)

Der Gehalt an HK und NK wurde per HPLC bestimmt.

Ergebnis: (Diagramm B)



Das Diagramm B) zeigt, dass ab pH 3 die Löslichkeit der Hauptkomponente am geringsten ist, während die Löslichkeit der Nebenkompone vom pH-Wert kaum beeinflusst wird.

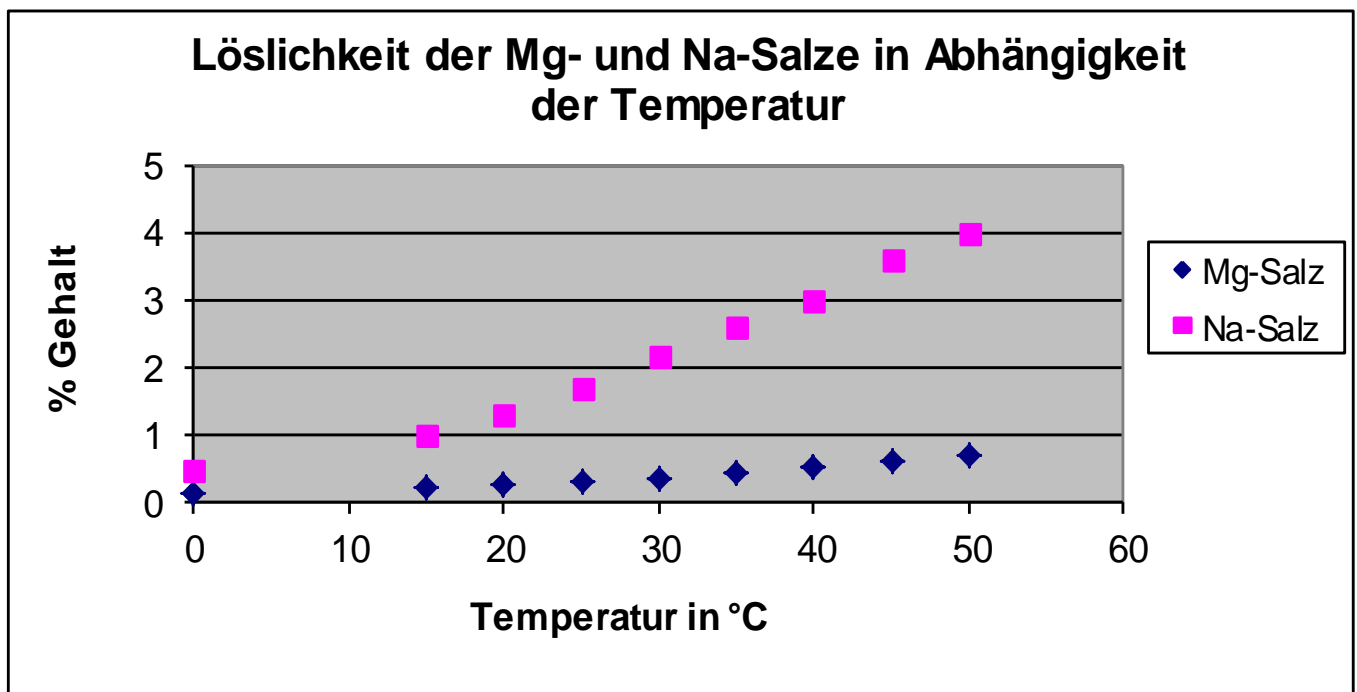
C) Bestimmung der Löslichkeit in Wasser des Mg- und Na-Salzes einer Aminonaphthalindisulfonsäure in Abhängigkeit der Temperatur.Arbeitsbeschreibung:

In einem Becherglas werden in ca. 500 ml jeweils ca. 50g der Salze dispergiert und nach Erreichen der Prüftemperatur ca. 2h nachgerührt.

Durchführung der Filtration über den Spritzenfilter:

Analog zu Durchführung A)
Der Gehalt wurde per HPLC ermittelt.

Ergebnis: (Diagramm C)



Das Diagramm C) zeigt, dass die Löslichkeit des Mg-Salzes nur geringfügig im untersuchten Temperaturbereich ansteigt, während die Löslichkeit des Na-Salzes wesentlich temperaturabhängiger ist.

Fazit:

Die Verwendung von LABC - Spritzenfilter erlaubt eine schnelle und einfache Bestimmung der Sättigungslöslichkeit.

Autoren:

Werner Zillger, LABC-Labortechnik, Josef-Dietzgen-Str. 1, 53773 Hennef, e-mail: info@LABC.de