

Untersuchungen zum Einfluss von Membranmodifizierungen auf das Fouling unter Berücksichtigung des „critical flux“

Dr. Jochen Meier-Haack

Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e.V.

Das Fouling stellt ein großes Problem für den Einsatz von Membranen in den vielfältigsten Trennprozessen dar, da es die Leistungsfähigkeit der Membranen in kurzer Zeit deutlich vermindert. Es wird durch unerwünschte Ablagerung von Feedbestandteilen auf oder in der Membran verursacht, die im Falle von organischen Materialien insbesondere durch hydrophobe Wechselwirkungen (van der Waals) zwischen dem Membranmaterial und den Feedbestandteilen unterstützt wird. Die Foulingproblematik tritt insbesondere bei der Aufarbeitung wässriger Systeme, die mit organischen aber auch anorganischen Materialien belastet sind, auf. Zur Minderung des Foulings werden vielfältige, meist verfahrenstechnische Methoden wie Rückspülung oder die Erzeugung einer turbulenten Strömung eingesetzt. Von Field et al. wurde vor ca. 10 Jahren das

Konzept des „critical flux“ eingeführt. Dieses Konzept berücksichtigt die treibenden Kräfte, die auf ein Teilchen in der Feedlösung wirken (Abb. 1).

Werden die Filtrationsbedingungen (Permeatfluss, Strömungsgeschwindigkeit) so eingestellt, dass $F_{down} < F_{up}$, so sollte kein Fouling durch sich absetzende Feedbestandteile erfolgen. Dieses Konzept wurde mittlerweile in einer Vielzahl von Arbeiten verifiziert.

In letzter Zeit wurden zunehmend Arbeiten zur chemischen Oberflächenmodifizierung und -funktionalisierung von Membranen publiziert. Mit dieser Methode können die Filtrationseigenschaften wie Filtratfluss, Rückhaltevermögen gezielt einge-

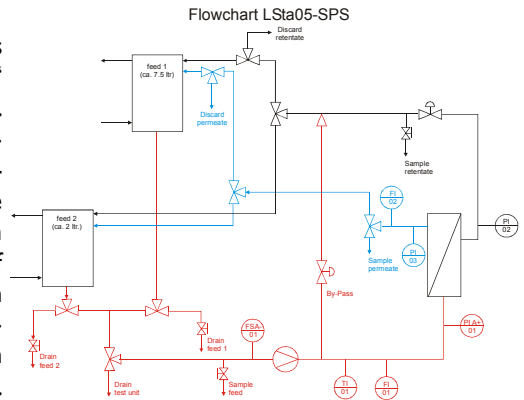


Abb. 2: Fließbild der Labormembrananlage

stellt, sowie das Fouling effektiv reduziert werden. Für unsere Untersuchungen zum Einfluss der Oberflächenmodifizierung von Membranen auf das Fouling unter Berücksichtigung des „critical flux“ wurde eine Filtrationsanlage benötigt, die folgende Eigenschaften aufweist:

- Betrieb bei konstantem Permeatfluss oder konstantem transmembranen Druck
 - Betrieb und Messung sehr kleiner Permeatströme
 - Einfacher Wechsel zwischen zwei Feedlösungen
- ⇒ Fortsetzung auf Seite 3



Abbildung 1: Auf Feedbestandteile wirkende Kräfte während der Filtration

SIMA-tec® GmbH

Duffesbachstraße 73

50354 Hürth

Telefon 02233 9463-10

Fax 02233 9463-11

info@sima-tec.de

www.sima-tec.de

Neuentwicklung: **CUBE 07** - die transportable Lösung für Versuche im Betrieb, Schulung und Screenings im Labor

Hürth - Die Membran-Testanlage CUBE 07 wurde insbesondere im Hinblick auf die Punkte

- ↳ Kompaktheit
- ↳ Funktionalität
- ↳ Bedienbarkeit und
- ↳ Preisniveau

entwickelt. Mit CUBE 07 können Versuche bezüglich der Anwendbarkeit von Flachmembranen in äußerst einfacher Art und Weise durchgeführt werden. Aufgrund der kompakten Bauform (475 x 400 x 400 mm) kann CUBE 07 sehr einfach transportiert werden. Trotzdem verfügt CUBE 07 über sämtliche notwendigen Komponenten, um einen Versuch in geeigneter Form durchzuführen. Diese sind:

- ↳ Pumpe bis 7 bar
- ↳ By-pass zur verbesserten Volumenstrom-Regelung
- ↳ Vorlagegefäß zur Kreislaufführung

Neue Termine für Betriebspersonal-Schulungen

Gelsenkirchen - In diesem Jahr werden wieder Schulungen im Bereich der druckgetriebenen Membranverfahren für Betriebspersonal angeboten. Durchgeführt werden die Schulungen in Zusammenarbeit mit der Deutschen Gesellschaft für Membrantechnik in der Fachhochschule Gelsenkirchen.

Im Fokus steht bei diesen Schulungen „Technik zum Anfassen“. Es werden Theorie, Versuche und Instandhaltungsthemen insoweit miteinander verbunden, dass die Teilnehmer in die Lage versetzt werden, für Ihren Arbeitsbereich die Betreuung der Membrananlagen richtig zu organisieren.

↳ www.sima-tec.de

- ↳ Regelventil vor und nach der Testzelle zur Einstellung von Druck und Volumenstrom
- ↳ Probenahme für Feed, Konzentrat und Permeat
- ↳ Volumenstrommessung für Feed und Permeat
- ↳ Integrierte Druckmessung vor und nach der Membran

CUBE 07 kann mit verschiedenen Testzellen der SIMA-tec ausgerüstet werden. Die Grundversion von CUBE 07 wird mit der Testzelle UF10K (Abb. 1) bestückt. Für größere Testflächen kann auch optional die Testzelle UO80 gewählt werden. Für höhere Ansprüche wird die Testanlage als **CUBEplus**

angeboten. Hier werden nur Materialien verwendet, die sich durch eine höhere Beständigkeit gegenüber alkalischen und sauren Medien auszeichnen. Als zusätzliche Option wird eine Kühlung für die Vorlage angeboten.



Abbildung 1: MF-CUBE bestückt mit der SIMA-tec Testzelle UF10K

Informationsstand der SIMA-tec auf dem 11. Aachener Membran Kolloquium

Aachen - Auf dem 11. Aachener Membran Kolloquium wird die SIMA-tec wieder mit einem Informationsstand vertreten sein. An unserem Stand können Sie sich über die neuesten Entwicklungen im Bereich der Labor- und Technikumsanlagen für die Membrantechnik informieren. Hierzu stehen Ihnen unsere Mitarbeiter gerne zur Verfügung. Neben der Testanlage LSta80 werden auch die Neuentwicklungen der SIMA-tec (LRO04, MF-CUBE etc.) zu sehen sein.

Reservieren Sie bereits frühzeitig einen Termin, damit Ihrem Projekt genügend Zeit gewidmet werden kann!



SIMA-tec® GmbH

Duffesbachstraße 73
50354 Hürth
Telefon 02233 9463-10
Fax 02233 9463-11
info@sima-tec.de
www.sima-tec.de

CUBE 07
Die neue Generation für Labor, Screening und Schulung

AMK 2007:
Besuchen Sie unseren Stand!

Fortsetzung des
Gastbeitrags
von Seite 1

„critical
flux“ für mo-
difizierte
Membran
deutlich ver-
bessert

Untersuchungen zum Einfluss von Membranmodifizierungen auf das Fouling unter Berücksichtigung des „critical flux“ (Fortsetzung v. Seite 1)

- Schnelles Anfahren neuer Betriebsparameter ohne Überschwingen
- Einfacher Wechsel und Einsatz unterschiedlicher Membranmodule
- Temperierbarkeit der Feedlösungen

Mit der von SIMA-tec entwickelten Anlage LSta05-SPS werden diese Anforderungen erfüllt (Fließbild siehe Abb. 2). Die Messwertaufnahme erfolgt über eine serielle Schnittstelle auf einem PC. Diese Anlage erlaubt die Durchführung von Filtrationsexperimenten im Bereich der Mikro- und Ultrafiltration im Druckbereich bis 5 bar.

Um möglichst geringe Fließwiderstände insbesondere bei der Messung der Permeatflüsse zu realisieren, werden induktive Durchflussmesser eingesetzt. Diese haben einen Messbereich bis 480 l/h für den Feedstrom und 36 l/h für den Permeatstrom. Pumpenseitig können Feedvolumenströme bis 100 l/h gefahren werden. Durch variable

Anschlüsse können neben der von SIMA-tec entwickelten und mitgelieferten Filtrationszelle (aktive Fläche 78 cm²) auch andere Fabrikate genutzt werden.

Für die Ermittlung des „critical flux“ wird in erster Linie die so genannte „flux-stepping“ Methode herangezogen. Abbildung 3A zeigt das Ergebnis dieser Versuche mit einer Proteinlösung für eine unmodifizierte MF-Membran. Bei Permeatflüssen zwischen 20 und 40 l/m²h beginnt irreversibles Fouling, was sich im Anstieg des benötigten transmembranen Druckes (TMP) zeigt, der für einen bestimmten Permeatfluss benötigt wird.

Deutlicher wird dieser in der Auftragung der Messwerte in Abbildung 3B.

Aus analogen Versuchen mit einer pfpfmodifizierten Membran kann ein „critical flux“ > 40 l/m²h abgeleitet werden (Abb. 4). Durch die Modifizierung wird jedoch ein wesentlich höherer transmembraner Druck benötigt, um entsprechend hohe Permeatflüsse zu realisieren. Diese gingen z.T. über die Leistungsgrenze der Anlage (6 bar) hinaus. Wie aber aus Abbildung 5 hervorgeht, werden die Filtrationseigenschaften der pfpfmo-

difizierten Mikrofiltrationsmembranen durch den pH-Wert der Feedlösung beeinflusst. Durch Änderung des pH-Wertes vom Alkalischen ins Saure lassen sich die Eigenschaften reversibel schalten. Deutlich zu erkennen ist der Vorteil in der Auslegung der Testanlage mit zwei Feedreservoirs, die ein schnelles Schalten zwischen unterschiedlichen Feedlösungen erlauben. Bei pH-Werten im sauren bzw. alkalischen Bereich nehmen die gepfropften Polymerketten (Polyacrylsäure) unterschiedliche Konformationen an und führen dadurch zu einer unterschiedlichen Bedeckung der Membranoberfläche.

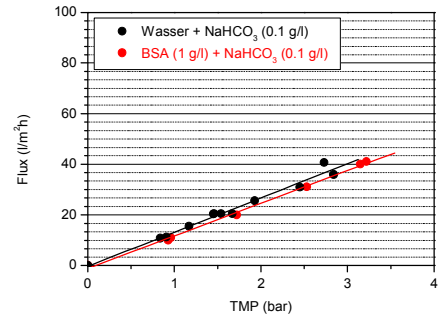


Abbildung 4: Bestimmung des „critical flux“ für eine pfpfmodifizierte MF-Membran; Feed: Rinderserumalbumin (BSA) 1 g/l in Wasser + 0.1 g/l NaHCO₃ (pH 7.8); V_{Feed} = 10 l/h; T = 25 °C

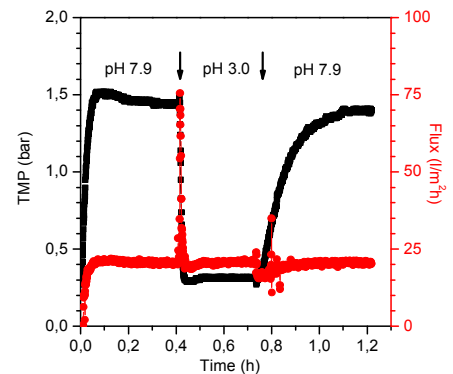


Abbildung 5: Einfluss des pH-Wertes der Feedlösung auf die Filtrationseigenschaften einer pfpfmodifizierten MF-Membran

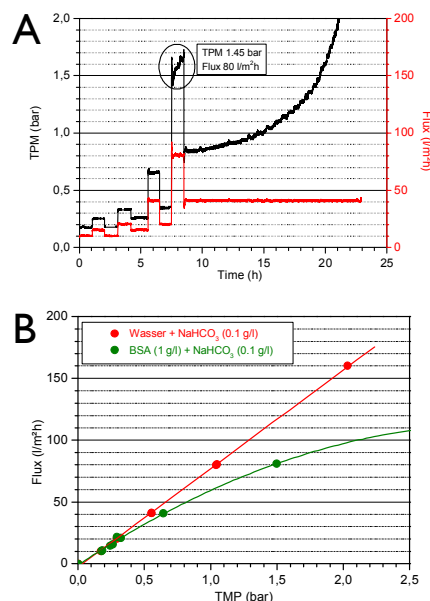


Abbildung 3: Bestimmung des „critical flux“ für eine unbehandelte MF-Membran; Feed: Rinderserumalbumin (BSA) 1 g/l in Wasser + 0.1 g/l NaHCO₃ (pH 7.8); V_{Feed} = 10 l/h; T = 25 °C

Anwendung von Crossflow-Testzellen für die Untersuchung des Stofftransportes bei der Umkehrosmose

Dipl.-Ing. Anna Jezowska, Dynamik und Betrieb technischer Anlagen, Technische Universität Berlin

Frage:
Übertragbarkeit
SIMA-tec Test-
zellen auf tech-
nische Module?

Die Hydrodynamik spielt eine sehr wichtige Rolle für die Übertragbarkeit der Testzellergebnisse auf größere Aggregate wie bspw. Wickelmodule. Dies gilt sowohl bei der Ultrafiltration von deckschichtbildenden Stoffen, wie auch bei der Umkehrosmose von Salzlösungen. Deshalb hat der Testzellenbau große Bedeutung für die experimentelle Bestimmung von Stoffübergangskoeffizienten.

Der optimale Bau einer Testzelle ergibt sich aus dem Aufbau des Wickelmoduls. Vor allem ist eine Cross-Flow Strömung in dem Feedkanal der Testzelle sehr wichtig. Da ein feedseitiger Spacer bei einem Wickelmodul zusätzliche Turbulenzen bewirkt, die den Stoffübergang beeinflussen, soll der Kanal der Testzelle den Einsatz eines Spacers auf der Feed-Seite der Membran erlauben. Vorteilhaft ist auch die Möglichkeit, die Kanalhöhe an Spacer verschiedener Bauhöhe anzupassen. In der Praxis ist die einfache Handhabung der Testzelle sehr wichtig. Es muss schnell und einfach möglich sein, die Testzelle zu öffnen und Membran und Spacer auszutauschen.

In der Techniksanlage des Fachgebiets Dynamik und Betrieb technischer Anlagen der Technischen Universität

Berlin ist eine Testzelle der Fa. SIMA-tec seit Februar 2006 im Betrieb. Die Resultate der SIMA-tec Testzelle sind im Vergleich zu den Resultaten der Testzellen anderer Hersteller sehr gut reproduzierbar. Die aktive Membranfläche wird beim Öffnen und Schließen der Testzelle nicht beschädigt. Ein sehr wichtiger

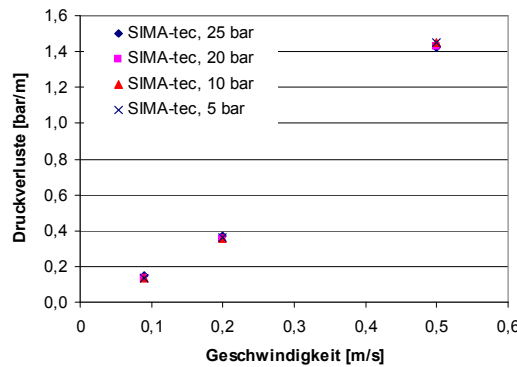


Abbildung 1: Abhängigkeit der Druckverluste vom Betriebsdruck für die Testzelle der SIMA-tec

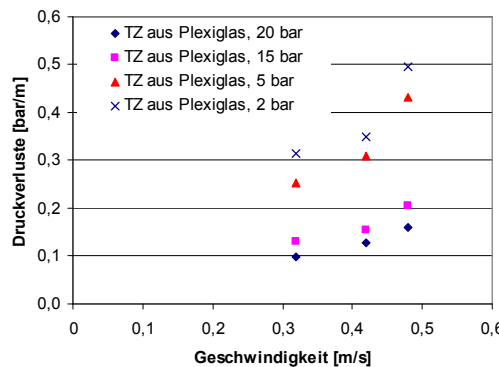


Abbildung 2: Abhängigkeit der Druckverluste vom Betriebsdruck für eine 30 cm lange Testzelle aus Plexiglas

Vorteil dieser Testzelle ist die hohe mechanische Stabilität bei Hochdruckbetrieb. Bei der aus Edelstahl gefertigten SIMA-tec Testzelle sind die Druckverluste bei Betrieben von 5 bis 25 bar vom Arbeitsdruck unabhängig (Abb. 1). Andere am Fachgebiet verwendete Testzellen aus Plexiglas mit zusätzlicher Stahlarmierung zeigten dagegen eine sehr starke Abhängigkeit des

Druckverlusts vom Betriebsdruck, da der Innendruck zu einer Durchbiegung des Plexiglasses und damit zu einer Erweiterung des Strömungskanal-Querschnittes führte (Abb. 2.). Dadurch entstehen Bypass-Strömungen, die die Wirksamkeit des Spacers vermindern. Am wichtigsten ist, dass die Hydrodynamik im Cross-Flow-Kanal der Hydrodynamik eines Wickelmoduls vergleichbar und damit der Stofftransport in beiden Apparaten ähnlich ist. Die Zuverlässigkeit der Ergebnisse der SIMA-tec Testzelle wurde zuerst für eine laminare Strömung ohne Feedspacer überprüft. Die Ergebnisse der Untersuchung des Transportes einer Kochsalzlösung durch die XLE Membrane (Umkehrosmosemembran, Fa. DOW) zeigten eine gute Übereinstimmung mit der Sieder-Tate Gleichung, die den Stofftransport bei einer laminaren Strömung beschreibt (Abb. 3.):

$$Sh = 1,86 * Re^{0,33} * Sc^{0,33} * \left(\frac{d_h}{L}\right)^{0,33}$$

$$Sh = \frac{k * d_h}{D} \quad Re = \frac{u * d_h}{\nu} \quad Sc = \frac{\nu}{D}$$

dh - Hydraulischer Durchmesser [m]
D - Diffusionskoeffizient [m²/s]
K - Stoffübergangskoeffizient [m/s]
L - Länge des Testzellekanals [m]

Aus den weiteren Untersuchungen mit einer Kochsalzlösung und der XLE Membrane ergibt sich auch eine gute Vergleichbarkeit mit den Ergebnissen des Wickelmoduls, wenn der gleiche Spacer im Kanal der Testzelle eingesetzt wurde (Abb.4.).

Der Einbau der Membran in der SIMA-tec Testzelle ist unkompliziert. Auch der Einsatz der PTFE Distanzplatten im Testzellenkanal vereinfacht sich nach einmaligem Hochdruckbetrieb aufgrund der Formanpassung durch den hohen Betriebsdruck wesent-

Anwendung von Crossflow-Testzellen für die Untersuchung des Stofftransportes bei der Umkehrosmose (Fortsetzung von Seite 4)

lich. Die Montage der Testzelle erfolgt mit Hilfe von 16 Schrauben und dauert ca. 15 Minuten. Der Montageaufwand einer hydraulischen Testzelle ist zwar geringer, jedoch sind diese dafür auf einem höheren Preisniveau angesiedelt.

Die Testzelle der Firma SIMA-

tec erfüllt alle Ansprüche an eine gut konstruierte und einfach zu betreibende Testzelle, die die schnelle und genaue Ausführung von so genannten „screening tests“ erlaubt. Die Ergebnisse des Stofftransportes der SIMA-tec stimmen auch mit den Ergebnissen eines Wickelmoduls

sehr gut überein.

Für die finanzielle Unterstützung der Forschungsarbeiten bedanken wir uns beim „Berliner Programm zur Förderung der Chancengleichheit für Frauen in Forschung und Lehre“.

Antwort:
Sehr gute Übertragbarkeit der Testzellen-ergebnisse

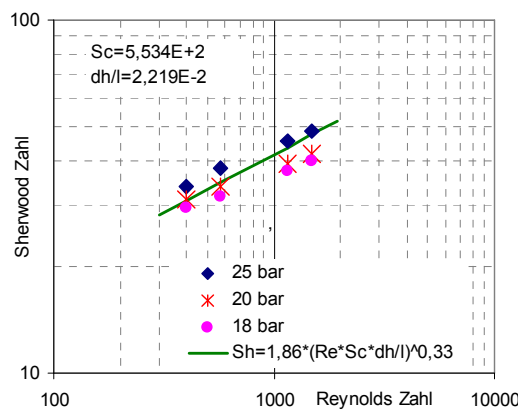


Abbildung 3: Messwerte für laminare Strömung in dem Testzellekanal der Fa. SIMA-tec und Korrelation aus Literatur

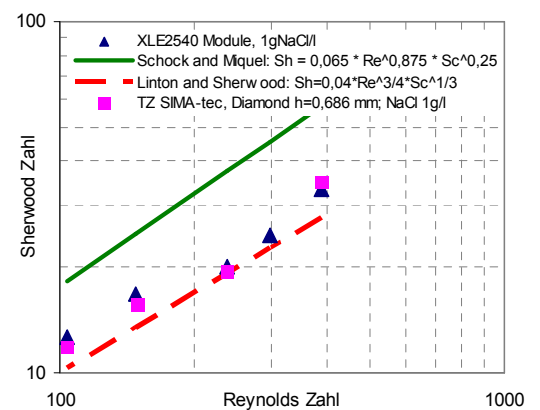


Abbildung 4: Messwerte für den Stofftransport in der Testzelle der Fa. SIMA-tec und in dem Modul XLE2540 für eine Kochsalzlösung

Termine in Kürze:

- 27.02. bis 01.03.07** **FILTECH2007**, Wiesbaden
nähere Infos: www.amk.rwth-aachen.de
- 28./29. März 07** **11. Aachener Membran Kolloquium**
nähere Infos: www.amk.rwth-aachen.de
- 18./19. April 07** **Betriebspersonal-Schulung Membranverfahren**
2-Tages-Seminar druckgetriebene Membranverfahren, Gelsenkirchen
nähere Infos: www.sima-tec.de
- 04./06. Juni 07** **Membrane Technologies for Wastewater and reuse**, Berlin
nähere Infos: www.kompetenz-wasser.de/iwa
- 12. Juni 07** **DECHEMA/DGMT-Praxisforum Membrantechnik:**
„Stoffstromoptimierung saurer und basischer Prozesslösungen pH 0-14“, Frankfurt, nähere Infos: www.dgmt.org
- 30./31. Oktober 07** **7. Aachener Tagung - Wasser und Membranen**, Aachen
nähere Infos: www.awm.rwth-aachen.de
- 07./08. November 07** **Betriebspersonal-Schulung Membranverfahren**
2-Tages-Seminar druckgetriebene Membranverfahren, Gelsenkirchen
nähere Infos: www.sima-tec.de

Im nächsten SIMA-tec® Newsletter lesen Sie:

- ↳ Erfahrungsbericht: LSta80 im Umfeld der Biotechnologie
- ↳ neu: Testanlage für 8 Wickelmodule
- ↳ und vieles mehr...

Termine:
Rund um die Membrantechnik