

## Membranscreening - Untersuchungskapazitäten erweitert

Im Allgemeinen besteht der erste Schritt bei der Planung einer Wasseraufbereitungsanlage in einer ersten Machbarkeitsstudie. Im Bereich der Membrantechnik ist ein Membranscreening, in dem potentiell geeignete Membranen in Laborversuchen auf ihre Eignung in dem geplanten Einsatzfall überprüft werden, im Rahmen dieser ersten Betrachtung eine sehr sinnvolle Basis für das weitere Vorgehen. Nicht selten verfügen die Firmen oder auch Anlagenbauer nicht über die Anlagentechnik und/oder über personelle Kapazitäten, um qualifizierte Membranscreenings durchzuführen. Hier unterstützt die SIMA-tec seit Jahren Unternehmen und Anlagenbauer mit dem Angebot, Membranscreenings als Dienstleistung durchzuführen. Hierbei werden die Versuche in enger Abstimmung durchgeführt und genauestens dokumentiert. Bis dato konnten Untersuchungen im Bereich der Nanofiltration und Umkehrosrose



**Abbildung 1:** Testanlage LSta80 für Laboruntersuchungen im Bereich Nanofiltration/Umkehrosrose



**Abbildung 2:** „Allrounder“ - Testanlage für direkte Vergleiche zwischen Flachmembranen und Rohrgeometrien im Bereich Mikro-/ Ultrafiltration und Pilotversuche bis 16 bar

tion und Umkehrosrose im Labormaßstab (Flachmembranen) mit der Anlage LSta80 automatisiert und mit kompletter Datenerfassung angeboten werden. Im Bereich der Mikro-/Ultrafiltration standen jedoch nur handgesteuerte Anlagen ohne besondere Messtechnik und Messdatenerfassung zur Verfügung. Dieses Defizit wird nunmehr durch einen speziell hierfür entwickelten Anlagentyp, den „Allrounder“, geschlossen. Mit dem „Allrounder“ ist es möglich, in einem Bereich bis 16 bar Untersuchungen an Flachmembranen und Rohrgeometrien parallel durchzuführen. Zusätzlich ist ein Scale-up auf

technische Module (2,5“- bzw. 4“-Wickelmodule oder technische Rohrmodule) möglich, so dass auch Pilotierungen durchgeführt werden können. Natürlich verfügt der „Allrounder“ über eine komplette Messdatenerfassung, so dass eine qualifizierte Auswertung der Versuche deutlich vereinfacht wird. Ein Beispiel für ein bei der SIMA-tec durchgeführtes Membranscreening wird in dem Gastbeitrag auf den folgenden Seiten beschrieben.

**SIMA-tec® GmbH**

Vogelsrather Weg 1  
41366 Schwalmtal  
Telefon 02163 5755140  
Fax 02163 5755138  
info@sima-tec.de  
www.sima-tec.de

# Prozesswasserrückgewinnung in der Glycerinherstellung

Siegmar Froberg, Dr. Axel König, IWATEC GmbH, Bitterfeld-Wolfen  
Siegfried Tuchborn, Mark Enders, SIMA-tec GmbH, Schwalmtal

## 1. Einführung

Glycerin wird aufgrund seiner Eigenschaften vielseitig genutzt. In der Kosmetik, Nahrungsmittelindustrie und als Grundstoff für pharmazeutische Produkte findet Glycerin mit pharmazeutischer Qualität Verwendung. Technisches Glycerin wird als Startkomponente für die Herstellung von Kunststoffen, Polyurethanschäumen und als Kühlmittel genutzt.

Den Rohstoff für die Glycerin-

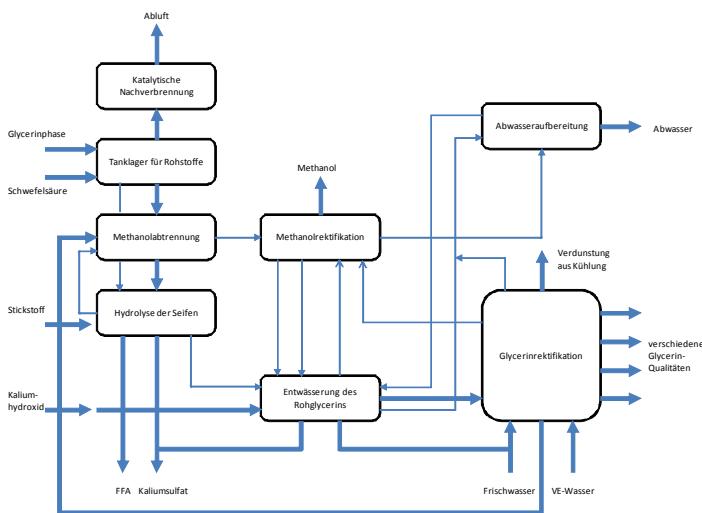


Abbildung 1: Schema der Glycerinaufbereitung

rinproduktion in dem hier betrachteten Produktionsbetrieb bildet die Glycerinphase aus der Biodieselproduktion. Im zentralen Prozess wird die Glycerinphase in ihre Bestandteile Glycerin, Fettsäuren, Methanol, Kaliumsalze und Wasser zerlegt. Ein Schema der Glycerinaufbereitung ist in Abbildung 1 zu sehen.

Während der Aufbereitung entstehen verschiedene Abwasserströme, die insgesamt ein glycerin- und methanolhaltiges Abwasser ergeben. Aufgrund des hohen CSB-Gehaltes des Abwassers ist die Entsorgung problematisch, da die CSB-Fracht für die nachfolgende kommunale Kläranlage zu hoch ist. Somit

musste eine werksinterne Lösung gesucht werden. Im Laufe der Lösungsfindung wurde zunächst eine biologische Reinigung favorisiert. Für die Membrantechnik sprachen jedoch einige Argumente, die dazu führten, dass dieser Entsorgungsweg für einen Teilstrom des Abwassers (Kondensat der Glycerinrektifikation, 5 m<sup>3</sup>/h) genauer beleuchtet werden konnte:

- Geringe bauliche Aufwendungen (nur Fundamentar-

beiten)

- Niedriger Platzbedarf
- Möglichkeit der Produktrückgewinnung
- Niedrige Gesamtkosten für die Investition

Problematisch für die membrantechnische Behandlung des Abwassers sind der unregelmäßige Anfall und die schwankende Zusammensetzung. Ein Beispiel für die starken Schwankungen ist der pH-Wert, der sich in einem Bereich von 4,5 bis 10,5 bewegt. Die IWATEC GmbH, Bitterfeld-Wolfen wurde mit der Entwicklung eines Konzeptes zur membrantechnischen Umsetzbarkeit beauftragt. Um die Machbarkeit einer membrantechnischen Lösung zu verifi-

zieren, wurde zunächst ein Membranscreening im Labormaßstab in Zusammenarbeit mit der SIMA-tec GmbH, Schwalmtal, durchgeführt. Auf dieser Basis wurde schließlich das Anlagenkonzept entwickelt und umgesetzt, das allen Anforderungen des Betreibers genügt.

## 2. Laborversuche

Die Machbarkeit einer Behandlung des CSB-haltigen Abwassers wurde zunächst in Laborversuchen untersucht. Hauptziel der Versuche war dabei die weitgehende Rückhaltung und Aufkonzentrierung des Glycerins, um eine Rückführung in den Produktionsprozess zu ermöglichen. Auf Basis der Inhaltstoffe des Abwassers wurden Membranen ausgewählt, die für die Trennaufgabe geeignet erschienen. Die geringe molare Masse (92,1 g/mol) des Glycerins und der Wunsch, eine hohe Rückhaltung zu erreichen, führten zur Auswahl zweier Umkehrosmose-Membranen (Membran A und B) und einer sehr dichten Nanofiltrationsmembran (Membran C). Die Laborversuche wurden mit einer Testanlage des Typs LSta80 durchgeführt. Die Anlage verfügt über die Möglichkeit, 3 Flachmembranen mit einer Filterfläche von je 78 cm<sup>2</sup> seriell verschaltet in einem Versuch zu untersuchen. Die Testzelle ist als Flachkanal dem Wickelmodul nachempfunden. Im Versuch können

⇒ Fortsetzung auf Seite 3

## SIMA-tec® GmbH

Vogelsrather Weg 1  
41366 Schwalmtal  
Telefon 02163 5755140  
Fax 02163 5755138  
info@sima-tec.de  
www.sima-tec.de

**Der  
Gastbeitrag**

**Laborversuche  
mit der LSta80!**

# Prozesswasserrückgewinnung in der Glycerinherstellung

(Fortsetzung von Seite 2)

handelsübliche Feedspacer eingesetzt werden, wodurch in der Testzelle eine Überströmung eingestellt werden kann, die der eines handelsüblichen Wickelmoduls entspricht. Eine schematische Darstellung der Anlage ist in Abbildung 2, ein Bild in Abbildung 3 zu sehen.

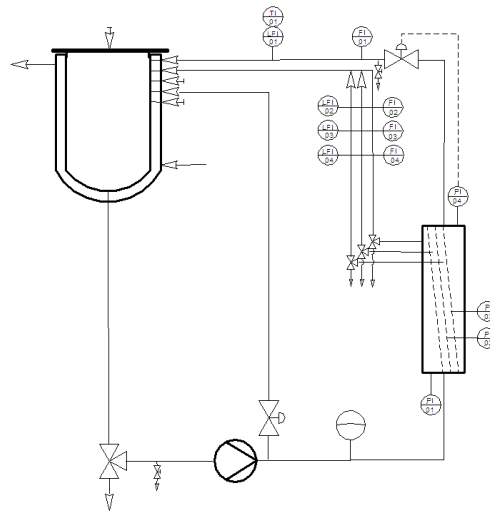


Abb. 2: Schema der Testanlage LSta80

In den Laborversuchen wurde zunächst eine Rohwasserprobe bei konstanten Bedingungen im Kreislauf über die Membranen geführt. Abbildung 4 zeigt die zeitliche Änderung der Permeatvolumenströme. Membran A und Membran



Abb. 3: Testanlage LSta80 für 3 Membranen

C weisen eine leichte Abnahme der Permeabilität auf, während Membran B auf Basis dieser Werte bereits als nicht geeignet für die Behandlung dieses Abwassers bezeichnet werden kann. Innerhalb von 16 Stunden kommt der Permeatvolumenstrom der

Membran B komplett zum Erliegen.

Im weiteren Verlauf des Versuchs wurde eine Konzentrierung des Rohwassers vorgenommen. Hierzu wurde über einen Zeitraum von 20 h das Permeat der Testmembranen aus dem Kreislauf entfernt, bis

ein volumetrischer Konzentrationsfaktor von 3 erreicht wurde. Der Verlauf der Permeatvolumenströme über der Zeit ist in Abbildung 5 zu sehen. Die Volumenströme der Membranen A und C liegen fast deckungsgleich übereinander, während Membran B weiterhin keinen Permeatvolumenstrom aufweist. Der konzentrationsbedingte Rückgang der Permeabilität konnte durch eine moderate Druckerhöhung ausgeglichen werden. Eine weitere Kreislauf-fahrt mit dem konzentrierten Rohwasser über 36 h ergab für die Membranen A und C weiterhin konstante Volumenströme.

Die während der Versuche entnommenen Proben ergaben für die Membran C (Nanofiltration) eine ungenügende Rückhaltung für das Glycerin. Insofern wurde für die weitere Entwicklung nur noch Membran A berücksichtigt. Die Analysen für Membran A sind in Tabelle 1 dargestellt.

Das mit einer molaren Masse von 32 g/mol wesentlich kleinere und mobilere Methanol wird selbst von den Umkehrosmosemembranen nicht zurückgehalten.

Die Rückhaltung gegenüber

⇒ Fortsetzung auf Seite 4

Stabile  
Performance für  
Membran  
A und C

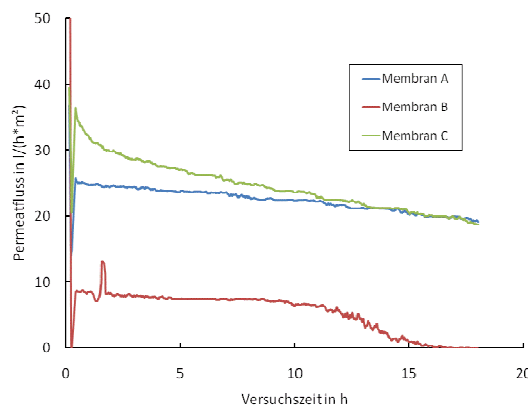


Abb. 4: Kreislaufahrt des Rohwassers bei konstanten Bedingungen ( $\Delta p = 30 \text{ bar}$ ,  $T = 25 \text{ °C}$ )

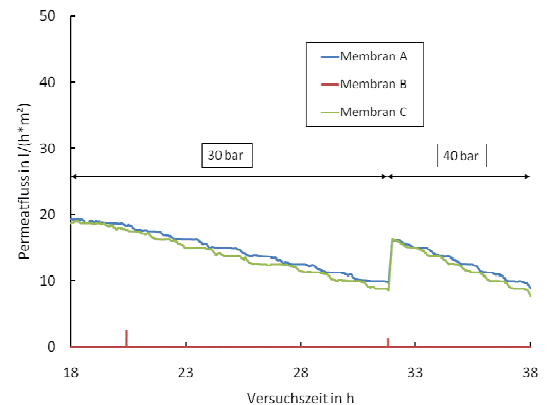


Abb. 5: Konzentrierung des Rohwassers auf einen KF von 3 bei verschiedenen Drücken ( $T = 25 \text{ °C}$ )

# Prozesswasserrückgewinnung in der Glycerinherstellung

(Fortsetzung von Seite 3)

Glycerin liegt jedoch mit 98 % in der gewünschten Größenordnung. Der TOC liegt im Permeat um 77 % unter dem

ten von neuwertigen verglichen mit den nach den Versuchen gereinigten Membranproben.

## Realisierung

Das auf Basis der Laborversuche entwickelte Aufbereitungskonzept ist in Abbildung 6 schematisch dargestellt. Das Kondensat wird zunächst in einem Ausgleichsbehälter gesammelt und dann über die Druckerhöhungsstation und eine Vorfiltration der Membrananlage (Abbildung 7) zugeführt. Das Permeat der Umkehrosmose wird neutralisiert und nach einer Endkontrolle in die Kanalisation eingespeist. Das Konzentrat wird in den Produktionsprozess zurückgeführt.

Zum Anlagenbetrieb wurde eine CIP-Station (Abbildung 8), bestehend aus einer alkalischen und einer sauren Reinigung, errichtet. Zusätzlich wurde zur Erhöhung der Anlagenlaufzeiten zwischen zwei Reinigungen eine Zwischenspülung vorgesehen. Diese zeitgesteuerte Spülung wird gleichzeitig zur Desinfektion der Anlage genutzt. Die Anlage arbeitet Permeat gesteuert auf einen eingestellten Permeatvolumenstrom.

**98% Glycerin-Rückhaltung für Membran A**

**Tabelle I:** Analysen für Membran A

Wert	Einheit	Rohwasser	Permeat	Rückhaltung [%]
TOC	µg/l	23.000	5.300	77
Methanol	%	1,86	1,83	1,6
Glycerin	%	1,99	0,04	98

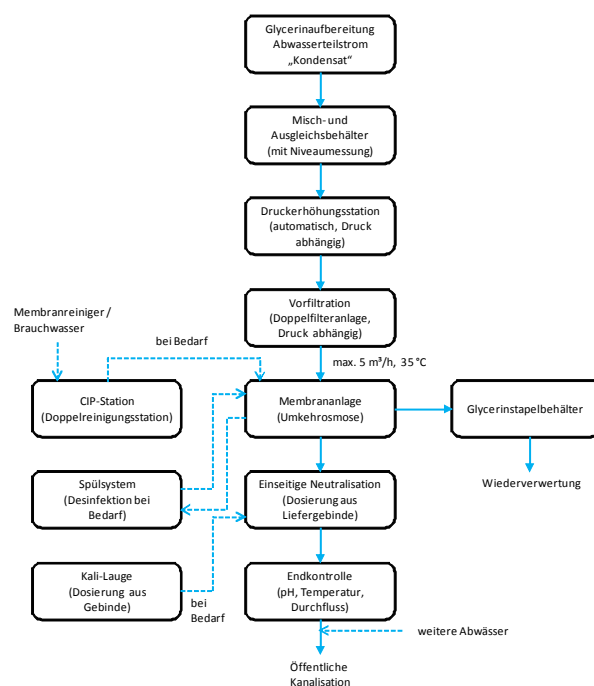
**Tabelle 2:** Versuche zur Entwicklung einer Reinigungsmethodik

Reiniger	Dauer	Reinigungseffekt in %		
		Membran A	Membran B	Membran C
alkalisch, pH 11,5 mit Tensiden	30 min	49	32	53
alkalisch, pH 14,0 ohne Tenside	20 min	53	50	45
sauer, pH 1,0 ohne Tenside	20 min	55	36	39
alkalisch, pH 13,0 mit Tensiden und Komplexbildnern	20 min	73	82	81

des Rohwassers. Die genannten Ergebnisse wurden im weiteren Verlauf der Untersuchungen mit unterschiedlichen Chargen des Rohwassers verifiziert.

Neben der Filtrierbarkeit des Mediums ist ein geeignetes Reinigungskonzept für eine funktionierende Anlagentechnik elementar. Hierzu wurden mit Hilfe der Laboranlage klassische Reinigungsstrategien getestet. Tabelle 2 zeigt die Ergebnisse der Versuche. Für jeden Versuch wurde zunächst ein Membransatz durch einen Konzentrierungsversuch „beladen“, um vergleichbare Bedingungen zu schaffen. Die in der Tabelle angegebenen Werte beziehen sich auf die in Standardsalzttests ermittelten Permeabilitä-

⇒ Fortsetzung auf Seite 5



**Abbildung 6:** Verfahrensschema der Prozesswasseraufbereitung

**Ablaufschema der Aufbereitungsanlage**

## Prozesswasserrückgewinnung in der Glycerinherstellung (Fortsetzung von Seite 4)



**Abb. 7:** Druckerhöhungsstation und Membranmodule

Als Regelgrößen werden sowohl der Druck als auch die Überströmung entsprechend angepasst. Kurz vor Erreichen der maximalen Werte löst die Steuerung in der Warte ein Signal zur Vorbereitung der Reinigung aus. Diese erfolgt dann teilautomatisiert. Die Reinigungshäufigkeit liegt derzeit bei 2-3 Wochen.

### 4. Fazit

Alle in den Laborversu-

chen ermittelten Werte in Bezug auf Permeabilitäten und Rückhalte konnten in der betrieblichen Anlage voll bestätigt werden. Die Anlage arbeitet im Automatikbetrieb bei einem Betriebsdruck bis maximal 40 bar und einer nahezu 100 %igen Glycerin-Rückgewinnung. Aufgrund der intensiven und qualitativ hochwertigen Laborversuche konnte diese Rückgewinnungsanlage ohne aufwändige Pilotversuche realisiert werden. Eine Wirtschaftlichkeit der Anlage ergibt sich durch die Rückführung des Glycerins in den Produktionsprozess und die Einsparung bei der Abwasserabgabe.



**Abb. 8:** CIP-Station

## Neuheiten und Weiterentwicklungen bei der Produktreihe der Laboranlagen

**Schwalmtal** - Die Produktreihe der Laboranlagen (unter dem Kürzel LSta bekannt) besticht bereits in der üblichen Ausführung durch eine hohe Chemikalienbeständigkeit. In bestimmten Anwendungen sind die verwendeten Werkstoffe jedoch nicht ausreichend beständig. Insbesondere bei stark korrosiven Medien wirkt sich ein Angriff der Materialien (z. B. Edelstahlteile) negativ auf die Versuche aus, da häufig Kreislaufversuche durchgeführt werden und diese durch eingetragene Störstoffe gestört werden können. Aus diesem

Grunde wurde das Grundkonzept auf Anregung aus Kundenkreisen so erweitert, dass nun Laboranlagen auch für die Bereiche Seewasser und organische Lösungsmittel verfügbar sind.

Die in diesen Anlagen verwendeten Materialien weisen wesentlich höhere Beständigkeiten auf und erweitern damit die Einsetzbarkeit der Anlagen wesentlich.

Eine weitere Neuerung betrifft die Steuerung der Laboranlagen: Neben der üblichen Regelung der Anlagen auf konstanten Druck ist nunmehr auch eine Steuerung der

## Schulungen Membranverfahren

**Gelsenkirchen** - In diesem Jahr wird es noch einen Termin für Schulungen im Bereich der druckgetriebenen Membranverfahren für Betriebspersonal geben. Die Schulung ist als Eintagesveranstaltung (MF/UF) oder als Komplettsminar (2 Tage, MF/UF, NF/RO) buchbar. Durchgeführt wird die Schulung in Zusammenarbeit mit der Deutschen Gesellschaft für Membrantechnik.

Im Fokus steht bei der Schulung „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. Der Termin findet in diesem Jahr im November statt:

↪ 25./26. November

Weitere Informationen finden Sie auf unserer Internet-Seite:

↪ [www.sima-tec.de](http://www.sima-tec.de)

**Ergebnisse der Laborversuche werden in der Praxis bestätigt!**

**Neuheiten:**  
Seewasser-,  
Lösungsmittelbeständige Laboranlagen

## Produktion und Verwaltung der SIMA-tec in Schwalmtal vereint.

In diesem Jahr konnten Produktion und Verwaltung der SIMA-tec in dem komplett sanierten Gebäude im Vogelsrather Weg 1 in Schwalmtal zusammenziehen. Hier wurde neben der Fertigungshalle auch ausreichend Bürofläche geschaffen, um den gestiegenen Aufgaben gewachsen zu sein.

Die alten Kontaktdaten der SIMA-tec bleiben für unser

Büro in Hürth aktuell. In Schwalmtal erreichen Sie uns zukünftig unter:

Telefon: 02163 5755140

Fax: 02163 5755138.

Unser gesamtes Team freut sich über die nun deutlich verbesserte Arbeitssituation und auf die weitere Zusammenarbeit mit Ihnen.



## 8. Aachener Tagung Membran und Wasser

**Aachen** - Auf der 8. Aachener Tagung Membran und Wasser wird die SIMA-tec erstmals mit einem Informationsstand vertreten sein. Sie finden unseren Stand im Foyer des Eurogress Aachen. An unserem Stand können Sie sich über die neuesten Ent-



wicklungen im Bereich der Labor- und Pilotanlagen für die Membran- und Wassertechnik informieren. Hierzu stehen Ihnen unsere Mitarbeiter gerne zur Verfügung. Neben der Testanlage LSta80 werden natürlich auch aktuelle Neuentwicklungen der SIMA-tec zu sehen sein.

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

**8. Aachener Tagung 2009**

### Termine in Kürze:

- 13.-15. Oktober 09** **FILTECH 2009**  
Wiesbaden, nähere Infos: [www.filtech.de](http://www.filtech.de)
- 20./21. Oktober 09** **Desalination and Renewable Energies**  
DME-Seminar, Jülich, nähere Infos: [www.dme-gmbh.de](http://www.dme-gmbh.de)
- 27./28. Oktober 09** **8. Aachener Tagung Membran und Wasser**  
Aachen, nähere Infos: [www.awm.rwth-aachen.de](http://www.awm.rwth-aachen.de)
- 16.-19. November 09** **Membrane Technology for Saline Waters,**  
DME-Seminar, Essen, nähere Infos: [www.dme-gmbh.de](http://www.dme-gmbh.de)
- 25./26. November 09** **Betriebspersonal-Schulung Membranverfahren**  
2-Tages-Seminar druckgetriebene Membranverfahren, Gelsenkirchen  
nähere Infos: [www.sima-tec.de](http://www.sima-tec.de)

### Im nächsten SIMA-tec® Newsletter lesen Sie:

- ↳ Vorstellung der Pilotanlagen-Baureihe PSta
- ↳ Der Gastbeitrag
- ↳ und vieles mehr...

© SIMA-tec® GmbH. Alle Rechte vorbehalten.

**Termine:**  
**Rund um die Membrantechnik**

**SIMA-tec® GmbH**

Vogelsrather Weg 1  
41366 Schwalmtal  
Telefon 02163 5755140  
Fax 02163 5755138  
[info@sima-tec.de](mailto:info@sima-tec.de)  
[www.sima-tec.de](http://www.sima-tec.de)