

Re-Salt: Recycling von industriellen salzhaltigen Prozesswässern

- Spurenstoffanalytik / Online-Sensor
- Chemische Modifikation der Aktivkohle
- Elektrochemische Modifikation der Aktivkohle
- Aufkonzentrierung mittels Hochdruckumkehrosmose
- Aufkonzentrierung mit Abwärme



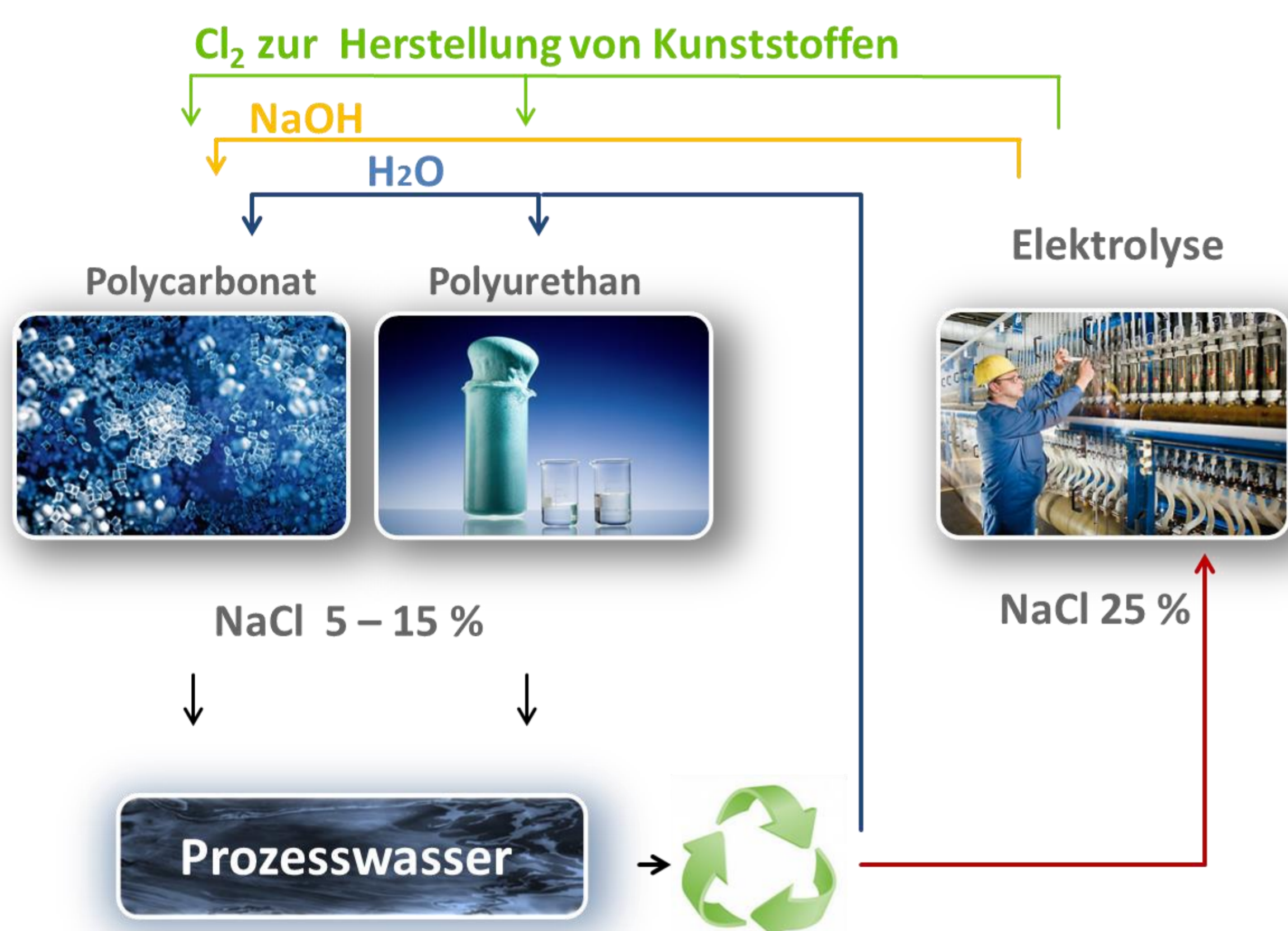
TZW
Technologiezentrum
Wasser

UNIVERSITÄT
DUISBURG
ESSEN
Offen im Denken

**Technology
Arts Sciences**
TH Köln



Ziel



In vielen industriellen Prozessen fallen beträchtliche Mengen Abwasser an, in denen hohe Konzentrationen an Inertsalzen enthalten sind. Das Einleiten hoher Salzfrachten in Oberflächengewässer stellt eine große Belastung für das Ökosystem dar, insbesondere dann, wenn sie für die Trinkwassergewinnung genutzt werden. Daher sind Anstrengungen notwendig, die zur Reduzierung der Salzfrachten führen.

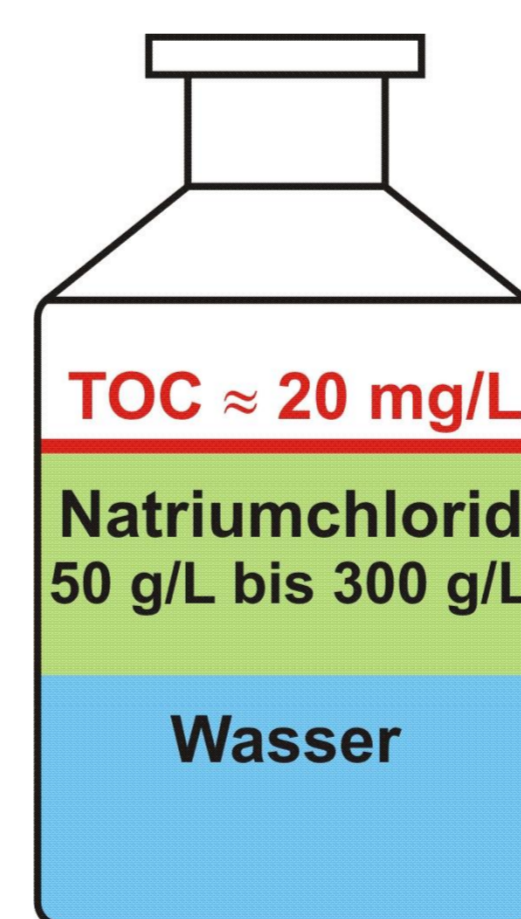
Dieses Projekt beschäftigt sich mit der Wiedergewinnung des in industriellen Abwasserströmen enthaltenen Salzes (NaCl) und dessen Rückführung als Rohstoff in die Chlor-Alkali-Elektrolyse sowie der Weiterverwertung des anfallenden Wassers.

Die entscheidenden Hürden auf dem Weg zur Kreislaufführung sind:

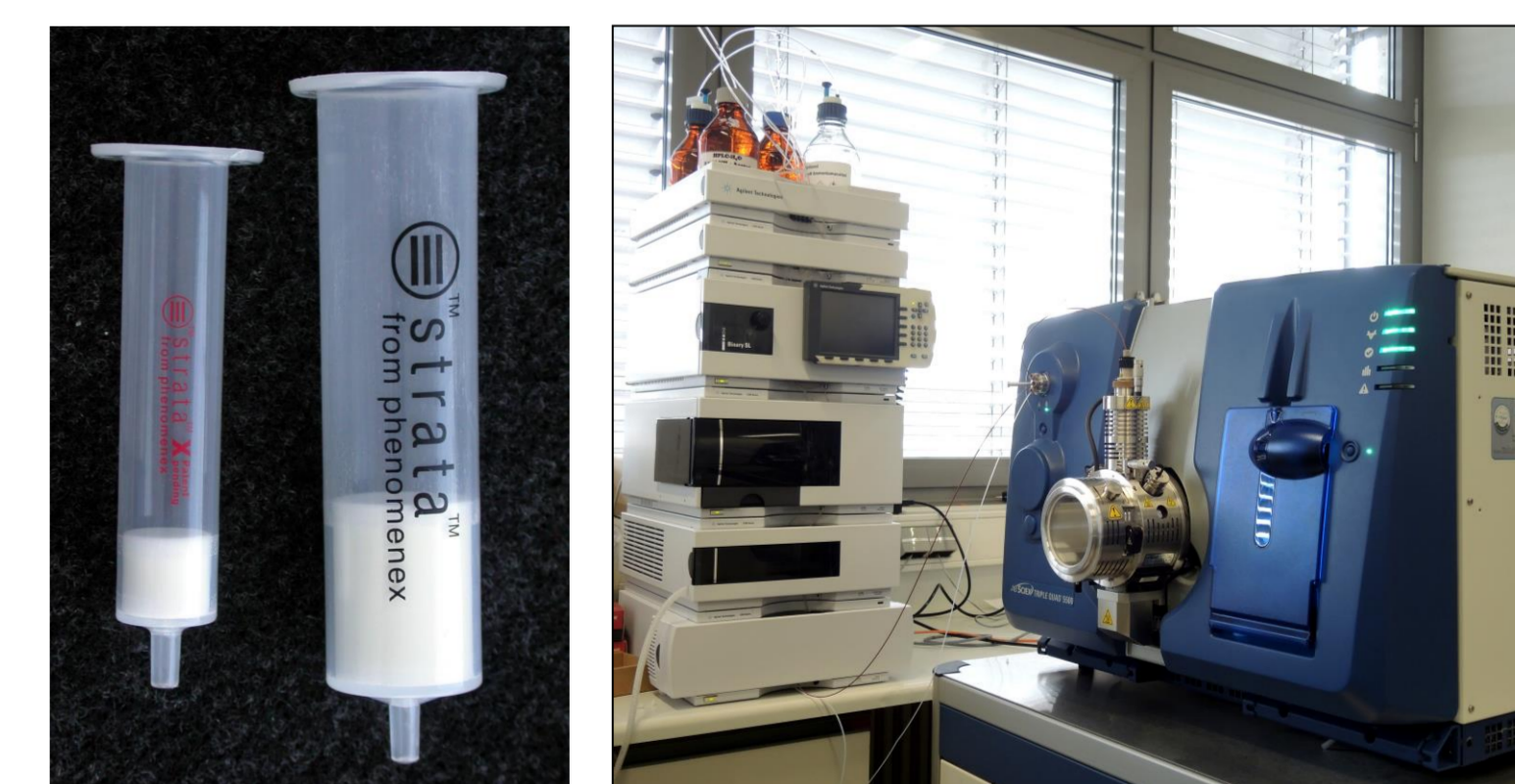
- ❖ die in den Prozesswässern enthaltenen organischen Verunreinigungen (aromatische und aliphatische Verbindungen) aus den Produktionsprozessen
- ❖ die für die Elektrolyse geringe NaCl-Konzentration in den Prozesswässern.

Spurenstoffanalytik in hochkonzentrierten Salzsolen

Für die Wiederverwendung der Salzsolen dürfen bestimmte Gehalte an organischen Verbindungen nicht überschritten werden. Ihr Nachweis im Spurenbereich wird durch hohe Salzgehalte erschwert, weshalb angepasste Probenvorbereitungs- und Analysetechniken entwickelt werden müssen. Die Erfolgskontrolle der im Projekt entwickelten Aufbereitungstechniken wird über die begleitende Analytik ermöglicht.



- org. Anionen
- org. Kationen
- unpol. Verb.
- Tenside
- weitere Substanzklassen?



Probenvorbereitungstechniken: Für die Trennung bzw. Anreicherung organischer Verbindungen aus der Salzmatrix werden verschiedene Probenvorbereitungstechniken auf Eignung getestet (z.B. Festphasenextraktion, Flüssig-Flüssig-Extraktion, Destillation, Derivatisierung, Ionentausch).

Analysetechniken: Neben der Methodenentwicklung für bekannte organische Verunreinigungen im Abwasser wird auch über *non-target-screenings* nach weiteren bislang unbekanntem Komponenten gesucht. Hierzu werden GC-, RP- und IC-Trennverfahren mit diversen Detektoren (LF, UV, ESI-MS/MS, ESI-qTOF) gekoppelt.

Online-Verfahren: Tensidreste stellen für die Wiederverwertung der Sole einen kritischen Parameter dar. Auf Grundlage literaturbekannter Methoden (z.B. Titration, Ionenpaarbildung) soll die Machbarkeit eines automatisierten Tests untersucht werden.



Koordination:
Dr. Yuliya Schießler
Covestro Deutschland AG

Kaiser-Wilhelm-Allee 60
51373 Leverkusen,
Tel.: +49 214 6009 5461
E-Mail: yuliya.schiessler@covestro.com



GEFÖRDERT VOM

Bundesministerium
für Bildung
und Forschung



Re-Salt: Entfernung von Verunreinigungen

Chemische Modifikation der Aktivkohle

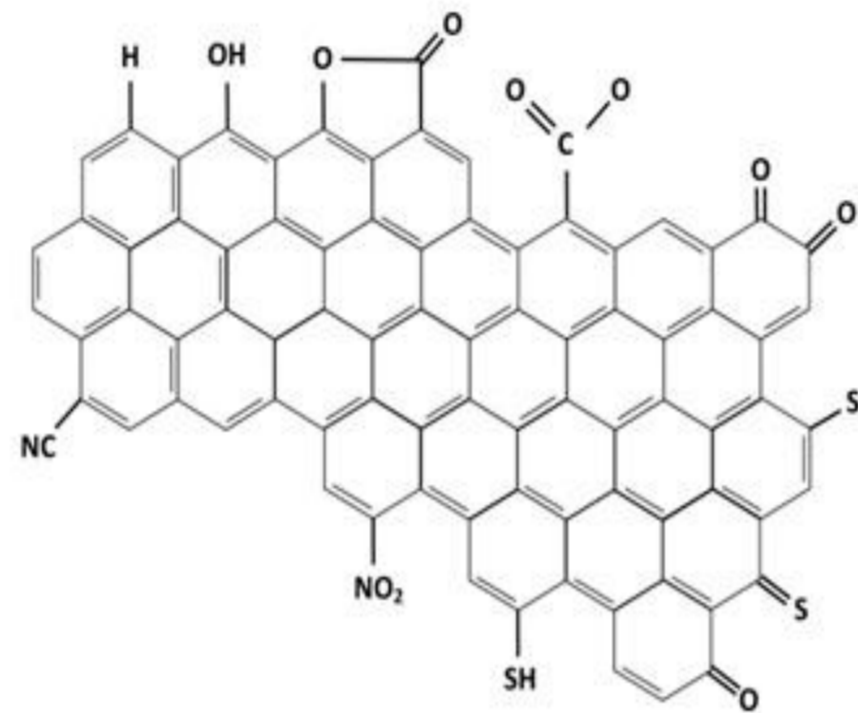
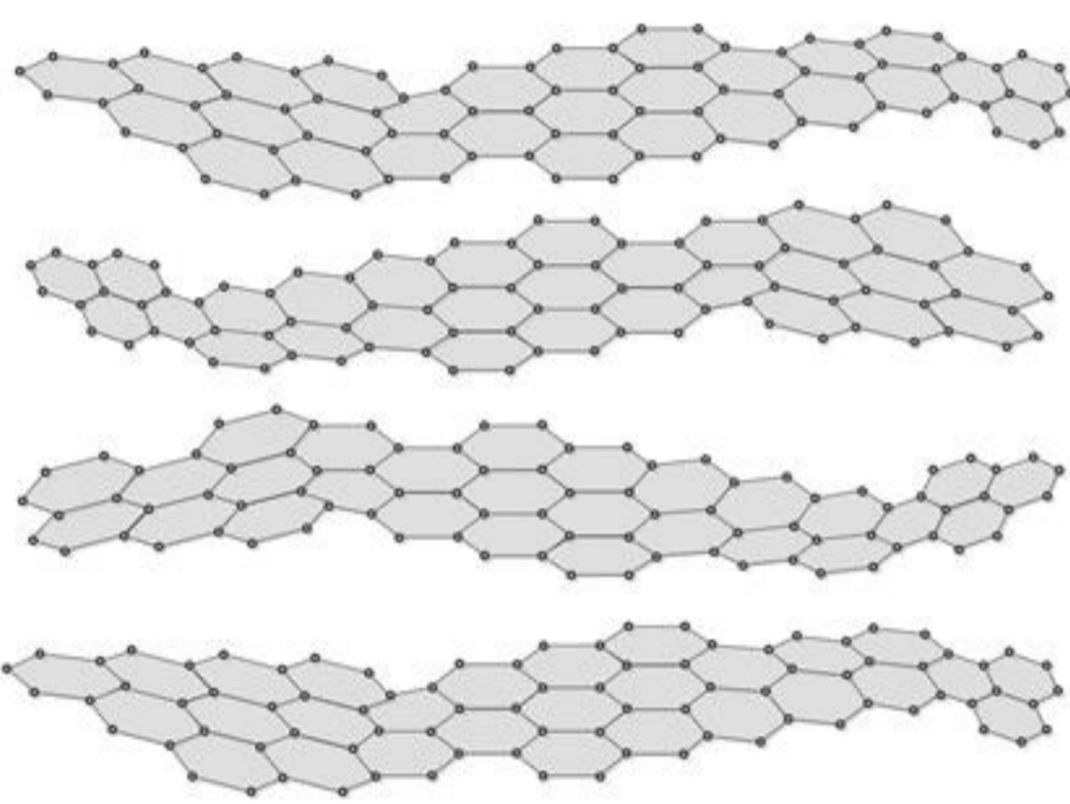
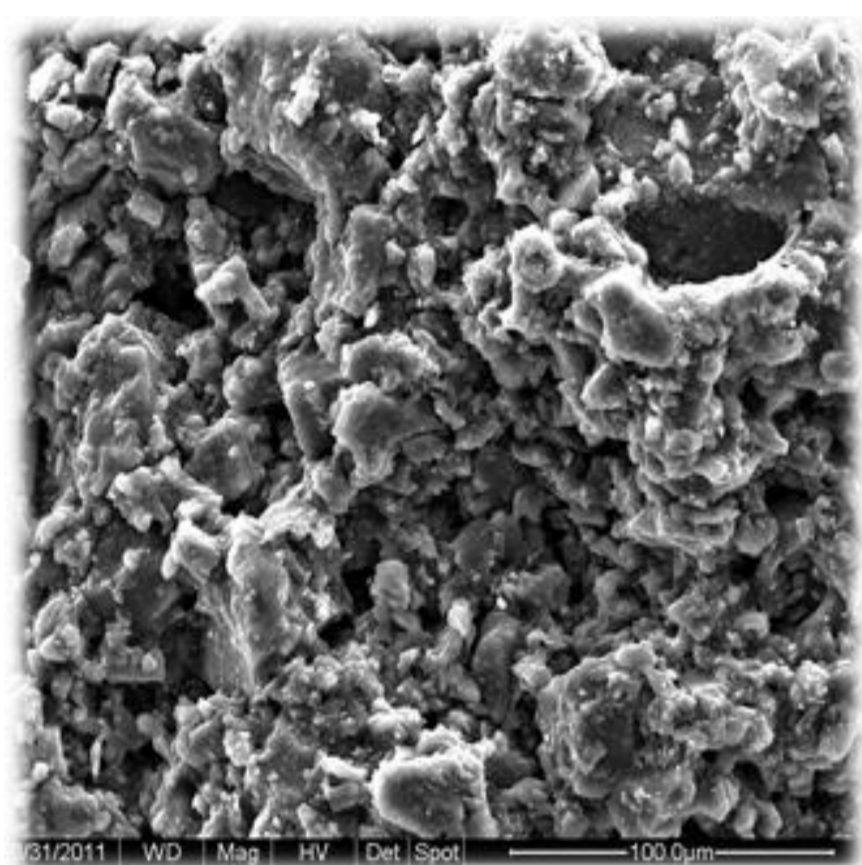
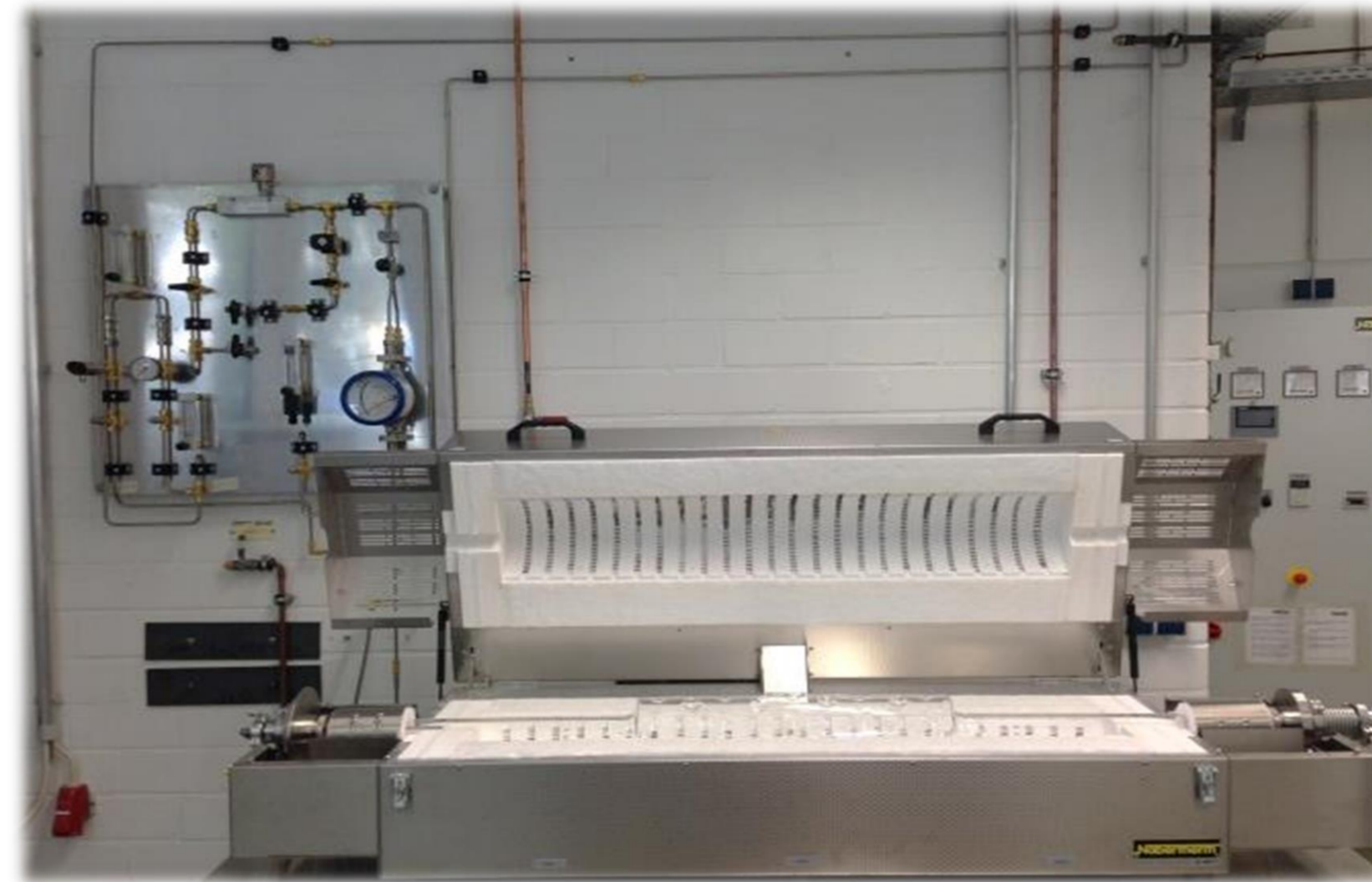
Die Prozesswässer enthalten organische Komponenten, die bereits in Konzentrationen von 1 mg/L zu einem Spannungsanstieg oder zu Schäden im Elektrolyse-Prozess führen können. Um die Abwässer sicher in der Chloralkali-Elektrolyse einzusetzen, müssen diese effizient und selektiv entfernt werden. Durch eine gezielte chemische Modifikation der funktionellen Oberflächengruppen (FOG) von granulierter Aktivkohle (GAK) soll die Polarität und die Adsorptionskapazität deutlich erhöht werden.

Erzeugung von GAK im Drehrohrofen (DRO)

- Reproduktion von Basis-GAK-Proben
- Datensammlung für Upscaling

Herstellung modifizierter GAK mit einem DRO

- Modifizierung im Aktivierungsprozess im DRO bis 1.000°C
- Einbringen von chemischen Verbindungen in die GAK-Oberfläche



Charakterisierung und Analytik

- Titrimetrische und spektroskopische Bestimmung der FOG
- Physikalisch-Chemische Charakterisierung der GAK

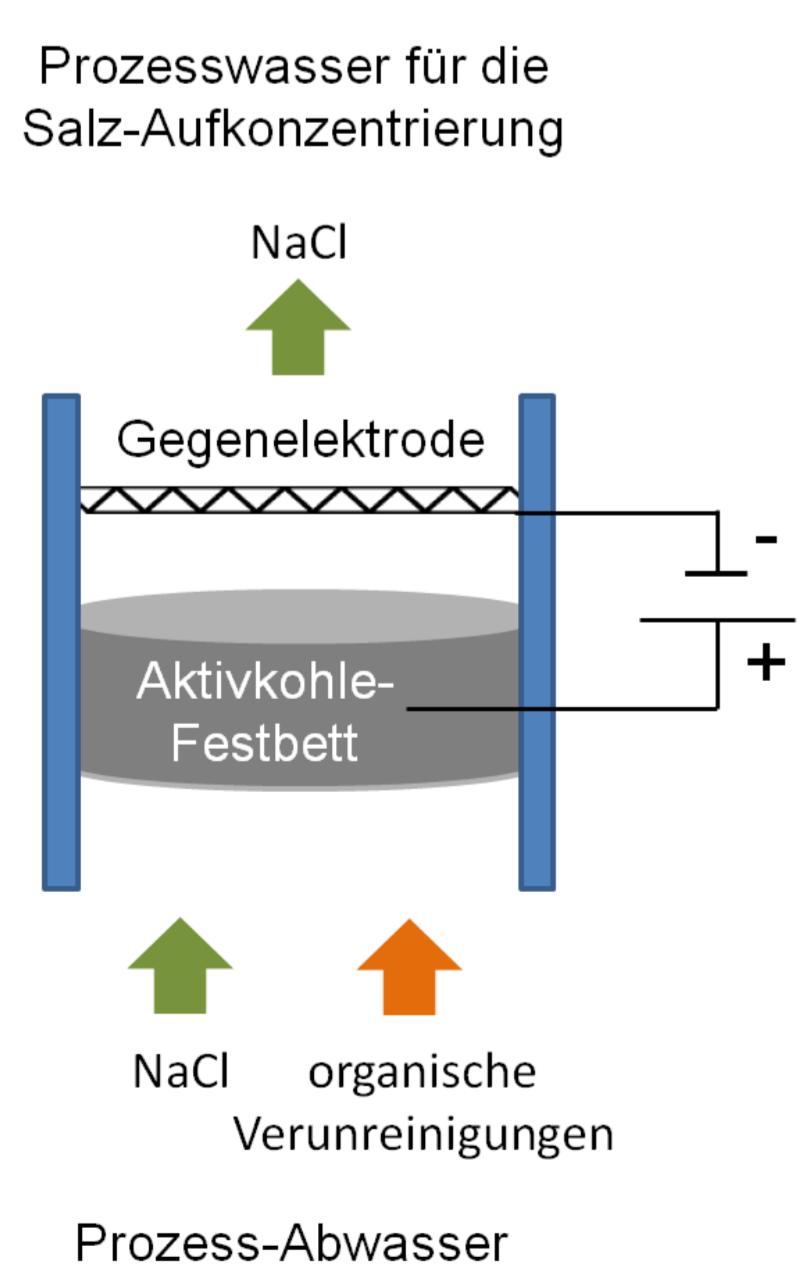
Reaktivierung im Labormaßstab und Pilotierung

- Stabilität und Wiederherstellung der FOG
- Demonstration und Testbetrieb in der Pilotanlage

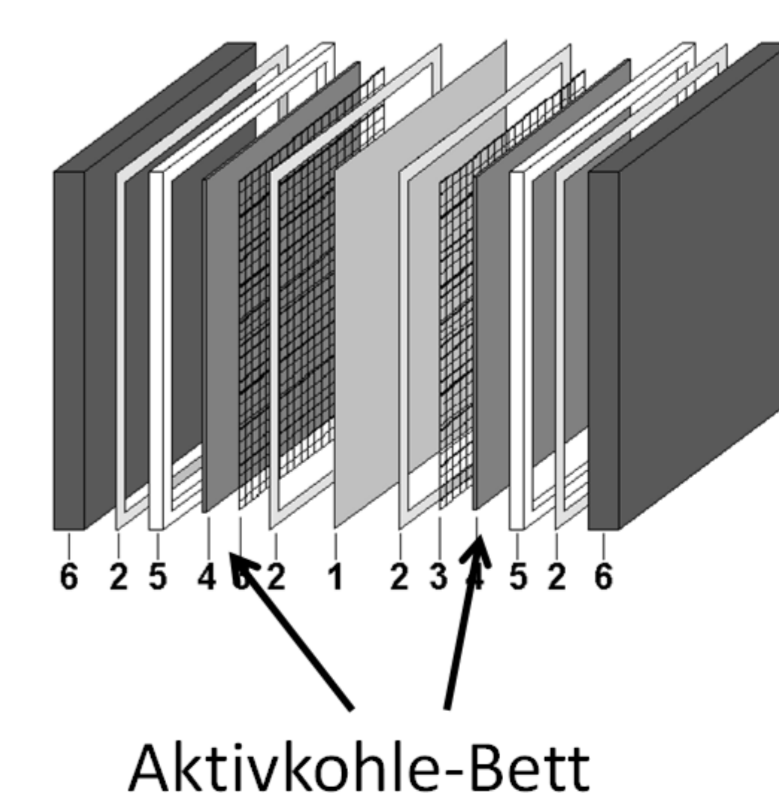
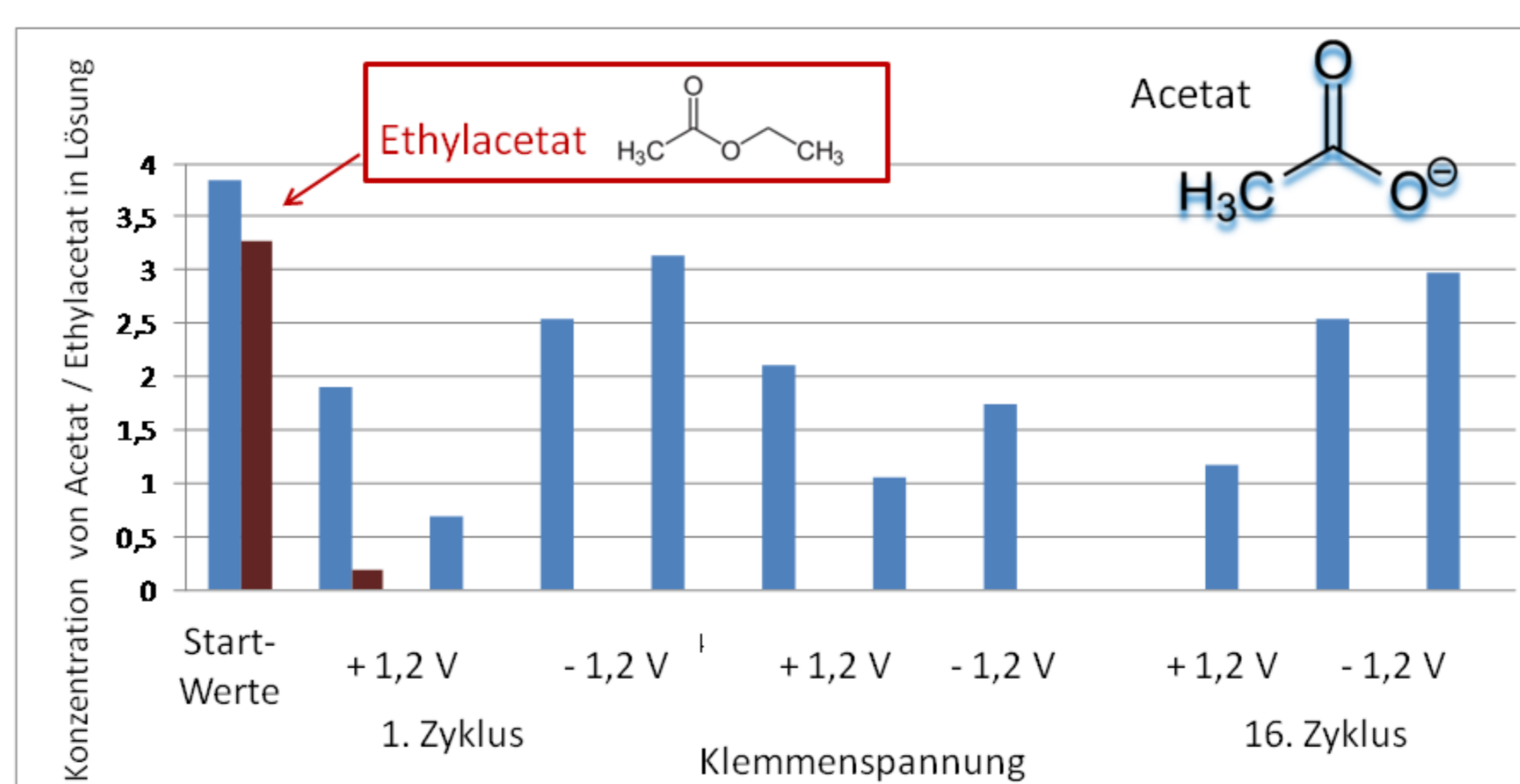
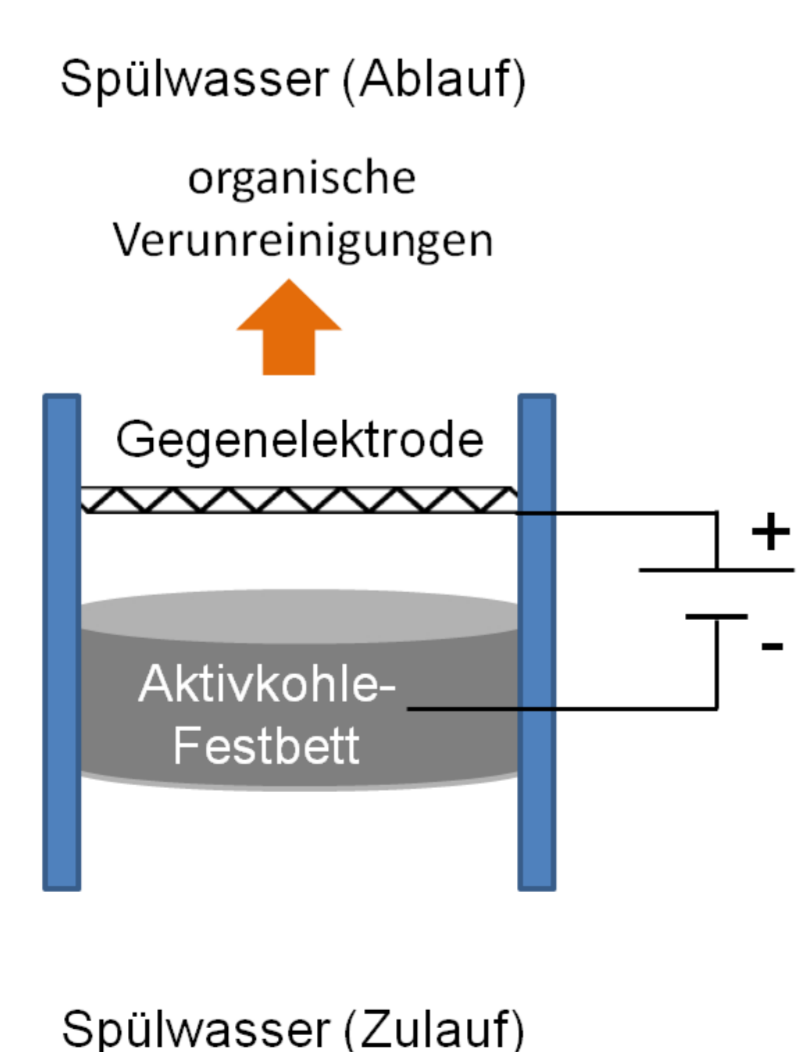
Elektrochemische Modifikation der Aktivkohle

Für die Beseitigung der organischen Verunreinigungen aus den salzhaltigen Prozesswässern soll ein elektrochemisches Verfahren untersucht werden, das auf dem **Prinzip der Elektrosorption**, d.h. der potenzialgesteuerten Adsorption und Desorption, basiert (siehe Abbildung unten links). Als Adsorber soll granulierte Aktivkohle (GAK) verwendet werden. An die GAK-Elektrode wird ein elektrisches Potenzial angelegt. Dies führt zur beschleunigten Adsorption von Organika. Wirtschaftlich bedeutet dies, dass konventionelle, großvolumige GAK-Adsorber durch deutlich **kleinere elektrochemische Adsorber** ersetzt werden können. Zusätzlich eröffnet dieses Verfahren die Möglichkeit, Moleküle zu adsorbieren, die von konventioneller Aktivkohle nur unzureichend adsorbiert werden. Durch Umpolung des Potenzials kann die GAK regeneriert und die Standzeit verlängert werden. Die Elektrosorption ist von der chemischen Struktur des Adsorbens abhängig (siehe Abbildung unten Mitte). Den Reaktoraufbau, der eine Kombination aus Filterpressenzelle und Festbett-Reaktor ist, zeigen die beiden Abbildungen unten rechts.

Entfernung organischer Verunreinigungen



Regenerierung der Aktivkohle



Donau Carbon GmbH: oliver.blatt@donau-carbon.com

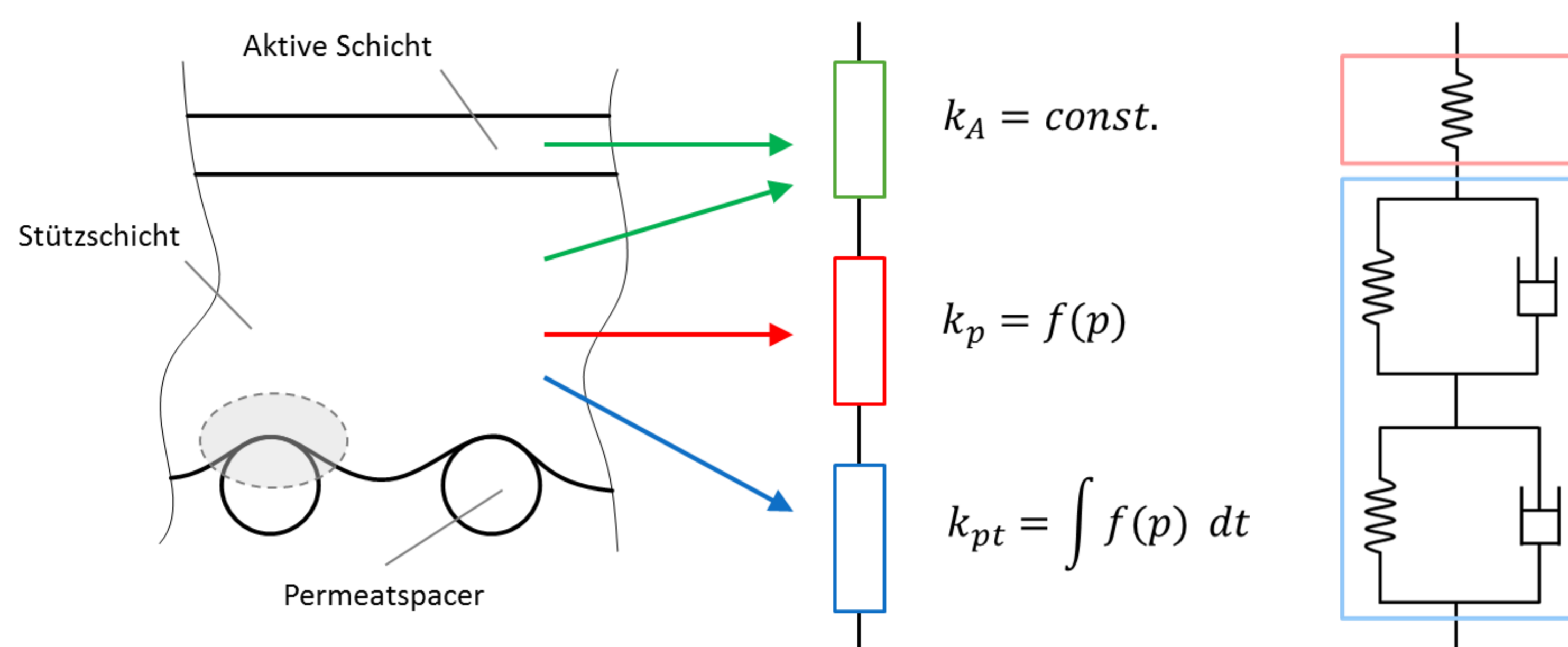
Universität Duisburg-Essen Lehrstuhl für Mechanische Verfahrenstechnik / Wassertechnik: stefan.panglich@uni-due.de

DECHEMA Forschungsinstitut: mangold@dechema.de

Re-Salt: Aufkonzentrierung

Aufkonzentrierung mittels Hochdruckumkehrosmose

- Entwicklung eines **Hochdruck-Spiralwickелеlementes** und einer **Pilotanlage** für den praktikablen Einsatz des Verfahrens der Hochdruckumkehrosmose (HPRO) zur **Aufkonzentrierung der Salzlösung** mit einem Massenanteil von ca. 7 % auf 13 bis 14 % Natriumchlorid



→ Modellierung des Membranverhaltens

- druckabhängige Permeanz, verursacht durch Kompaktierung
- zeitabhängige Permeanz bei hohen Feedrücken
- viskoelastischer Ansatz zur Beschreibung des Stofftransports

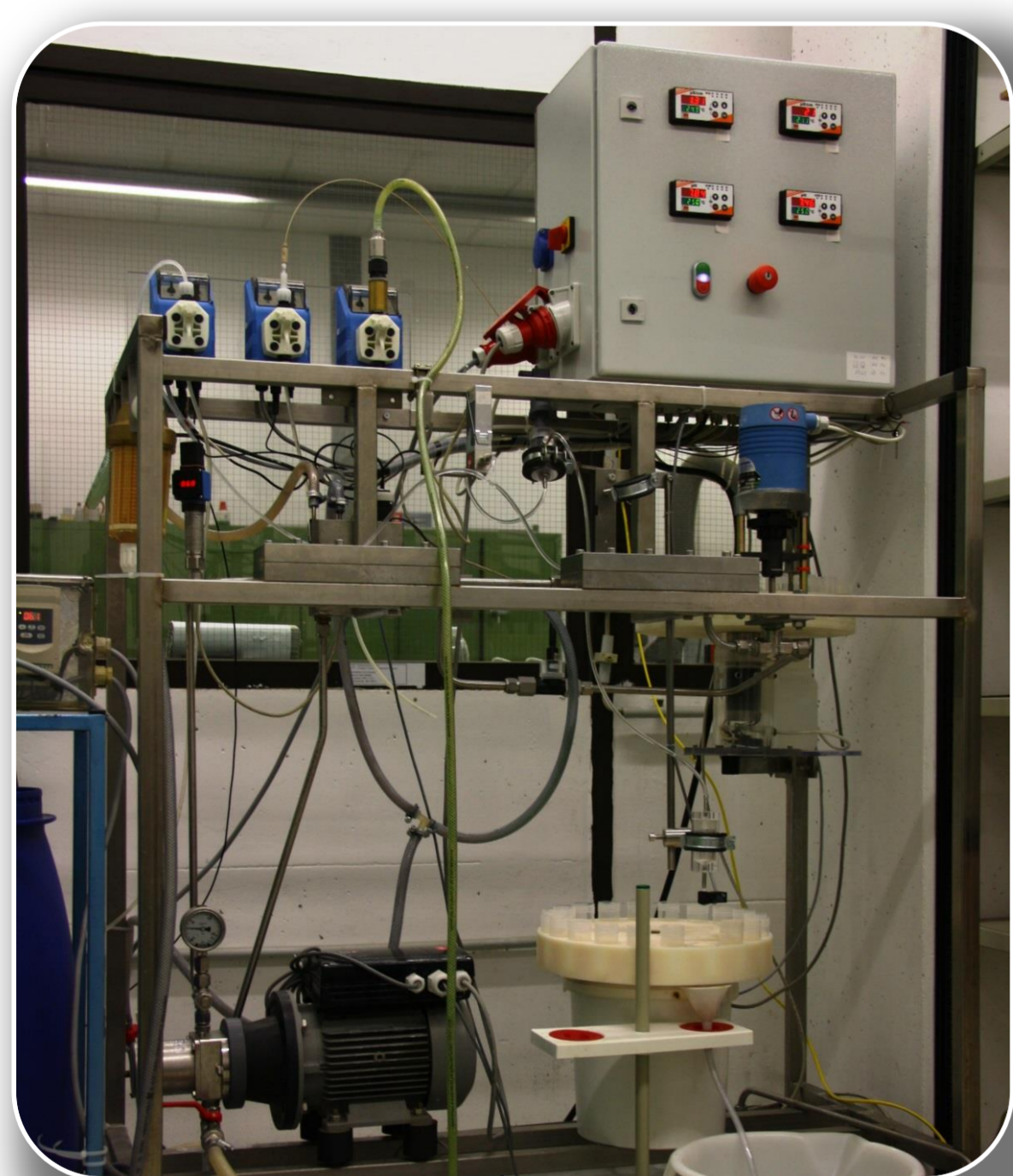


Abbildung 1: Testzellen-Anlage zum Screening von Flachmembranen



Abbildung 2: Pilotanlage für die HPRO und NF zum Testen von Spiralwickелеlementen (2,5" und 4")



→ systematisches Membranscreening für die HPRO

- Tests verschiedener Flachmembranen an einer vorhandener Testzellen-Anlage
- Beständigkeit gegenüber organischer Verunreinigungen
- Effektivität möglicher Reinigungsmaßnahmen

→ Untersuchung handelsüblicher Spiralwickелеlemente (2,5" und 4") auf Eignung im Hochdruckbereich

- Versuche bei Standardbedingungen: Selektivität und Permeationsverhalten
- Langzeitbelastungstests und intensivierete Alterungsprozesse
- Identifikation leistungslimitierender Faktoren

→ Membranautopsie

- bildgebende Verfahren zur Intrusion
- Identifizierung von Beschädigungen

→ anwendungsspezifische Optimierung der Elemente

- Herstellung und Untersuchung (bis 8")
- Versuche mit realer NaCl-Lösung
- spezifischer Energieverbrauch

Innovation für Wassertechnik

ENVIROCHEMIE



Technology
Arts Sciences
TH Köln

Aufkonzentrierung mit Abwärme

Im Rahmen des Förderprojekts wird die energetische Situation

- vorhandener Abwärme und
- deren Integration

für eine technische Anlage beleuchtet. Für die Aufkonzentrierung großvolumiger Abwasserströme werden große Mengen an Abwärme benötigt, welche dennoch meist zerstreut und auf unterschiedlichen Temperaturniveaus vorliegen. Ein effizientes und wirtschaftliches Nutzungskonzept für die vorhandene Abwärme ist daher ein wesentlicher Aspekt, welcher in diesem Teilarbeitspaket untersucht wird.

Am Beispiel von Covestro-Standort Uerdingen werden die notwendigen Abwärmemengen identifiziert und die zu ihrer Nutzung benötigten Apparate und Rohrleitungsnetze ermittelt.



Koordination:
Dr. Yuliya Schießer
Covestro Deutschland AG

Kaiser-Wilhelm-Allee 60
51373 Leverkusen,
Tel.: +49 214 6009 5461
E-Mail: yuliya.schiesser@covestro.com

GEFÖRDERT VOM

