

(12) **Österreichische Patentanmeldung**

(21) Anmeldenummer: **A 1446/2009**

(22) Anmeldetag: **11.09.2009**

(43) Veröffentlicht am: **15.02.2011**

(51) Int. Cl.: **B01D 61/58** (2006.01),
B01D 61/02 (2006.01),
B01D 61/14 (2006.01)

(73) Patentinhaber:

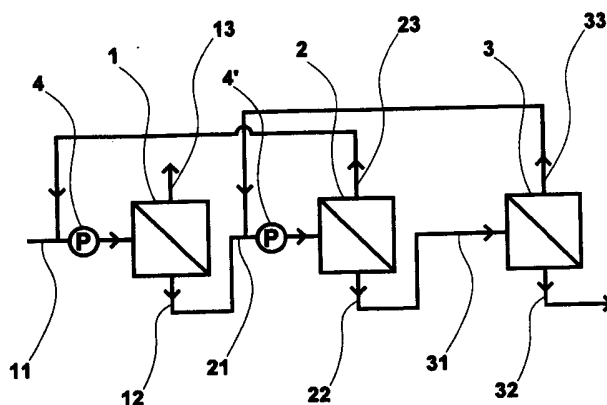
TECHNISCHE UNIVERSITÄT WIEN
A-1040 WIEN (AT)

(72) Erfinder:

HARASEK MICHAEL DIPL.ING. DR.
WIEN (AT)
GUL SAEED
WIEN (AT)

(54) **VERFAHREN UND EINE VORRICHTUNG ZUR AUFKONZENTRIERUNG VON WERTSTOFFLÖSUNGEN**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufkonzentrierung einer Wertstofflösung unter Verwendung zumindest zweier aufeinander folgender Membrantrennstufen zur jeweiligen Auftrennung der Wertstofflösung in ein Retentat und ein Permeat, wobei der Cut-Off der in den Trennstufen eingesetzten Membranen jeweils höher als jener der in der vorhergehenden Stufe eingesetzten Membran ist, das Retentat jeder Trennstufe mit Ausnahme der letzten Stufe als Feed der nächstfolgenden Trennstufe zugeführt wird und das Permeat aus zumindest einer Trennstufe zu einer vorhergehenden Trennstufe zurückgeführt und in deren Feed eingeleitet wird, mit dem Kennzeichen, dass das zurückgeführte Permeat eine Konzentration bzw. Viskosität aufweist, die der Konzentration bzw. Viskosität des Feeds der vorhergehenden Trennstufe, in den es eingeleitet wird, im Wesentlichen entspricht.



ZUSAMMENFASSUNG

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufkonzentrierung einer Wertstofflösung unter Verwendung zumindest zweier aufeinander folgender Membrantrennstufen zur jeweiligen Auftrennung der Wertstofflösung in ein Retentat und ein Permeat, wobei der Cut-Off der in den Trennstufen eingesetzten Membranen jeweils höher als jener der in der vorhergehenden Stufe eingesetzten Membran ist, das Retentat jeder Trennstufe mit Ausnahme der letzten Stufe als Feed der nächstfolgenden Trennstufe zugeführt wird und das Permeat aus zumindest einer Trennstufe zu einer vorhergehenden Trennstufe zurückgeführt und in deren Feed eingeleitet wird, mit dem Kennzeichen, dass das zurückgeführte Permeat eine Konzentration bzw. Viskosität aufweist, die der Konzentration bzw. Viskosität des Feeds der vorhergehenden Trennstufe, in den es eingeleitet wird, im Wesentlichen entspricht.

(Fig. 2)

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Aufkonzentrierung von Wertstofflösungen mittels druckbetriebener Membranverfahren.

STAND DER TECHNIK

In zahlreichen großtechnischen Herstellungsverfahren fallen die gewünschten Produkte in Form von mehr oder weniger stark verdünnten Lösungen an, aus denen der jeweilige Wertstoff mittels aufwändiger Trennverfahren abgetrennt werden muss. Als repräsentative Beispiele dafür dienen etwa die Zucker-, die Fruchtsaft-, die Pharma- und die chemische Industrie.

Bei der Zuckerherstellung etwa sind die Energiekosten der zweithöchste Posten der gesamten Betriebskosten, da am Ende der Raffination große Mengen Wasser aus der erhaltenen Saccharoselösung zu entfernen – typischerweise abzudampfen – sind. Da die am Beginn des Prozesses stehende Zuckerrübe aus rund 75 % Wasser besteht und weitere ca. 20 % Wasser im Verfahrensverlauf zugesetzt werden, sind macht das Wasser etwa 95 % der Zuckerlösung aus. Das Abdampfen dieses Wasseranteils verschlingt aufgrund der hohen Verdampfungswärme von Wasser enorme Mengen an Energie.

Aus diesem Grund war und ist man bestrebt, einen Teil des Wassers vor dem Verdampfungsprozess abzutrennen. Aus US-A-3.617.550 ist bekannt, Lösungen durch Passieren zweier Umkehrosmose-Trennstufen mit Membranen unterschiedlicher Durchlässigkeit aufzukonzentrieren, wobei mitunter Permeat aus der zweiten Stufe in den Feed der ersten Stufe rezykliert wird. Als Beispiele für die Lösung werden verdünnte Zuckerlösung und Fruchtsäfte genannt, und die Erfinder berechnen den erforderlichen Betriebsdruck für jede der beiden Trennstufen aus dem Retentionsverhältnis der Membrantrennung. In US-A-5.096.590 wird ein ähnliches System mit einer Vielzahl von Trennstufen (bis zu zwölf) offenbart, bei dem das jeweils letzte Permeat wiederum in den Feed der ersten Trennstufe zurückgeführt wird.

Mittels dieser Verfahren konnte zwar eine deutliche Konzentrationswirkung erzielt werden, allerdings bleiben weiterhin Nachteile bei der Verfahrensführung hinsichtlich

des Energiebedarfs, der Druck- und der Temperaturverhältnisse in den Anlagen bestehen, auch zumal der maximal mögliche Betriebsdruck durch die Auswahl der Membranen limitiert ist. Ziel der vorliegenden Erfindung war daher eine Verbesserung dieser Verfahren nach dem Stand der Technik.

OFFENBARUNG DER ERFINDUNG

Dieses Ziel wird in einem ersten Aspekt durch Bereitstellung eines Verfahrens erreicht, in dem die Aufkonzentrierung einer Wertstofflösung unter Verwendung zumindest zweier aufeinander folgender Membrantrennstufen zur jeweiligen Auftrennung der Wertstofflösung in ein Retentat und ein Permeat erfolgt, wobei der Cut-Off der in den Trennstufen eingesetzten Membranen jeweils höher als jener der in der vorhergehenden Stufe eingesetzten Membran ist, das Retentat jeder Trennstufe mit Ausnahme der letzten Stufe als Feed der nächstfolgenden Trennstufe zugeführt wird und das Permeat aus zumindest einer Trennstufe zu einer vorhergehenden Trennstufe zurückgeführt und in deren Feed eingeleitet wird, wobei das Verfahren dadurch gekennzeichnet ist, dass das zurückgeführte Permeat eine Konzentration bzw. Viskosität aufweist, die der Konzentration bzw. Viskosität des Feeds der vorhergehenden Trennstufe, in den es eingeleitet wird, im Wesentlichen entspricht.

Die Viskosität der Prozessströme hängt neben ihrer Temperatur vor allem von der Konzentration der darin gelösten Stoffe, insbesondere natürlich des jeweils abzutrennenden Wertstoffs, ab. Durch die Steuerung der Konzentration bzw. Viskosität auf obige Weise wird die Vermischung zwischen dem zurückgeführten Permeat und dem dem Feed, in den es eingeleitet wird, erleichtert und beschleunigt, wodurch gleichmäßigere Betriebsbedingungen und dadurch ein verbesserter Durchsatz im Verfahren erzielt werden, ohne einen entsprechend höheren Betriebsdruck einstellen zu müssen. Es kommt zu weniger regelungstechnisch bedingten Schwankungen des Permeatstroms der vorangehenden Stufen, mit denen die rückgeführten Permeate vermischt werden. Weitere wesentliche Vorteile bestehen darin, dass durch Abstimmung der Eigenschaften ein geringerer Gesamtenergieaufwand für das Aufbereitungsverfahren (durch Druckerhöhung in den Pumpen) und eine einfachere Auslegung des Gesamtverfahrens möglich ist. Zu hohe Konzentrationen der rückgeführten

Permeate erfordern deutliche größere Membranflächen in der vorhergehenden Stufe aufgrund der höheren osmotischen Drücke; andererseits sind zu niedrige Konzentrationen der rückgeführten Permeate unwirtschaftlich, weil der Feed der vorhergehenden Stufe dadurch unnötig verdünnt wird, was zu erhöhtem Pumpaufwand und ebenfalls größeren Membranflächen bzw. anderer Hydraulik im Membrantrennmodul führen kann.

Mit der Formulierung, dass eine Konzentration einer anderen "im Wesentlichen entspricht" ist hierin eine Differenz zwischen den beiden Konzentrationen von maximal 3 Gew.-% gemeint. Wenn die Viskositäten die bestimmenden Größen sind, so ist unter einer Viskosität, die einer anderen "im Wesentlichen entspricht", eine Differenz der Viskositäten von 10 % bis maximal 15 % gemeint, da sich – speziell bei Verwendung wässriger Zuckerlösungen – die Viskosität bei Erhöhung der Konzentration um 1 Gew.-% bei niedrigeren Konzentrationen (d.h. bei etwa 15- bis 20%igen Lösungen) um rund 3,5 % ändert und bei höheren Konzentrationen (d.h. bei etwa 35- bis 40%igen Lösungen) um rund 5 % ändert. In jenen Fällen, wo die verarbeitete Wertstofflösung im Verfahren keine Temperaturänderung erfährt, geht freilich die Steuerung der Konzentration praktisch Hand in Hand mit jener der Viskosität.

Vor allem in Fällen ohne Temperaturänderung sieht die Erfindung in bevorzugten Ausführungsformen vor, dass die Differenz der Konzentrationen von zurückgeführtem Permeat und Feed des vorhergehenden Membrantrennschritts nicht mehr als 3 Gew.-%, noch bevorzugter nicht mehr als 2 Gew.-%, insbesondere nicht mehr als 1 Gew.-%, beträgt, wodurch die oben beschriebenen Vorteile besonders stark zum Ausdruck kommen.

Die Anzahl der im erfindungsgemäßen Verfahren vorgesehenen Trennstufen ist nicht speziell eingeschränkt. Wenn die Wertstofflösung drei oder mehr Trennschritten unterzogen wird, wird vorzugsweise das Permeat jeder Trennstufe ab der zweiten in den Feed der unmittelbar davor liegenden Trennstufe eingeleitet, was die Effizienz des Verfahrens weiter erhöht.

In besonders bevorzugten Ausführungsformen wird nur die erste Trennstufe von außen mit einem feedseitigen Betriebsdruck beaufschlagt und in jeder Trennstufe eine Membran mit einer solchen Durchlässigkeit eingesetzt wird, dass die Differenz des osmotischen Drucks zwischen Retentat und Permeat geringer als der jeweilige feedseitige Betriebsdruck ist. Dadurch können weitere Pumpen oder ähnliche Druckeinrichtungen nach der ersten Trennstufe entfallen, da der anfänglich eingestellte Betriebsdruck ausreicht, um die Wertstofflösung durch sämtliche Trennstufen zu leiten.

Vorzugsweise wird zudem in der ersten Trennstufe eine Membran mit einem Cut-Off eingesetzt, der kleiner als die Größe der abzutrennenden Wertstoffmoleküle ist, so dass in der ersten Trennstufe praktisch keinerlei Wertstoff verloren geht. Als bevorzugtes Trennverfahren wird in der ersten Membrantrennstufe daher entweder Umkehrosmose oder Nanofiltration mit einem Cut-Off, der niedriger als die Molekülmasse des Wertstoffs ist, durchgeführt, wodurch Wertstofflösungen verarbeitbar sind, die im Wesentlichen nur aus Lösungsmittel und Wertstoff bestehen. In der zweiten und gegebenenfalls jeder weiteren Membrantrennstufe wird hingegen vorzugsweise Nanofiltration oder Ultrafiltration durchgeführt, um einen Teil des Wertstoffs die Membran passieren zu lassen und so die geeignete Konzentration bzw. Viskosität im jeweiligen Permeatstrom einzustellen.

Die Auswahl der im erfindungsgemäßen Verfahren aufzutrennenden Wertstofflösung ist nicht speziell eingeschränkt. Wie einleitend beschrieben wurde, können hierfür Zuckerlösung oder Fruchtsaft, aber auch Lösungen von Milchsäure oder einem Salz davon, Aminosäurelösungen oder sonstige wässrige, nichtwässrige oder gemischte wässrig-nichtwässrige Lösungen eingesetzt werden, wie sie beispielsweise auf den Gebieten der chemischen Industrie, pharmazeutischen Chemie, Biotechnologie usw. anfallen.

Besonders bevorzugt wird eine Zuckerlösung im erfindungsgemäßen Verfahren verarbeitet, wobei insbesondere eine heiße Raffinatzuckerlösung eingesetzt wird. Durch Einsatz der heißen Lösung, wie sie bei der Zuckerproduktion aus Zuckerrüben oder

Zuckerrohr mit einer Temperatur von etwa 80 °C anfällt, sinkt der Druckverlust in den Membranmodulen aufgrund der niedrigeren Viskosität bei höherer Temperatur erheblich, ohne dass die Lösung zusätzlich erhitzt zu werden braucht. Dadurch sinkt der Energiebedarf zum Pumpen der Lösung durch die Anlage, und auch der Energieaufwand für eine nachgeschaltete Eindampfungseinheit wird deutlich verringert, da das Retentat aus der letzten Membrantrennstufe bereits mit einer höheren Temperatur anfällt.

Freilich fallen auch andere Wertstofflösungen im jeweiligen Produktionsverfahren in Form von heißen Lösungen an, so dass auch diese Lösungen vorzugsweise in heißem Zustand dem erfindungsgemäßen Verfahren zugeführt werden. Dazu kann es erforderlich sein, in den Trennstufen temperaturstabile Membranen vorzusehen.

In einem zweiten Aspekt betrifft die vorliegende Erfindung eine Vorrichtung zur Durchführung einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, nämlich eine Vorrichtung zur Aufkonzentrierung einer Wertstofflösung, die Folgendes umfasst: a) zumindest zwei seriell verbundene Membrantrennmodule mit jeweils einer Feedleitung, einer Retentatleitung und einer Permeatleitung, wobei die Retentatleitung jedes Trennmoduls mit Ausnahme des letzten gleichzeitig die Feedleitung des jeweils nächstfolgenden Trennmoduls darstellt oder in diese einmündet, wobei zumindest eine Permeatleitung in die Feedleitung eines vorhergehenden Trennmoduls einmündet und wobei der Cut-Off der in den Trennmodulen eingesetzten Membranen jeweils höher als jener der im vorhergehenden Trennmodul eingesetzten Membran ist; b) zumindest eine Druckeinrichtung zur Beaufschlagung zumindest des ersten Trennmoduls mit Druck; und c) gegebenenfalls ein oder mehrere Heiz- und/oder Kühlelemente; wobei die Vorrichtung dadurch gekennzeichnet ist, dass zumindest drei Membrantrennmodule vorgesehen sind und die Permeatleitung jedes Trennmoduls ab dem zweiten in die Feedleitung eines vorhergehenden Trennmoduls einmündet.

Durch die Rückführung aller Permeate in den Feed einer vorhergehenden Trennstufe wird die Trenneffizienz des darin durchgeführten Trennverfahrens gegenüber dem

Stand der Technik deutlich erhöht. Vorzugsweise mündet die Permeatleitung jedes Trennmoduls ab dem zweiten in die Feedleitung des, in Strömungsrichtung der Wertstofflösung gesehen, unmittelbar stromauf liegenden Trennmoduls ein, da so die Konzentrationen leichter entsprechend einstellbar sind, wie im Verfahren gemäß dem ersten Aspekt der Erfindung beschrieben wurde.

Da Permeatströme grundsätzlich drucklos sind, sind in bevorzugten Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Vorrichtung weitere Druckeinrichtungen für die aus dem Retentat der vorhergehenden und dem Permeat einer nachfolgenden Trennstufe bestehenden Feedströme vorgesehen. Besonders bevorzugt ist für jedes Trennmodul, in dessen Feedleitung eine Permeatleitung einmündet, eine Druckeinrichtung zur Beaufschlagung des Trennmoduls mit Druck vorgesehen. Durch die zusätzlichen Druckeinrichtungen werden ein hoher Durchsatz der erfindungsgemäßen Vorrichtung und ein gleichmäßigerer Fluss darin gewährleistet, ohne dass für die erste Druckeinrichtung eine übermäßig hohe Leistung eingestellt werden muss.

In weiteren bevorzugten Ausführungsformen umfasst das erste Trennmodul eine Membran mit einem Cut-Off, der kleiner als die Größe der abzutrennenden Wertstoffmoleküle ist, so dass im ersten Trennmodul im Wesentlichen keinerlei Wertstoff abgetrennt wird. Vorzugsweise ist das erste Trennmodul ein Umkehrosmosemodul, da hier besonders kleine Cut-Off-Werte möglich sind, oder ein Nanofiltrationsmodul mit einem Cut-Off, der niedriger als die Molekülmasse des Wertstoffs ist, wodurch Wertstofflösungen verarbeitbar sind, die im Wesentlichen nur aus Lösungsmittel und Wertstoff bestehen. Das zweite und gegebenenfalls jedes weitere Trennmodul ist bzw. sind vorzugsweise (ein) Nanofiltrationsmodul(e) oder Ultrafiltrationsmodul(e) mit höheren Cut-Off-Werten, um einen Teil des Wertstoffs die Membran passieren zu lassen und so die geeignete Konzentration bzw. Viskosität im jeweiligen Permeatstrom einzustellen.

Um auch sehr heiße Wertstofflösungen verarbeiten zu können, ist vorzugsweise zumindest eine Membran zumindest eines Trennmoduls eine temperaturstabile Membran. Falls in der gesamten Vorrichtung eine hohe Temperatur der Wertstoff-

lösung beibehalten werden soll, ist noch bevorzugter jede darin eingesetzte Membran temperaturstabil. In weiteren bevorzugten Ausführungsformen ist zumindest eine Membran zumindest eines Trennmoduls eine Keramikmembran, da sich diese durch besonders hohe thermische und chemische Stabilität sowie durch sehr gute Reinigungsmöglichkeit auszeichnet.

Weiters ist vorzugsweise zumindest eine Membran zumindest eines Trennmoduls eine Membran mit besonders hoher Permeabilität, d.h. eine High-Flux-Membran. Dies erhöht entweder den Durchsatz der Vorrichtung, oder es können bei gleichem Durchsatz kleinere Membranflächen eingesetzt werden. Darüber hinaus können die Membranen so niedrigere Rückhalte bzw. höhere Cut-Off-Werte aufweisen.

Für den einschlägigen Fachmann versteht es sich, dass die erfindungsgemäße Vorrichtung nicht nur ein oder mehrere optionale Heiz- und/oder Kühlelemente umfassen kann, um einzelne Trennmodule und/oder zugehörige Zu- bzw. Ableitungen kühlen oder beheizen zu können, sondern darüber hinaus auch weitere herkömmliche Bauteile wie etwa zusätzliche Pumpen, Überdruck- oder Rückschlagventile, Bypassleitungen, Manometer, Temperaturfühler oder dergleichen enthält oder enthalten kann.

Weiters ist dem Fachmann klar, dass die Auswahl sämtlicher Bauteile, insbesondere der Membranen in den einzelnen Trennstufen, nicht speziell eingeschränkt ist, solange die oben und in den beiliegenden Ansprüchen definierten Anforderungen erfüllt sind, insbesondere die Spezifikationen bezüglich des Cut-Offs. Für jede der Trennstufen können herkömmliche Membranen von beliebigen Herstellern, wie z.B. Novasep, GE Osmonics, Hydranautics, Dow Water & Process Solutions, Toray, Koch Membrane Systems usw., eingesetzt werden.

KURZBESCHREIBUNG DER ZEICHNUNGEN

Nachstehend wird die Erfindung unter Bezugnahme auf die Zeichnungen näher beschrieben, von denen:

Fig. 1 ein Fließschema des erfindungsgemäßen Verfahrens in seiner einfachsten Ausführungsform in einer Vorrichtung nach dem Stand der Technik darstellt; und

Fig. 2 ein Fließschema einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens in einer Vorrichtung gemäß vorliegender Erfindung darstellt.

In Fig. 1 ist eine herkömmliche Vorrichtung zur Durchführung eines zweistufigen Membrantrennverfahrens dargestellt, wie sie beispielsweise aus der US-A-3.617.550 bekannt ist. Eine Wertstofflösung, z.B. eine Zuckerlösung, wird über Feedleitung 11 in ein erstes Membrantrennmodul 1 eingeleitet, das mittels einer Druckeinrichtung 4, üblicherweise einer Pumpe, mit Druck beaufschlagt wird.

Im Trennmodul 1 wird die Lösung in ein Retentat und ein Permeat getrennt, wovon Ersteres über Retentatleitung 12 und Letzteres über Permeatleitung 13 abgeführt werden. Das aus 13 erhaltene Permeat, das normalerweise sehr niedrige Wertstoffkonzentrationen aufweist, wird daher zumeist verworfen, während das aus 12 erhaltene Retentat über Feedleitung 21 in ein zweites Trennmodul 2 eingeleitet wird, um der zweiten Trennstufe unterzogen zu werden. Das dort anfallende Retentat wird über Retentatleitung 22 abgeführt und stellt die gewünschte aufkonzentrierte Wertstofflösung dar, während das zweite Permeat, das üblicherweise deutlich höhere Wertstoffkonzentrationen aufweist als das erste, zum ersten Trennmodul rezykliert wird.

Bei dieser Rückführung treten nach dem Stand der Technik die eingangs erwähnten Probleme auf: Es kommt zu regelungstechnisch bedingten Schwankungen des Permeatstroms der ersten Trennstufe, wodurch die Pumpe 4 eine relativ hohe Druckleistung erbringen muss, um diese Schwankungen auszugleichen. Ist die Konzentration des rückgeführten Permeats zu hoch, ist aufgrund des höheren osmotischen Drucks eine signifikant größere Membranfläche in der ersten Trennstufe erforderlich. Eine verhältnismäßig niedrige Konzentration des rückgeführten Permeats ist hingegen unwirtschaftlich, weil in diesem Fall das rückgeführte Permeat den Feed der ersten Stu-

fe unnötig verdünnt, was wiederum eine erhöhte Pumpleitung und größere Membranflächen erforderlich macht.

Gemäß vorliegender Erfindung wird daher ein solches Trennverfahren dadurch optimiert, dass die Konzentration und/oder die Viskosität des rückgeführten Permeats so eingestellt wird, dass sie im Wesentlichen der Konzentration der Feedlösung entspricht, mit der das Permeat vermischt wird. Das bedeutet, dass die Konzentrationsdifferenz nicht mehr als 3 Gew.-% bzw. die Viskositätsdifferenz nicht mehr als 15 % beträgt, vorzugsweise nicht mehr als 2 Gew.-% bzw. nicht mehr als 10 %, noch bevorzugter nicht mehr als 1 Gew.-% bzw. nicht mehr als 5 %.

Eine solche erfindungsgemäße Einstellung der Konzentration bzw. Viskosität erfolgt durch geeignete Auslegung der gesamten Anlage, wobei insbesondere Augenmerk auf die Trennmembranen, die jeweiligen Druckverhältnisse und gegebenenfalls die Temperaturen der einzelnen Ströme zu legen ist. Da nach dem Verfahren der Erfindung beliebige Wertstofflösungen behandelt werden können, die eine riesige Bandbreite von osmotischen Drücken aufweisen können, ist für jedes Trennsystem eine empirische Ermittlung der jeweiligen optimalen Parameter erforderlich, so sich hierin – abgesehen von den bereits zuvor erwähnten bevorzugten Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Verfahrens und der erfindungsgemäßen Vorrichtung – keine allgemeingültigen Anleitungen für die Auslegung der Trennsysteme anführen lassen. Konkrete Angaben für einzelne definierte Systeme finden sich jedoch in den nachfolgenden Ausführungsbeispielen.

Wie ebenfalls aus Fig. 1 zu erkennen ist, wird in einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens nur die erste Trennstufe 1 mittels Pumpe 4 mit einem feedseitigen Betriebsdruck beaufschlagt und in jeder Trennstufe eine Membran mit einer solchen Durchlässigkeit eingesetzt, dass die Differenz des osmotischen Drucks zwischen den jeweiligen Retentaten und Permeaten geringer als der jeweilige feedseitige Betriebsdruck ist. Dadurch können weitere Pumpen oder dergleichen entfallen, was den Energiebedarf des Verfahrens deutlich verringert.

Die vorliegende Erfindung betrifft jedoch nicht nur ein zweistufiges Trennverfahren. Die Anzahl an Trennstufen unterliegt vielmehr keiner Einschränkung, und in bevorzugten Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Verfahrens werden zumindest drei Trennstufen eingesetzt, wie dies in Fig. 2 dargestellt ist. Diese Figur stellt daher gleichzeitig ein Fließschema einer bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens der Erfindung und schematisch eine Vorrichtung gemäß dem zweiten Aspekt der Erfindung zur Durchführung dieser bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens dar.

Gegenüber Fig. 1 ist die Vorrichtung aus Fig. 2 um ein drittes Trennmodul 3 erweitert, in welches das aus der Retentatleitung 22 des zweiten Trennmoduls stammende Permeat über die zugehörige Feedleitung 31 eingeleitet wird. Dieser Feed wird erneut aufgetrennt, wobei in diesem Fall die über Retentatleitung 32 abgezogene Lösung die gewünschte aufkonzentrierte Wertstofflösung darstellt.

In diesem dreistufigen Verfahren werden zwei Permeate zurückgeführt, und zwar jeweils in die vorhergehende Trennstufe, wie dies gemäß vorliegender Erfindung bevorzugt ist, da so die erforderlichen maximalen Konzentrationsdifferenzen zwischen dem jeweiligen Permeat und dem Feed, in den es eingeleitet wird, einfacher einstellbar sind. In Fig. 2 wird daher das Permeat der zweiten Trennstufe über Permeatleitung 23 abgezogen und in die Feedleitung 11 der ersten Stufe eingeleitet, während das Permeat der dritten Trennstufe über Permeatleitung 33 abgezogen und in die Feedleitung 21 der zweiten Stufe eingeleitet wird.

Da Permeatströme immer drucklos sind, kann es erforderlich sein, eine zweite Pumpe 4' für den gemischten Feed in die zweite Stufe vorzusehen, um keinen übermäßig hohen Druck durch die Pumpe 4 ausüben zu müssen und trotzdem einen hohen Durchsatz der erfindungsgemäßen Vorrichtung und gleichzeitig einen gleichmäßigen Fluss der Wertstofflösung darin zu erzielen.

Der einschlägige Fachmann ist problemlos in der Lage, das erfindungsgemäße Verfahren und die erfindungsgemäße Vorrichtung auf vier oder mehr Trennstufen zu er-

weitem, wobei aus den obigen Gründen vorzugsweise vor jeder Trennstufe eine eigene Pumpe vorgesehen wird.

Mittels Durchführung eines zumindest dreistufigen Verfahrens lässt sich die Konzentration der aufkonzentrierten Wertstofflösung weiter erhöhen, was beispielsweise im Falle einer Raffinatzuckerlösung als Ausgangsfeed des Verfahrens eine noch größere Energieersparnis im nachfolgenden Eindampfungsprozess bedeutet.

Nachstehend wird die Erfindung anhand von drei konkreten Ausführungsbeispielen unter Verwendung einer Zuckerlösung als Wertstofflösung detaillierter beschreiben, wobei es sich versteht, dass die Beispiele ausschließlich zur Illustration, nicht aber als Einschränkung dienen.

BEISPIELE

Beispiele 1 bis 3

Die folgenden Ausführungsbeispiele simulieren zwei- und dreistufige Trennverfahren am Beispiel einer Raffinatzuckerlösung, d.h. einer wässrigen Lösung von Saccharose mit einer Temperatur von 40 °C unter der Annahme, dass es in der Anlage zu keiner signifikanten Änderung der Temperatur kommt, was in der Praxis mittels hoher Durchsätze der einzelnen Trennmodule sowie gegebenenfalls zusätzlicher Beheizung der Module und/oder der Leitungen erzielbar ist.

Das zweistufige Beispiel 1 ist dabei ausschließlich ein Ausführungsbeispiel für das erfindungsgemäße Verfahren, während die Beispiele 2 und 3 sowohl das Verfahren als auch die Vorrichtung der Erfindung veranschaulichen.

Für die Simulationen wurden die folgenden Membranen herangezogen:

Filmtec NF270 von Dow Water & Process Solutions, eine auf Piperazin/Polyamid basierende Kunststoff-Nanofiltrationsmembran mit einem Cut-Off von 270 Da;

TFC-SR3 von Koch Membrane Systems, eine auf Polyamid basierende Kunststoff-Nanofiltrationsmembran mit einem Cut-Off von 200-300 Da;

SelRo MPF-36 von Koch Membrane Systems, eine vom Hersteller bezüglich des Materials nicht näher spezifizierte Kunststoff-Nanofiltrationsmembran mit einem Cut-Off von 1000 Da; und

Kerasep BW 1,0 kD und 1,2 kD von Novasep, auf Keramikmonolithen basierende Nanofiltrationsmembranen mit Cut-Offs von 1000 bzw. 1200 Da.

In der folgenden Tabelle 1 sind die in den einzelnen Stufen des jeweiligen Beispiels eingesetzten Membrankombinationen zusammen mit den zugehörigen Betriebsdrücken (in bar), prozentuellen Rückhalten an Saccharose, spezifischen Flüssen (in $\text{kg}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$), Feedkonzentrationen, Retentatkonzentrationen und den mittleren Permeatkonzentrationen der jeweiligen Stufe (jeweils in Gew.-% Saccharose) aufgelistet.

Tabelle 1

Beispiel	Stufe	Membran	Betriebsdruck [bar]	Rückhalt [%]	spez. Fluss [kg/(m ² ·h)]	Feedkonz. [Gew.-%]	Endkonz. [Gew.-%]	Permeatkonz. [Gew.-%]
1	1	FilmTec NF270	33	98,8	28,5	15,0	20,0	0,2
	2	SelRo MPF-36	32	47,9	17,9	20,0	40,0	15,0
2								
	1	FilmTec NF270	33	99,0	32,1	12,0	18,0	0,2
	2	SelRo MPF-36	32	48,5	21,9	18,0	29,0	12,0
3	3	Kerasep BW 1,0	28	46,9	30,5	29,0	40,0	18,2
3	1	TFC-SR3	33	99,7	20,2	15,0	25,0	0,1
	2	SelRo MPF-36	32	47,9	17,6	25,0	31,4	15,0
	3	Kerasep BW 1,2	31	35,9	26,5	31,4	45,0	24,5

Aus obiger Tabelle ist zu erkennen, dass durch die erfindungsgemäße Einstellung des rückgeführten Permeatstroms auf im Wesentlichen dieselbe Konzentration wie jene des Feeds, in den er eingeleitet wird, eine effiziente Aufkonzentrierung einer Wertstofflösung erfolgen kann. Alle Konzentrationsdifferenzen zwischen den miteinander vermischten Permeaten und Feeds lagen im erfindungsgemäß besonders bevorzugten Bereich von unter 1 Gew.-%.

Ein direkter Vergleich zwischen Beispiel 1 und 2 zeigt, dass durch die Erweiterung der Anlage um die zusätzliche dritte Trennstufe zwar keine stärkere Konzentrationswirkung, dafür aber ein deutlich gesteigerter Fluss durch die Vorrichtung erzielt werden konnte. In Beispiel 3 wird gegenüber Beispiel 1 hingegen eine gesteigerte Aufkonzentrierung der Wertstofflösung erreicht, so dass im nachfolgenden Eindampfungsprozess geringere Energiemengen vonnöten sind als nach dem Stand der Technik.

Somit wird durch die Beispiele klar belegt, dass durch die geeignete Auswahl der Trennmembranen und der sonstigen wesentlichen Parameter eines zwei- oder mehrstufigen Membrantrennverfahrens die Konzentrationen der rezyklierten Permeate sehr genau an jene der Feedlösungen vorhergehender Stufen angepasst werden können, was erhebliche Verbesserungen des Trennverfahrens insgesamt bewirkt.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Aufkonzentrierung einer Wertstofflösung unter Verwendung zumindest zweier aufeinander folgender Membrantrennstufen zur jeweiligen Auftrennung der Wertstofflösung in ein Retentat und ein Permeat, wobei
der Cut-Off der in den Trennstufen eingesetzten Membranen jeweils höher als jener der in der vorhergehenden Stufe eingesetzten Membran ist,
das Retentat jeder Trennstufe mit Ausnahme der letzten Stufe als Feed der nächstfolgenden Trennstufe zugeführt wird und
das Permeat aus zumindest einer Trennstufe zu einer vorhergehenden Trennstufe zurückgeführt und in deren Feed eingeleitet wird,
dadurch gekennzeichnet, dass das zurückgeführte Permeat eine Konzentration bzw. Viskosität aufweist, die der Konzentration bzw. Viskosität des Feeds der vorhergehenden Trennstufe, in den es eingeleitet wird, im Wesentlichen entspricht.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Differenz nicht mehr als 2 Gew.-% beträgt.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Differenz nicht mehr als 1 Gew.-% beträgt.
4. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Wertstofflösung zumindest drei Trennstufen unterzogen wird und das Permeat jeder Trennstufe ab der zweiten in den Feed der unmittelbar davor liegenden Trennstufe eingeleitet wird.
5. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass nur die erste Trennstufe von außen mit einem feedseitigen Betriebsdruck beaufschlagt wird und in jeder Trennstufe eine Membran mit einer solchen Durchlässigkeit eingesetzt wird, dass die Differenz des osmotischen Drucks zwischen Retentat und Permeat geringer als der jeweilige feedseitige Betriebsdruck ist.

6. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die in der ersten Trennstufe eine Membran mit einem Cut-Off eingesetzt wird, der kleiner als die Größe der abzutrennenden Wertstoffmoleküle ist.
7. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass in der ersten Membrantrennstufe Umkehrosmose oder Nanofiltration mit einem Cut-Off, der niedriger als die Molekülmasse des Wertstoffs ist, durchgeführt wird.
8. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass in der zweiten und gegebenenfalls jeder weiteren Membrantrennstufe Nanofiltration oder Ultrafiltration mit einem Cut-Off, der im Größenbereich der Molekülmasse des Wertstoffs oder darüber liegt, durchgeführt wird.
9. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als Wertstofflösung eine Zuckerlösung eingesetzt wird.
10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass als Zuckerlösung eine heiße Raffinatzuckerlösung eingesetzt wird.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass als Wertstofflösung eine Lösung von Milchsäure oder einem Salz davon eingesetzt wird.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass als Wertstofflösung eine Aminosäurelösung eingesetzt wird.
13. Vorrichtung zur Aufkonzentrierung einer Wertstofflösung, Folgendes umfassend:
 - a) zumindest zwei seriell verbundene Membrantrennmodule (1, 2, 3) mit jeweils einer Feedleitung (11, 21, 31), einer Retentatleitung (12, 22, 32) und einer Permeatleitung (13, 23, 33),

wobei die Retentatleitung (12, 22) jedes Trennmoduls (1, 2) mit Ausnahme des letzten gleichzeitig die Feedleitung (21, 31) des jeweils nächstfolgenden Trennmoduls (2, 3) darstellt oder in diese einmündet,

wobei zumindest eine Permeatleitung (23, 33) in die Feedleitung (11, 21) eines vorhergehenden Trennmoduls (1, 2) einmündet und

wobei der Cut-Off der in den Trennmodulen eingesetzten Membranen jeweils höher als jener der im vorhergehenden Trennmodul eingesetzten Membran ist;

b) zumindest eine Druckeinrichtung (4, 4') zur Beaufschlagung zumindest des ersten Trennmoduls (1) mit Druck; und

c) gegebenenfalls ein oder mehrere Heiz- und/oder Kühlelemente;

dadurch gekennzeichnet, dass zumindest drei Membrantrennmodule (1, 2, 3) vorgesehen sind und die Permeatleitung (23, 33) jedes Trennmoduls (2, 3) ab dem zweiten in die Feedleitung (11, 21) eines vorhergehenden Trennmoduls (1, 2) einmündet.

14. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass die Permeatleitung (23, 33) jedes Trennmoduls (2, 3) ab dem zweiten in die Feedleitung (11, 21) des, in Strömungsrichtung der Wertstofflösung gesehen, unmittelbar stromauf liegenden Trennmoduls (1, 2) einmündet.

15. Vorrichtung nach Anspruch 13 oder 14, dadurch gekennzeichnet, dass das erste Trennmodul (1) eine Membran mit einem Cut-Off umfasst, der kleiner als die Größe der abzutrennenden Wertstoffmoleküle ist.

16. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 13 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass das erste Trennmodul (1) ein Umkehrosmosemodul oder ein Nanofiltrationsmodul mit einem Cut-Off ist, der niedriger als die Molekülmasse des Wertstoffs ist.

17. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 13 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass das zweite und gegebenenfalls jedes weitere Trennmodul (ein) Nanofiltrationsmodul(e) oder Ultrafiltrationsmodul(e) mit einem Cut-Off, der im Größenbereich der Molekülmasse des Wertstoffs oder darüber liegt, ist bzw. sind.

18. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 13 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest eine Membran zumindest eines Trennmoduls (1, 2, 3) eine temperaturstabile Membran ist.

19. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 13 bis 18, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest eine Membran zumindest eines Trennmoduls (1, 2, 3) eine Keramikmembran ist.

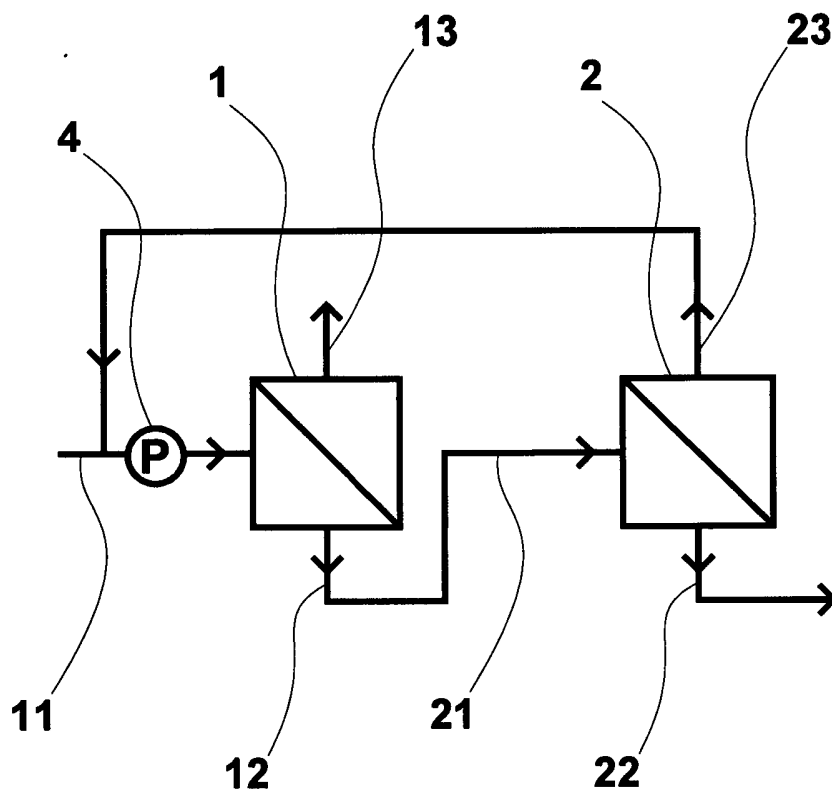
20. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 13 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest eine Membran zumindest eines Trennmoduls (1, 2, 3) eine Membran mit besonders hoher Permeabilität, d.h. eine High-Flux-Membran, ist.

21. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 13 bis 20, dadurch gekennzeichnet, dass für jedes Trennmodul (1, 2), in dessen Feedleitung (11, 21) eine Permeatleitung (23, 33) einmündet, eine Druckeinrichtung (4, 4') zur Beaufschlagung des Trennmoduls (1, 2) mit Druck vorgesehen ist.

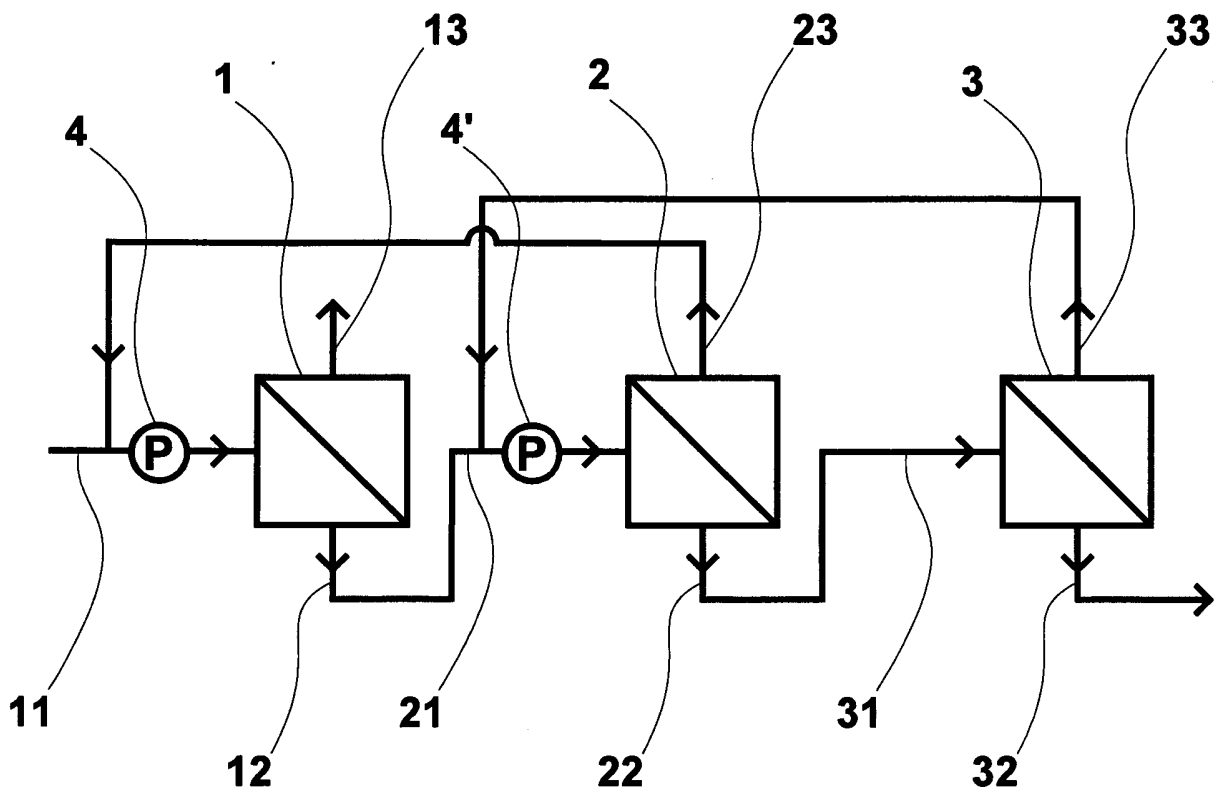
Wien, am 11. Sep. 2009

Technische Universität Wien
durch:


Häupl & Ellmeyer KEG



Figur 1

**Figur 2**