

## **FuE-Vorhaben zur Abtrennung von $\text{Al}^{3+}$ aus starksauren Kationenaustauscherharzen**

Bearbeiter: **Dr. Schwarz**

Datum: **27.05.2020**

### **Aufgabenstellung**

Im Rahmen von Untersuchungen soll geprüft werden, ob starksaure Kationenaustauscher (SAC) in der H-Form zur Abtrennung von  $\text{Al}^{3+}$ -Ionen aus Säuremischungen ( $\text{H}_3\text{PO}_4/\text{H}_2\text{SO}_4$ ) eingesetzt werden können. Nachdem diese Harze  $\text{Al}^{3+}$ -Ionen sehr fest binden können und  $\text{Al}^{3+}$ -Ionen trotz des stark sauren Aufgabemediums aus diesem entfernen können, stellt die Regeneration der Harze eine besondere Herausforderung dar. Im Rahmen von Labor-Untersuchungen soll geprüft werden, ob die Regeneration über einen mehrstufigen Ansatz erfolgen kann. Dabei werden  $\text{Al}^{3+}$ -Ionen zuerst über einen (mehrstufigen) Vorbehandlungsprozeß aus dem Harz herausgelöst. In einem nachgeschalteten Behandlungsschritt mit Schwefelsäure soll das starksaure Kationenaustauscherharz wieder in die H-Form überführt werden.

### **Lösungsansatz**

Die starke Bindung zwischen den Kopfgruppen des Ionenaustauschers und den  $\text{Al}^{3+}$ -Ionen soll durch eine chemische Wandlung vermindert werden, wobei der Lösungsansatz für die Regeneration des starksauren Kationenaustauscherharzes auf einem nicht mehr aktiven Patent aufbaut.

Zur Überprüfung des Lösungsansatzes bei der Regeneration sollen im Labor Säulenversuche mit einem SAC-Harz durchgeführt werden. Zur Vermeidung einer osmotischen Schädigung der Harze muß die stark saure Aufgabelösung verdünnt eingesetzt werden, wobei der Verdünnungsgrad zu ermitteln ist. Nach der Beladung des SAC-Harzes werden Untersuchungen zur Regeneration des Harzes durchgeführt. Aus dem Vergleich der  $\text{Al}^{3+}$ -Mengen aus Aufgabe und Regeneration kann die Wirksamkeit der beiden Prozesse abgeschätzt werden und es ergeben sich Ansätze zur Optimierung der Prozeßbedingungen.

### **Arbeitsplan**

Für die Aufstellung des Arbeitsplans wurden die bisher verfügbaren Informationen sowie eigene Betriebserfahrungen aus verwandten Anwendungen genutzt. Mit der Bereitstellung zusätzlicher Informationen sind ggf. Änderungen erforderlich.

#### **A1 Technisches Konzept und vorbereitende Arbeiten**

Die prozeßspezifischen Informationen werden ausgewertet und für die Erstellung eines Versuchsplans genutzt. Die Aufbereitungsversuche im Labor werden als Säulenversuche durchgeführt, wobei lieferfrische Harze verwendet werden. Es werden ca. 200 ml Harz gereinigt, damit für die Versuche einheitliches Material verwendet werden kann.

---

Die Vorbereitung der Harze für die Aufbereitungsversuche umfassen

- die Entfernung herstellungsbedingter Verunreinigungen
- das Einfahren der Harze
- die Bestimmung der Ausgangskapazitäten (NVK, TK)<sup>1</sup>

## **A2 Aufbereitungsversuche im Labormaßstab**

Die Aufbereitungsversuche im Labor werden als Säulenversuche durchgeführt, wobei die Glassäulen mit ca. 30 ml Harz befüllt werden, wobei vorbereitete Harze verwendet werden.

Bei den Laboruntersuchungen werden stets Versuchszyklen durchgeführt. Ein Zyklus umfaßt eine Beladung mit nachfolgender Regeneration. Dabei werden zunächst übliche Werte für die Aufgabegeschwindigkeit sowie Regeneriermittelkonzentrationen und Kontaktzeiten verwendet. Anhand der erhaltenen Ergebnisse erfolgt ggf. eine Anpassung der Versuchsparameter.

Die saure Aufgabelösung muß verdünnt zum Einsatz kommen, damit bei der Aufgabe nicht bereits eine (partielle) Regeneration erfolgt. Dazu erfolgt die Beladung der Harze bei unterschiedlichen Verdünnungen der Aufgabelösung, wobei bereits über die titrimetrische Bestimmung der beim Ionenaustausch freigesetzten Säure eine Einschätzung der aufgenommenen Menge an Kationen (z.B.  $Al^{3+}$ ) möglich ist.

Die mit  $Al^{3+}$ -Ionen beladenen Harze werden regeneriert, wobei zunächst übliche Regeneriermittelkonzentrationen und Kontaktzeiten zum Einsatz kommen. Anhand der erhaltenen Ergebnisse erfolgt ggf. eine Anpassung der Versuchsparameter. Unvollständige Regenerierungen können über die sinkende Kapazität der Folgebildung erkannt werden und können den Einsatz von Sonderregenerationen/ Änderung der Regenerierbedingungen erforderlich machen.

Im Rahmen der Aufbereitungsversuche im Labormaßstab erfolgt die Bestimmung/ Optimierung der Aufgabe- und Regenerationsbedingungen. Die Untersuchungsergebnisse dienen der Ermittlung der prozeß- und systemspezifischen Bemessungsparameter.

## **A3 Aufbereitungsversuche in einer Pilotanlage**

Die Ergebnisse der Aufbereitungsversuche werden in einer Pilotanlage mit einer größeren Harzmenge (z.B. 500 ml pro Säule) verifiziert. Dabei werden mehrere Beladungs- und Regenerationszyklen durchgeführt, um ggf. erfolgreiche Anreicherungs-effekte erkennen zu können. Die Untersuchungsergebnisse dienen der Fortschreibung der prozeß- und systemspezifischen Bemessungsparameter, die für die Auslegung und Bemessung einer Aufbereitungstechnologie für die betrieblichen Bedürfnisse des Kunden genutzt werden kann.

Weiterhin kann in der Pilotanlage eine größere Menge an aufbereitetem Medium produziert werden, das für weiterführende Versuche genutzt werden kann.

## **A4 Abschluß der Untersuchungen**

Die Ergebnisse der Untersuchungen werden in einem Bericht zusammengestellt und können vor Ort/ online präsentiert werden.

---

<sup>1</sup> Abkürzungen:

**NVK** nutzbare Volumenkapazität

**TK** Totalkapazität

**SAC** starksaurer Kationenaustauscher (strong acid cation exchanger)