



De prestatie van het Pervatech Keramische NF membraan

Resultaten oriënterende testen

BTO2012.224(s)
Augustus 2012

De prestatie van het Pervatech Keramische NF membraan

Resultaten oriënterende testen

BTO2012.224(s)
Augustus 2012

© 2012 KWR

Alle rechten voorbehouden.

Niets uit deze uitgave mag worden verveelvoudigd, opgeslagen in een geautomatiseerd gegevensbestand, of openbaar gemaakt, in enige vorm of op enige wijze, hetzij elektronisch, mechanisch, door fotokopieën, opnamen, of enig andere manier, zonder voorafgaande schriftelijke toestemming van de uitgever.

Colofon

Titel

De prestatie van het Pervatech Keramische NF membraan

Opdrachtnummer

B111679-003

Onderzoeksprogramma

BTO Waterbehandeling

Projectmanager

Erwin Beerendonk

Opdrachtgever

CvO

Kwaliteitsborger

Jan Post

Auteurs

Danny Harmsen, Emile Cornelissen, Bas Hofs

Verzonden aan

Dit rapport is selectief verspreid onder medewerkers van BTO-participanten en is verder niet openbaar.

Samenvatting

In het kader van het BTO-onderzoek naar innovatieve ideeën en technologieën voor waterbehandeling is een literatuurstudie uitgevoerd naar kansen en bedreigingen van nanotechnologie voor de drinkwaterbehandeling [Hofs, 2009]. Als vervolg op deze literatuurstudie worden interessante nanotechnologie toepassingen experimenteel onderzocht. Het verbeteren van de waterkwaliteit tegen lagere kosten en energie ten opzichte van de op dit moment toegepaste technologieën staat daarbij voorop. Een van de technologieën die interessant lijkt om naar te kijken is keramische nanofiltratie (KNF).

Ondertussen zijn KNF membranen beschikbaar met een lagere MWCO. Pervatech [www.pervatech.nl] maakt en verkoopt verschillende soorten membranen voor pervaporatie toepassingen. Pervatech kijkt in samenwerking met SolSep [www.solsep.nl] naar toepassingen van de membranen buiten pervaporatie. Tijdens de in dit rapport beschreven studie is een Keramisch NF membraan van het type SolSep NF TiOX-PVT-01, een membraan met een titaniumoxide actieve laag op een alfa aluminiumoxide steunlaag met een gemiddelde poriëngrootte van < 1 nm getest. SolSep heeft een pilot beschikbaar waarin de KNF membranen van PervaTech passen en waarmee testen kunnen worden uitgevoerd.

In een eerste oriënterende testfase wordt de prestatie, flux en retentie voor zouten ($MgSO_4$) en glycerol van het Pervatech KNF membraan met kraanwater bestudeerd in vergelijking tot de huidige generatie polymere NF membranen. In eerste instantie zijn er verkennende testen uitgevoerd waarbij er is gekeken naar de prestatie (flux, permeabiliteit en retentie van $MgSO_4$ en glycerol) van het membraan bij verschillende drukken (12, 17 en 22 bar). De korte verkennende testen zijn gedurende 90 minuten uitgevoerd. Een relatief lange duurtest is uitgevoerd gedurende 6 uur bij 17 bar om de stabiliteit van de membraanprestatie (met name flux) te kunnen evalueren. Vervolgens zijn er retentie testen uitgevoerd met 0,1 M $MgSO_4$ in gefiltreerd Nieuwegeins drinkwater, gevolgd door experimenten met glycerol (20 mg C/l) in demiwater gedurende enkele uren. Deze testen dienden om de retentie van het KNF te evalueren van tweewaardige zouten en van glycerol (een standaard voor retentietesten van NF membranen).

Tijdens alle testen kan op basis van de resultaten de bedrijfsvoering stabiel worden genoemd. De temperatuur is vrijwel constant gedurende een test, vanwege het gebruik van een koelsysteem. Verder is het gemeten voedingsdebiet constant en de gemeten drukken zijn goed te registeren. Bij de eerste verkennende testen neemt, zoals verwacht, bij toenemende druk de flux toe tussen de verschillende experimenten. Van 2,9 L/m².uur bij 12 bar naar 5,2 l/m².uur bij 22 bar. De permeabiliteit is in alle gevallen vergelijkbaar (0,21 – 0,23 l/m².uur.bar). Tijdens de duurtest wordt een vergelijkbare flux en membraanpermeabiliteit bereikt als tijdens de membraanprestatie testen. Voor een commercieel spiraalgewonden NF membraan ligt de permeabiliteit tussen de 1 – 6,6 l/m².uur.bar. Het KNF membraan presteert beduidend slechter dan de huidige generatie commercieel verkrijgbare NF membranen.

De gemiddelde retentie van $MgSO_4$ voor het KNF membraan is 20%. De retentie is laag te noemen voor een NF membraan. Ter vergelijking: voor commercieel verkrijgbare spiraalgewonden NF membranen op basis van polyamide is de retentie voor $MgSO_4$ > 98% [Verliefde, 2008]. De oorzaak van de lage retentie voor $MgSO_4$ van het KNF membraan is niet bekend, mogelijk speelt de grotere poriëngrootte hier een rol (0,9 nm ten opzichte van 0,6 nm). In elk geval is duidelijk dat de selectiviteit voor water ten opzichte van $MgSO_4$ voor het KNF membraan ruim onvoldoende is voor effectieve scheiding van water en zout. De glycerol retentie daarentegen is vergelijkbaar met conventionele NF membranen. De retentie ligt bij huidige generatie membranen tussen de 30 -40% [Verliefde, 2008]. De gemeten retentie voor het KNF membraan is ongeveer 50%. Mogelijk is de gemeten retentie hoger dan reëel, omdat er relatief kort gedoseerd is waardoor adsorptie-effecten een grote rol spelen.

Op basis van de resultaten kan worden geconcludeerd dat de prestatie van het Pervatech membraan onvoldoende is in vergelijking met state-of-the-art polymere NF membranen. Vanwege de lage flux en lage MgSO_4 retentie van het KNF membraan wordt afgezien van verdere testen met dit membraan.

Inhoud

Samenvatting	1	
Inhoud	3	
1	Introductie	5
1.1	Achtergrond/aanleiding	5
1.2	Doel en opzet	5
2	Materialen en methoden	7
2.1	De membraaninstallatie van Solsep	7
2.2	Membraan	7
2.3	Overzicht membraantesten	8
2.4	Formules	8
3	Resultaten en discussie	11
3.1	Verkennende testen	11
3.2	Retentietesten	14
4	Conclusies	17
4.1	Conclusies	17
Literatuur	19	
I	Criteria vergelijking NF membranen	21
II	Foto's Solsep installatie	23
III	Datasheet membraan	25
IV	Ruwe data verkennende testen	27
V	Ruwe data retentie testen	29
VI	Proces en prestatie parameters retentietesten	33
VII	Resultaten + berekening retentie MgSO ₄ en glycerol	37

1 Introductie

1.1 Achtergrond/aanleiding

In het kader van het BTO-onderzoek naar innovatieve ideeën en technologieën voor waterbehandeling is een literatuurstudie uitgevoerd naar kansen en bedreigingen van nanotechnologie voor de drinkwaterbehandeling [Hofs, 2009]. Als vervolg op deze literatuurstudie worden interessante nanotechnologie toepassingen experimenteel onderzocht. Het verbeteren van de waterkwaliteit tegen lagere kosten en energie ten opzicht van de op dit moment toegepaste technologieën staat daarbij voorop. Een van de technologieën die interessant lijkt om naar te kijken is keramische nanofiltratie (KNF). KNF vloeit voort uit de ontwikkeling van keramische micro- en ultrafiltratie (KMF en KUF) membranen, waarbij KNF membranen kunnen worden gemaakt uit een KUF membraan. De vraag is of de voordelen van KUF, hogere flux bij relatief lage druk, chemische en thermische stabiliteit, ook voordelen van KNF zijn of niet. KNF met kleine poriëgrootte (orde 1 nm) zijn beschikbaar en worden vooral gebruikt in pervaporatie waar de chemische en thermische stabiliteit van de KNF membranen van groot belang is. KNF membranen met een dergelijke lage poriëgrootte zijn mogelijk geschikt voor het verwijderen van multivalente ionen en organische microverontreinigingen.

Binnen het BTO is in het verleden (2008) al gekeken naar keramische nanofiltratie (KNF) in combinatie met het Fenton proces. De daarvoor gebruikte KNF membranen hadden echter een relatief hoge molecular weight cut-off (MWCO) van 400 Dalton, resulterend in een lage gemeten zoutretentie [Ogier and Hofman, 2008]. Ondertussen zijn KNF membranen beschikbaar met een lagere MWCO. Pervatech [www.pervatech.nl] maakt en verkoopt verschillende soorten membranen voor pervaporatie toepassingen. Pervaporatie is een membraanscheidingstechniek op basis van een partieel drukverschil waarbij een fase overgang plaatsvindt, het wordt met name gebruikt in de industrie voor de scheiding van water en kleine (vluchtige) organische verbindingen. Pervatech maakt NF en omgekeerde osmose (RO) membranen van verschillende materialen, zoals Al₂O₃ basis met TiO₂ toplaag, zeoliet, en een hybride product (HybSi) met een organische en anorganische component (bv. silica) [www.pervatech.nl]. De keramische membranen worden gemaakt door het coaten van bestaande KUF membranen met een dunne laag van kleine keramische deeltjes, waarna de coating door sinteren (het samensmelten van de deeltjes bij hogere temperaturen) wordt gestabiliseerd [Kreiter *et al.*, 2010].

Pervatech kijkt in samenwerking met SolSep [www.solsep.nl] naar toepassingen van de membranen buiten pervaporatie. SolSep heeft een pilot beschikbaar waarin de KNF membranen van PervaTech passen en waarmee testen kunnen worden uitgevoerd.

1.2 Doel en opzet

In een eerste oriënterende testfase wordt de prestatie, flux en retentie voor zouten (MgSO₄) en glycerol van het Pervatech KNF membraan met kraanwater bestudeerd. Indien het KNF membraan een vergelijkbare of betere prestatie levert als polymere NF membranen op het gebied van flux en retentie zal worden aanbevolen het KNF membraan verder te testen voor de verwijdering van organische microverontreinigingen in water (nader te bepalen welk water).

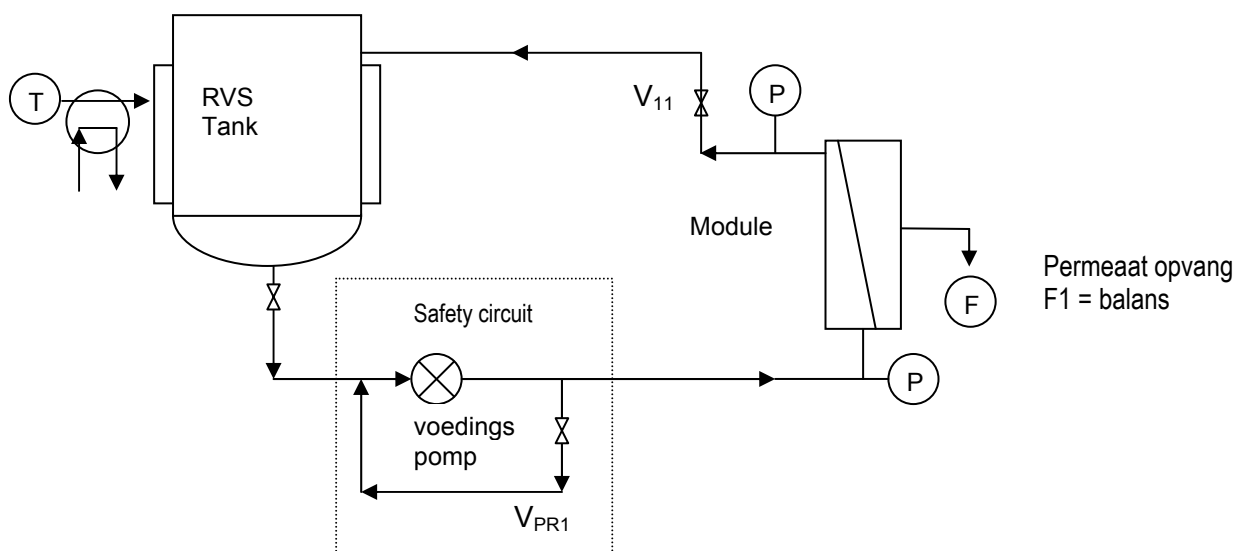
Voor de vergelijking van het Pervatech KNF membraan met de huidige generatie polymere NF membranen is gebruik gemaakt van de volgende criteria (zie bijlage I).

- De permeabiliteit (A) van een NF membraan ligt tussen de 1 - 6,6 l/m².uur.bar [Mulder *et al.*, 2005]
- De retentie van bivalente ionen is > 90% [Mulder, 1996, Choi *et al.*, 2001]
- De retentie van MgSO₄ is > 98% [Verliefde, 2008]
- De retentie van glycerol ligt rond de 35% [Verliefde, 2008]

2 Materialen en methoden

2.1 De membraaninstallatie van Solsep

De Solsep membraaninstallatie is schematisch weergegeven in Figuur 2-1. In bijlage II worden foto's van de installatie weergegeven.



Figuur 2-1 Schematische weergave Solsep installatie

De membraaninstallatie kan zowel in "one pass" als in recirculatie stand worden bedreven. De voedingpomp wordt door middel van een pompsnelheidsregulator geregeld (stand 1 – 8) waarbij een stand van 3,5 ongeveer overeenkomt met een debiet van 150 l/ uur (opgave Solsep). Nadat met behulp van de voedingpomp de installatie wordt opgestart, wordt met behulp van de concentraatklep (V_{11}) de voedingsdruk handmatig ingesteld. In het geval van de hier beschreven testen werd het concentraat opgevangen in het roestvrij staal voedingsvat (20 liter) waarin zich een koeler bevond waarmee de temperatuur constant werd gehouden op 19 ± 2 graden Celsius. Er bevindt zich een hoge drukbeveiliging in het systeem die handmatig kan worden ingesteld (maximale druk is 25 bar). Mocht de druk hoger worden dan de ingestelde druk dan wordt er een gedeelte van het water over de pomp gerecirculeerd zodat de druk wordt verlaagd.

Het concentraat debiet wordt bepaald door het uiliteren van het debiet op gezette tijden met behulp van een maatcilinder en een stopwatch. Het permeaat wordt opgevangen in een bekersglas. Dit bekersglas bevindt zich op een balans (S-Y Weighing Ltd, BS600A) zodat nauwkeurig de hoeveelheid gevormde permeaat kan worden bepaald. Verder wordt de druk voor en na het membraan gemeten met behulp van een drukmeter (E&H, PMC635 S 0 - 40 bar) en de temperatuur (VWR, Testo 110) van de oplossing in het roestvrij staal vat gemeten.

2.2 Membraan

Het geteste membraan is een Keramisch NF membraan van het type SolSep NF TiOX-PVT-01, een membraan met een titaniumoxide actieve laag op een alfa aluminiumoxide steunlaag met een

gemiddelde poriëngrootte van < 1 nm. De actieve laag bevindt zich aan de binnenzijde van de kanalen, zodat een bedrijfsvoering gewenst is van de binnenzijde naar de buitenzijde van het membraan. De dimensie van de tubulaire kanalen is een diameter en lengte van respectievelijk 0,007 m en 0,25 m. In totaal bevinden er zich 3 kanalen in parallel in de membraanmodule. In bijlage III is de complete datasheet van het membraan weergegeven.

2.3 Overzicht membraantesten

Alle testen zijn uitgevoerd in recirculatie stand waarbij het permeaat en het concentraat worden teruggevoerd naar het voedingsvat. Tijdens de testen wordt het voedingsdebiet ingesteld op een stand van 3,5 en dit komt overeen met een voedingsdebiet van 150 l/uur (opgave Solsep). Dit komt overeen met een langstroomsnelheid van 0,36 m/s in de membraankanalen. Om het werkelijke voedingsdebiet te bepalen wordt aan het begin en einde van een experiment het debiet gemeten door middel van het uitliteren met behulp van een maatcilinder en een stopwatch. Verder wordt tijdens de test de temperatuur gemeten van het voedingswater. Tijdens de testen wordt de druk van het voedingswater en het concentraat gemeten voor de bepaling van de drukval over de membraanmodule. De drukken fluctueerden voortdurend (ongeveer 0,4 bar) tijdens de experimenten. Daarom is besloten om de minimale en maximale druk te registreren en deze te middelen.

In eerste instantie zijn er verkennende testen uitgevoerd waarbij er is gekeken naar de prestatie (flux, permeabiliteit en retentie van MgSO₄ en glycerol) van het membraan bij verschillende drukken (12, 17 en 22 bar). De korte verkennende testen zijn gedurende 90 minuten uitgevoerd, de tijd die benodigd is om voldoende permeaatmonster te produceren voor analyse (maximaal 50 -75 ml per uur). Een relatief lange duurtest is uitgevoerd gedurende 6 uur bij 17 bar om de stabiliteit van de membraanprestatie (met name flux) te kunnen evalueren. Vervolgens zijn er retentie testen uitgevoerd met 0,1 M MgSO₄ in gefiltreerd (meltblown 1 µm filter, Van Borselen, 07PP010-09NNP) Nieuwegeins drinkwater, gevolgd door experimenten met glycerol (20 mg C/l) in demiwater gedurende enkele uren afhankelijk van de permeaat productie (minstens 75 ml nodig voor analyse van het permeaat). Deze testen dienden om de retentie van het KNF te evalueren van tweewaardige zouten en van glycerol (een standaard voor retentietesten van NF membranen).

De instellingen tijdens de testen zijn weergegeven in Tabel 2-1.

Tabel 2-1 Instellingen testen Solsep KNF membraan

Test		voedingswater	Voedingsdebiet	voedingsdruk	analyses
			l/uur	bar	Voeding + permeaat
Verkennende testen	1	Demiwater	150 (rate 3.5)	12	
	2			17	
	3			22	
	4	Demiwater	150 (rate 3.5)	17	
Retentie testen	5	drinkwater	150 (rate 3.5)	12	ICPMS (Mg)
	6	Nieuwegein + 0,1 M MgSO ₄		17	
	7			22	
	8	Demiwater + Glycerol (20 mg C/L)	150 (rate 3.5)	12	NPOC
	9			17	
	10			22	

Alle analyses zijn uitgevoerd door het LMC lab van KWR volgens standaard procedures.

2.4 Formules

Om de prestatie van het membraan in kaart te brengen zijn de gemeten debieten, drukken en voedingswatertemperatuur omgerekend naar transmembraandruk (TMP), flux en

membraanpermeabiliteit. Tijdens de uitgevoerde testen lag de temperatuur tussen de 16,7 en 21,1 °C. Dit betekent een variatie in de flux van 1,5%. Daarom is besloten om in alle gevallen niet te corrigeren voor de temperatuur.

De volgende formules zijn gebruikt.

De transmembraandruk (TMP) wordt als volgt berekend:

$$TMP = \frac{P_v + P_c}{2} - P_p$$

Waarbij P_v = voedingsdruk [bar], P_c = concentraatdruk [bar] en P_p = permeaatdruk [bar]. Voor de voedings- en concentraatdruk is de minimum- en maximumdruk genomen, i.v.m. de grote fluctuaties, tijdens een drukmeting. Deze zijn vervolgens gemiddeld. Voor de permeaatdruk is aangenomen dat deze 0 bar overdruk is.

De (water) flux wordt als volgt berekend:

$$J = \frac{Q_p}{A_{mem}}$$

Waarin Q_p = permeaatdebiet [l/uur] en A_{mem} = membraanoppervlak [m²]. De flux wordt weergegeven in l·m⁻²·uur⁻¹.

Met behulp van de flux, en de TMP wordt de membraanpermeabiliteit berekend:

$$A = \frac{J}{TMP}$$

De permeabiliteit (A) is uitgedrukt in l · m⁻² · uur⁻¹ · bar⁻¹

Tevens worden tijdens de retentietesten de retentie van MgSO₄ en glycerol berekend met behulp van de volgende formule:

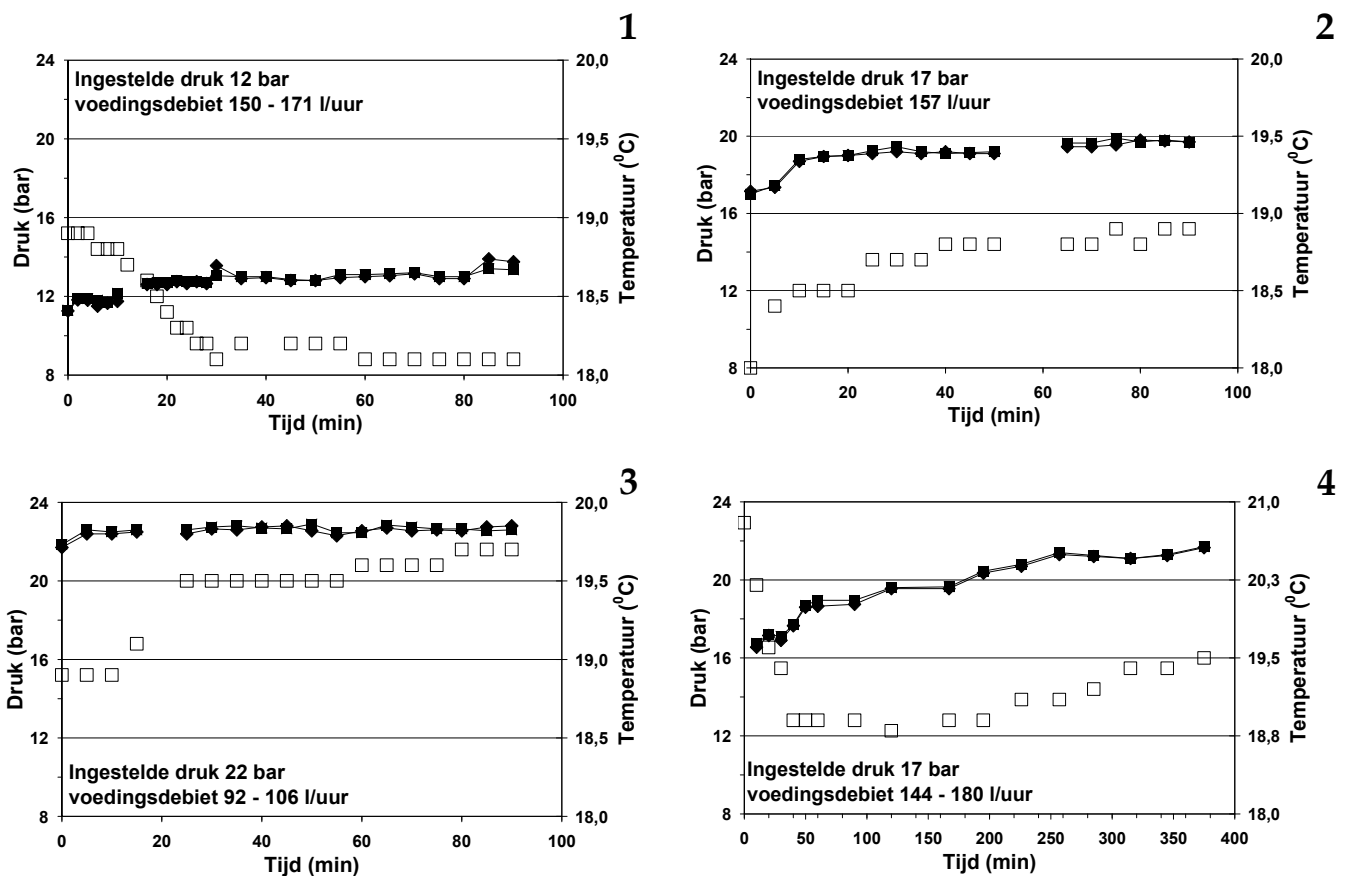
$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_v}\right) \times 100\%$$

Waarin C_v = concentratie MgSO₄/glycerol in voeding (mg/l) en C_p = concentratie MgSO₄/glycerol in permeaat (mg/l). De retentie wordt weergegeven in %.

3 Resultaten en discussie

3.1 Verkennende testen

De verkennende testen zijn uitgevoerd met demiwater, zodat er geen vervuiling kan plaatsvinden van de membranen tijdens de testen. Op deze manier kan een beeld worden verkregen van de schoonwater permeabiliteit van het KNF membraan. De stabiliteit van de procesvoering is gedurende 90 minuten vastgesteld. Vervolgens is een duurtest uitgevoerd gedurende 6 uur om de membraanstabieliteit te testen over een langere periode. De ruwe data zijn weergegevens in bijlage IV. In Figuur 3-1 zijn de procesparameters versus de tijd weergegeven voor de verkennende testen. De hier uit berekende gemiddelden inclusief standaardafwijking (std) zijn weergegeven in Tabel 3-1.



Figuur 3-1 Proces parameters verkennende testen. 1-3 membraanprestatie testen, 4 duurtest (■) druk (bar) voedingszijde, (◆) druk (bar) concentraat zijde, (□) temperatuur (°C)

Tabel 3-1 Gemiddelde procesparameters verkennende testen met demiwater

Test*	ingestelde	runtime	T _v		Q _v		langstroom	P _v		P _c	
	druk			std		std	snellheid		std		std
	bar	min	°C	°C	l/uur	l/uur	m/s	bar	bar	bar	bar
1	12	90	18,4	0,3	160,7	15,2	0,39	12,7	0,6	12,7	0,7
2	17	90	18,7	0,2	156,5	0	0,38	19,1	0,8	19,0	0,7
3	22	90	19,4	0,3	99,1	9,6	0,24	22,6	0,2	22,5	0,3
4	17	375	19,3	0,5	154,9	13,3	0,37	19,5	1,7	19,4	1,7

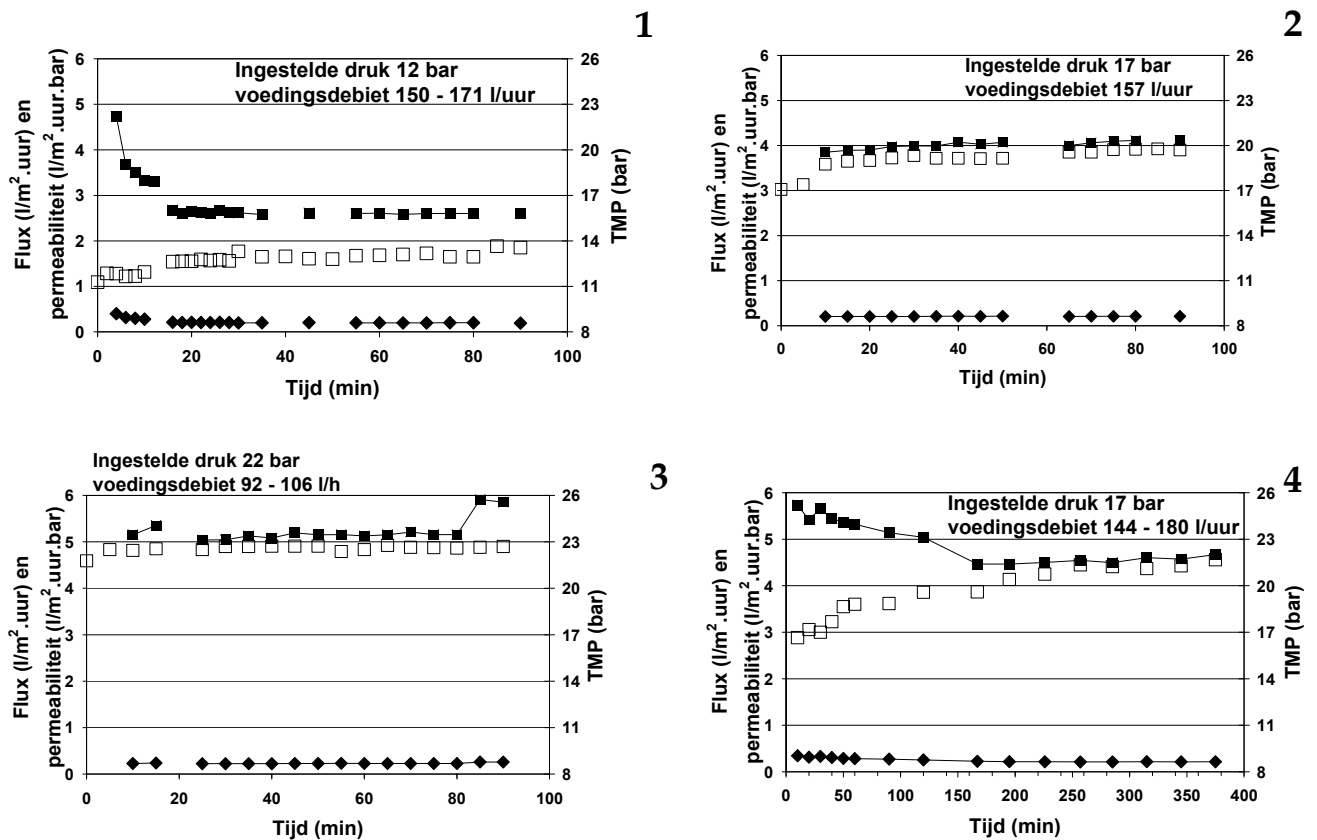
* Test 1 – 3: membraanprestatie testen bij verschillende drukken

Test 4: Duurtest

Tijdens de verkennende membraanprestatie testen is de bedrijfsvoering stabiel te noemen (zie Figuur 3-1 en Tabel 3-1). De temperatuur is vrijwel constant gedurende een test (maximale afwijking 0,5 °C), vanwege het gebruik van een koelsysteem. Verder is het gemeten voedingsdebiet ook constant (maximale afwijking is 10% gebaseerd op twee metingen). In het vervolg is de frequentie van het meten van het voedingdebiet verhoogd om een beter beeld te krijgen van de fluctuaties in het voedingsdebiet. Tijdens het experiment bij een druk van 22 bar was het voedingsdebiet lager waarschijnlijk doordat een gedeelte van het water werd gerecirculeerd over de pomp als gevolg van de drukbeveiliging (bij maximale druk). De gemeten drukken zijn goed te registeren en de maximale afwijking was 5,2%, vanwege een fout in aflezing en niet als gevolg van vervuiling omdat het voedingswater demiwater is. Op basis van de resultaten kan worden geconcludeerd dat de bedrijfsvoering stabiel is gedurende 90 minuten.

Tijdens de duurtest neemt de druk toe in de tijd van 17 naar 22 bar wat tot gevolg heeft dat het voedingsdebiet afneemt van 180 naar 140 l/uur (Figuur 3-1, subfiguur 4). Aangenomen mag worden dat er geen vervuiling van het membraan plaats vindt omdat het voedingwater demiwater is. Wel komt de toename van druk in relatie met de afname van voedingsdebiet overeen met de bevindingen tijdens de eerste testen waarbij bij 22 bar ook een lagere voedingsdebiet werd gemeten. De afwijking voor zowel druk als voedingsdebiet is 10%. Dit is voor dit onderzoek nog steeds acceptabel.

Aan de hand van de procesparameters uit Figuur 3-1 zijn de prestatie parameters berekend. Deze zijn weergegeven in Figuur 3-2. Verder is met behulp van de gegevens uit Tabel 3-1 de gemiddelde TMP, flux en permeabiliteit van het membraan inclusief de standaard afwijking berekent voor de verschillende testen. De resultaten zijn weergegeven in Tabel 3-2.



Figuur 3-2Prestatie parameters verkennende testen. 1-3 membraanprestatie testen, 4 duurttest (■) Flux ($l/m^2.uur$), (◆) Permeabiliteit ($l/m^2.uur.bar$), (□) TMP (bar)

Tabel 3-2 Berekende TMP, flux en permeabiliteit verkennende testen met demiwater

Test*	ingestelde druk	TMP		flux		permeabiliteit	
			std		std		std
	bar	bar	bar	$l/m^2.uur$	$l/m^2.uur$	$l/m^2.bar.uur$	$l/m^2.bar.uur$
1	12	12,7	0,6	2,86	0,53	0,23	0,05
2	17	19,1	0,8	4,01	0,08	0,208	0,003
3	22	22,6	0,2	5,24	0,26	0,23	0,01
4	17	19,5	1,7	4,96	0,47	0,26	0,05

* Test 1 – 3: membraanprestatie testen bij verschillende drukken
Test 4: Duurttest

Bij de eerste verkennende testen (1 – 3) neemt, zoals verwacht, bij toenemende druk de flux toe tussen de verschillende experimenten. Van $2,9 L/m^2.uur$ bij 12 bar naar $5,2 l/m^2.uur$ bij 22 bar. De permeabiliteit is in alle gevallen vergelijkbaar ($0,21 - 0,23 l/m^2.uur.bar$). Tijdens de duurttest wordt een vergelijkbare flux en membraanpermeabiliteit bereikt als tijdens de membraanprestatie testen.

Voor een commercieel spiraalgewonden NF membraan ligt de permeabiliteit tussen de $1 - 6,6 l/m^2.uur.bar$. Het KNF membraan presteert beduidend slechter dan de huidige generatie commercieel verkrijgbare polymere NF membranen. Om een aanvullend beeld te krijgen van de retentieprestaties van het Solsep NF membraan zijn retentie testen met tweewaardige zouten ($MgSO_4$) en glycerol uitgevoerd.

3.2 Retentietesten

De retentietesten zijn uitgevoerd met een 0,1 M MgSO₄ oplossing in voorgefiltreerd (1µm) Nieuwegeins drinkwater en glycerol in demiwater. Voor een uitgebreide beschrijving van de opstelling zie paragraaf 2.1. De ruwe data zijn weergegevens in bijlage V. In bijlage VI zijn de grafieken en berekende gemiddelden inclusief standaardafwijking van de procesparameters tijdens de retentie testen weergegeven.

Tijdens de retentie testen is de bedrijfsvoering stabiel te noemen (bijlage VI). De resultaten zijn vergelijkbaar met de gemeten waarden tijdens de verkennende testen. Ook tijdens de retentie testen is het voedingsdebiet lager bij een ingestelde druk van 22 bar. Dit wordt waarschijnlijk veroorzaakt door het feit dat de voedingsdruk boven de ingestelde hoge druk beveiliging komt en daarom een gedeelte van de voedingsdebiet over de pomp wordt gerecirculeerd.

Met behulp van de procesgegevens zijn de TMP, flux en permeabiliteit van het membraan berekend voor de verschillende testen. De resultaten zijn weergegeven in figuur VI- 3 en VI-4 van bijlage VI waarbij de prestatie parameters zijn weergegeven ten opzichte van de tijd. In Tabel 3-3 zijn de gemiddelde TMP, flux en permeabiliteit van het membraan inclusief de standaard afwijking berekend voor de verschillende testen.

Tabel 3-3 Berekende TMP, flux en permeabiliteit retentie testen

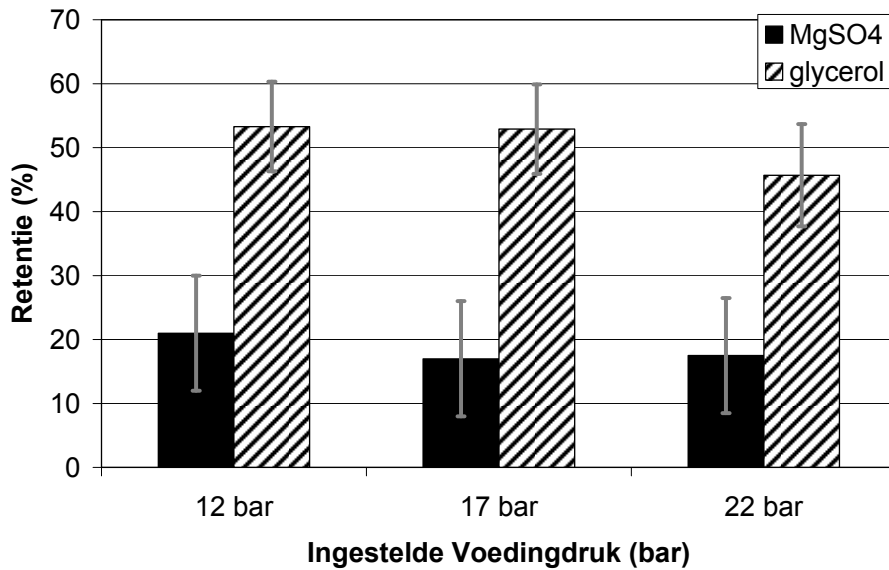
Test*	ingestelde	TMP		flux		permeabiliteit	
	druk		std		std		std
	bar	bar	bar	l/m ² .uur	l/m ² .uur	l/m ² .bar.uur	l/m ² .bar.uur
5	12	12,6	0,4	0,48	0,01	0,038	0,001
6	17	19,4	0,8	0,86	0,03	0,044	0,002
7	22	23,1	0,5	1,45	0,07	0,063	0,003
8	12	12,2	0,4	2,15	0,05	0,176	0,006
9	17	20,1	1,3	3,05	0,19	0,15	0,006
10	22	21,8	0,4	2,42	0,10	0,111	0,005

* Test 5 – 7: 0,1M MgSO₄ in gefiltreerd (1 µm) Nieuwegeins drinkwater

Test 8 – 9: Glycerol (20 mg C/l) in Demiwater

Tijdens de retentietesten neemt bij toenemende voedingdruk de flux toe met uitzondering van test 10, ook blijft de permeabiliteit constant tijdens de testen. Een verklaring voor de afname van de flux tijdens experiment 10 is op dit moment niet te geven, hierop is geen verder onderzoek verricht. De behaalde flux waarden zijn in alle gevallen lager dan tijdens de verkennende testen. Dit wordt waarschijnlijk veroorzaakt door het water dat is aangeboden. Kijkend naar de permeabiliteit van het membraan geeft deze een ander beeld te zien dan bij de verkennende testen. Bij de verkennende testen bleef de permeabiliteit stabiel bij toenemende voedingdruk. Bij de testen met MgSO₄ echter, loopt de permeabiliteit op, terwijl bij de testen met glycerol deze juist daalt bij toenemende voedingdruk. De daling in de permeabiliteit bij de testen met glycerol komt mogelijk door adsorptie van glycerol aan het membraanoppervlak tijdens het experiment; dit kan de kleine poriën gedeeltelijk of geheel blokkeren.

Verder is ook de retentie bepaald voor MgSO₄ en glycerol. De analysesresultaten en daarop volgende retentie berekeningen van de MgSO₄ en glycerol analyses zijn weergegeven in bijlage VII. De retentie van MgSO₄ en glycerol bij verschillende voedingsdrukken zijn weergegeven in Figuur 3-3.



Figuur 3-3 Retentie MgSO₄ en glycerol voor het Solsep KNF membraan

De retentie van MgSO₄ voor het KNF membraan ligt tussen de 17 en 21,5%. De te verwachten meetfout is groter dan de gemeten verschillen. De gemeten gemiddelde retentie van 20% is laag te noemen voor een NF membraan. Ter vergelijking: voor commercieel verkrijgbare spiraalgewonden NF membranen op basis van polyamide is de retentie voor MgSO₄ > 98% [Verliefde, 2008], voor NF membranen van polyethersulfon is de retentie van MgSO₄ 10-50% - afhankelijk van voornamelijk de druk [Al-Zoubi *et al.*, 2007]. Waarom het verschil tussen de verschillende polymere NF membranen zo groot is, is overigens niet duidelijk. De gemeten poriëgrootte is voor de verschillende polymere membranen ongeveer gelijk (rond de 0,6 nm) [Hilal *et al.*, 2005]. Blijkbaar is de gecrosslinkte polyamide laag een betere barrière tegen MgSO₄ en andere zouten dan polyethersulfon, zoals blijkt uit meting aan verschillende NF membranen [Al-Zoubi *et al.*, 2007]. Het KNF membraan presteert beduidend slechter dan de huidige commercieel verkrijgbare op polyamide gebaseerde NF membranen. Mogelijk komt dit door de grotere poriëgrootte van 0,9 nm voor het KNF membraan tegen ongeveer 0,6 nm voor de polymere NF membranen (zie bijlage III en [Hilal *et al.*, 2005]).

De glycerol retentie daarentegen is vergelijkbaar met conventionele NF membranen. De retentie ligt bij huidige generatie membranen tussen de 30 -40% [Verliefde, 2008]. De gemeten retentie voor het KNF membraan is ongeveer 50%. Mogelijk is de gemeten retentie hoger dan reëel, omdat er relatief kort gedoseerd is waardoor adsorptie-effecten een grote rol spelen. Voor de experimenten zoals uitgevoerd door Verliefde *et al.* is er gedurende meerdere dagen glycerol gedoseerd en is daarna pas de retentie bepaald om het effect van adsorptie uit te sluiten. In de hier uitgevoerde experimenten met het KNF membraan is slechts 1 à 2 uur gedoseerd alvorens de retentie te meten. Normaal gesproken neemt de retentie toe met de druk. Dat de retentie in de gemeten serie hier niet toeneemt, maar juist afneemt komt mogelijk door het feit dat er eerst bij 12 en als laatste bij 22 bar gemeten is. Bij de latere meting bij hogere druk is de adsorptie mogelijk iets lager (en dus de gemeten retentie ook). Het gemeten verschil is echter klein, en ligt in de orde van grootte van de te verwachten fout (zie bijlage VII).

4 Conclusies

4.1 Conclusies

De uitgevoerde testen met het KNF membraan laten zien dat de permeabiliteit een factor 5 tot 30 lager is dan state-of-the-art spiraal gewonden NF membranen (respectievelijk 0,2 ten opzichte van 1 - 6 l m⁻² h⁻¹ bar⁻¹). Tevens is de retentie van het KNF membraan voor Mg²⁺ en SO₄²⁻ ionen lager dan voor commercieel verkrijgbare spiraal gewonden polyamide NF membranen (respectievelijk 20 ten opzichte van >95%). De oorzaak van de lage retentie voor MgSO₄ van het KNF membraan is niet bekend, mogelijk speelt de grotere poriegrootte hier een rol (0,9 nm ten opzichte van 0,6 nm).

De retentie van glycerol van het KNF membraan is waarschijnlijk vergelijkbaar met die van polymere NF membranen, maar dit is onzeker vanwege de korte duur van het experiment waardoor adsorptie-effecten van glycerol aan het membraan een rol spelen tijdens de uitgevoerde experimenten.

De prestatie van het Pervatech membraan is onvoldoende in vergelijking met state-of-the-art polymere NF membranen. Vanwege de lage flux en lage MgSO₄ retentie van het KNF membraan wordt afgezien van verdere testen met dit membraan.

Literatuur

- Al-Zoubi, H., Hilal, N., Darwish, N.A., Mohammad, A.W. (2007) "Rejection and modelling of sulphate and potassium salts by nanofiltration membranes: neural network and Spiegler-Kedem model." *Desalination* 206, 42-60.
- Choi, S., Yun, Z., Hong, S., and Ahn, K. (2001) "The effect of co-existing ions and surface characteristics of nanomembranes on the removal of nitrate and fluoride." *Desalination*, 133(1), 53-64.
- Hilal, N., Al-Zoubi, H., Mohammad, A.W., Darwish, N.A. (2005) "Nanofiltration of highly concentrated salt solutions up to seawater salinity." *Desalination* 184, 315-326.
- Hofs, P.S. (2009) "Literatuuronderzoek nanotechnologie voor drinkwaterbehandeling." BTO 2009.023(s).
- Kreiter, R., Rietkerk, M. D. A., Castricum, H. L., van Veen, H. M., ten Elshof, J. E., Vente J. F. (2010) "Evaluation of hybrid silica sols for stable microporous membranes using high-throughput screening." *Journal of Sol-Gel Science and Technology*: 1-8.
- Mulder, M. (1996) "Basic Principles of Membrane Technology." Kluwer Academic Publishers, second edition, ISBN 0-7923-4247-X
- Mulder, M., van Voorthuizen, E., Peeters, J.(2005). "Membrane characterization" *Nanofiltration - Principles and application*, A. I. Schaefer, A. G. Fane, and T. D. Waite, eds., Elsevier advanced technology, Oxford, 560.
- Ogier, J., Hofman J. (2008) "Combination of Fenton oxidation proces and ceramic nanofiltration, efficiency during groundwater treatment in Waalwijk plant." BTO2008.052. Nieuwegein, KWR.
- Verliefde, A.R.D., (2008) "Rejection of organic micropollutants by high pressure membranes (NF/RO)." Thesis, Water Management Academic Press, ISBN 978-90-8957-005-5

www.pervatech.nl

www.solsep.nl

I Criteria vergelijking NF membranen

Criteria	eenheid	NF	Opmerkingen
(water) Permeabiliteit (A)	l/m ² .uur.bar	4 - 1	Communicatie Bas, Emile, Danny
	l/m ² .uur.bar	3 - 20 ²	Mulder pag 298
	l/m ² .uur.bar	1,4 - 12 ⁴	Verliefde, Tabel 1.2 pag 9
(Pure water) Permeabiliteit (L _p) ³	l/m ² .uur.bar	1 - 6,6	³ Gebaseerd op metingen van 20 commerciële membrane (pag 100)
(solute=NaCl) Permeabiliteit (B) ²	m / uur	1-5	Mulder pag 299
Retentie monovalente ionen ¹		60 - 70%	
Retentie monovalente ionen (Na,K,Cl, NO ₃) ²		< 50%	Tabel VI.7 pag 302
NaCl Retentie ⁵		90%	0,5 g/l NaCl ESNA1; Hydranautics (Wittmann, Tabel 1, pag 266)
		65%	0,5 g/l NaCl SU-620; Toray (Wittmann, Tabel 1, pag 266)
		75%	2 g/l NaCl ROGA 8231LP Magnum; Koch (Wittmann, Tabel 1, pag 266)
Retentie bivalente ionen (Ca,Mg, SO ₄ , CO ₃) ²		>90%	Tabel VI.7 pag 302
Retentie multivalente ionen ¹		> 90%	
MgSO ₄ Retentie		99%	Communicatie Bas, Emile, Danny
		98 - > 99% ⁴	Verliefde, Tabel 2.1 pag 35
		99,5 - > 99,7% ⁴	0,5 g/l MgSO ₄ Verliefde, Tabel 3.1 pag 65
		98% ⁵	2 g/l MgSO ₄ DS-51 HL8040F 400; Osmonics-Desal (Wittmann, Tabel 1, pag 266)
		85 - 95% ⁵	2 g/l MgSO ₄ NF90-400; DOW Filmtec (Wittmann, Tabel 1, pag 266)
		99% ⁵	2 g/l MgSO ₄ 8040-TS80-TSA; Trisep (Wittmann, Tabel 1, pag 266)
CaCl ₂ Retentie ⁵		40 - 60%	0,5 g/l CaCl ₂ NF270-400; DOW Filmtec (Wittmann, Tabel 1, pag 266)
		< 45%	0,5 g/l CaCl ₂ NF200B-400; DOW Filmtec (Wittmann, Tabel 1, pag 266)
Retentie Glycerol		30 - 40% ⁴	Permeaat flux van 20 l/m ² .uur Verliefde, figuur 2,8 pag 51
Retentie organisch materiaal ¹		> 90% ¹	
Retentie bacteriën en virussen ²		< 99%	Tabel VI.7 pag 302
Retentie micro oplossingen (Mw > 100) ²		> 50%	Tabel VI.7 pag 302
Retentie micro oplossingen (Mw < 100) ²		0 - 50%	Tabel VI.7 pag 302

¹ Choi, S., Yun, Z., Hong, S., and Ahn, K. (2001). "The effect of co-existing ions and surface characteristics of nanomembranes on the removal of nitrate and fluoride." *Desalination*, 133(1), 53-64.

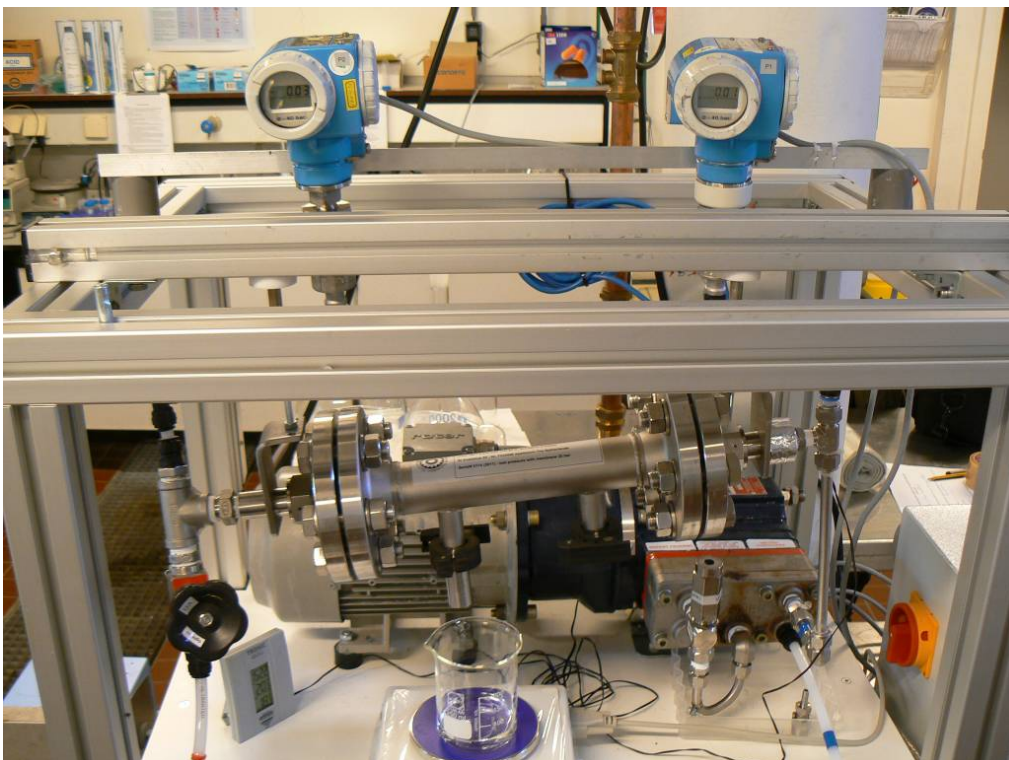
² Mulder M. (1996). "Basic Principles of Membrane Technology." Kluwer Academic Publishers, second edition, ISBN 0-7923-4247-X

³ Mulder, M., van Voorthuizen, E., Peeters, J.(2005). "Membrane characterization" *Nanofiltration - Principles and application*, A. I. Schaefer, A. G. Fane, and T. D. Waite, eds., Elsevier advanced technology, Oxford, 560.

⁴ Verliefde, A.R.D. (2008) "Rejection of organic micropollutants by high pressure membranes (NF/RO)." Thesis, Water Management Academic Press, ISBN 978-90-8957-005-5

⁵ Wittmann, e., Thorsen, T. (2005). "Water treatment" *Nanofiltration - Principles and application*, A. I. Schaefer, A. G. Fane, and T. D. Waite, eds., Elsevier advanced technology, Oxford, 560.

II Foto's Solsep installatie



Figuur II-1 Foto's van de Solsep installatie zoals gebruikt tijdens gerapporteerde testen

III Datasheet membraan

SolSep BV



DATASHEET: SolSep NF TiOX-PVT-01

Data sheet NF membrane for water and organic solvents

type: SolSep NF TiOX-PVT-01

dimensions: tubular (diameter x length)
(0.007 x 0.25 or 0.007 x 0.5 m)
active layer on inside

Operation parameters and performance¹:

pressure 20 bar, burst pressure 40 bars

temperature (max): 120°C

resistant to solvents: This is a titania on alfa alumina membrane with pores < 1 nm.
Titania is intrinsically stable in almost all organic solvents and water in a broad pH range

permeability¹ (l/m²h⁻¹bar⁻¹) pure solvents

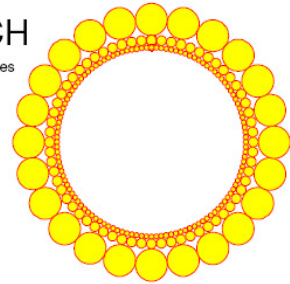
ethanol (20degC) ~0.133
water (RO quality) ~0.6

¹ Specifications are provisional and may change without prior notice

version TiOX 0-1nm/2011v1

Address: :St Eustatus 65 7333NW Apeldoorn the Netherlands
www.solsep.com
VAT: NL9065 96640B01

Trade register: 05064694
info@solsep.com
IBAN NL53 RABO 0360 897592



Titania membranes for pervaporation

2 pore sizes are available:

- 1) Range from 3,5 nm up to 25 nm
- 2) Around 0,8 – 1,0 nm

Pervaporation:

The titania membranes for pervaporation have considerable larger pores compared with the ceramic membranes for dehydration, allowing small molecules like e.g. methanol, ammonia, formaline to pass through the membrane, retaining the larger organic molecules.

- Removal of small molecules from larger organic molecule solvents like C10+, fuels, etheric oils, etc.
- Solvent recovery
- In situ removal of small molecules like methanol, ammonia, formaldehyde, CO – CO₂ in organic syntheses in pharmaceutical production

These Titania membranes are also applicable in UF and NF processing.

Typical applications:

- Recovery of valuable compounds from watery feed stock or from solvent media
- Solvent recovery
- Concentration of homogeneous catalysts,
- Recovery of valuable cosmetic compounds
- Polishing filtration, to remove traces of undissolved matter
- Filtration of solvents to remove turbidity

Pervatech BV		Telephone	: +31(0)547-383114
Rondweg 48	C of C : 06088874	Fax	: +31(0)547-385153
7468MC ENTER	VAT : NL807474411B01	E-mail	: info@pervatech.nl
The Netherlands	Bank : ABN AMRO:53.00.24.802	web site	: www.pervatech.com

IV Ruwe data verkennende testen

12 bar

Datum	tijd hh:mm	T f °C	Q f l/uur	Q p (gemeten met balans)			P f		P c		P p bar
				ml	l	l/uur	min bar	max bar	min bar	max bar	
29-9-2011	10:09	18,9	171,4				11,12	11,48	11,08	11,44	0
29-9-2011	10:11	18,9					11,70	12,08	11,60	12,04	0
29-9-2011	10:13	18,9		5,2	0,0052	0,078	11,68	12,08	11,60	12,01	0
29-9-2011	10:15	18,8		6,06	0,00606	0,0606	11,43	12,18	11,32	11,69	0
29-9-2011	10:17	18,8		7,68	0,00768	0,0576	11,57	11,82	11,50	11,80	0
29-9-2011	10:19	18,8		9,12	0,00912	0,05472	12,05	12,25	11,60	11,90	0
29-9-2011	10:21	18,7		10,88	0,01088	0,0544					
29-9-2011	10:23										
29-9-2011	10:25	18,6		11,76	0,01176	0,0441	12,51	12,80	12,40	12,80	0
29-9-2011	10:27	18,5		12,88	0,01288	0,0429333	12,50	12,90	12,40	12,80	0
29-9-2011	10:29	18,4		14,56	0,01456	0,04368	12,50	12,90	12,40	12,80	0
29-9-2011	10:31	18,3		15,88	0,01588	0,0433091	12,60	13,00	12,50	13,00	0
29-9-2011	10:33	18,3		17,22	0,01722	0,04305	12,60	12,90	12,50	12,80	0
29-9-2011	10:35	18,2		19,08	0,01908	0,0440308	12,60	12,90	12,60	12,90	0
29-9-2011	10:37	18,2		20,14	0,02014	0,0431571	12,50	12,90	12,40	12,90	0
29-9-2011	10:39	18,1		21,56	0,02156	0,04312	12,90	13,20	13,90	13,22	0
29-9-2011	10:44	18,2		24,8	0,0248	0,0425143	12,80	13,20	12,70	13,10	0
29-9-2011	10:49						12,80	13,20	12,90	13,00	0
29-9-2011	10:54	18,2		32,3	0,0323	0,0430667	12,60	13,10	12,50	13,10	0
29-9-2011	10:59	18,2					12,60	13,00	12,50	13,10	0
29-9-2011	11:04	18,2		39,32	0,03932	0,0428945	12,90	13,30	12,80	13,10	0
29-9-2011	11:09	18,1		42,96	0,04296	0,04296	12,90	13,30	12,80	13,20	0
29-9-2011	11:14	18,1		46,14	0,04614	0,0425908	12,90	13,40	12,90	13,20	0
29-9-2011	11:19	18,1		49,96	0,04996	0,0428229	12,90	13,50	12,80	13,50	0
29-9-2011	11:24	18,1		53,62	0,05362	0,042896	12,80	13,20	12,70	13,10	0
29-9-2011	11:29	18,1		57,18	0,05718	0,042885	12,80	13,20	12,70	13,10	0
29-9-2011	11:34	18,1					12,70	14,10	13,80	14,00	0
29-9-2011	11:39	18,1	150,0	64,44	0,06444	0,04296	12,60	14,10	13,50	14,00	0
avg		18,4	160,7				12,4	12,9	12,5	12,8	
rsd		0,3	15,2				0,5	0,6	0,7	0,7	
rsd (%)		1,7	9,4				4,1	4,8	5,6	5,1	
				Opp begin membraan	0,000115	m2					
				langstroomsnelheid	4,46E-05	m ³ /s					
				langstroomsnelheid	0,38687	m/s					

17 bar

Datum	tijd hh:mm	T f °C	Q f l/uur	Q p (gemeten met balans)			P f		P c		P p bar
				ml	l	l/uur	min bar	max bar	min bar	max bar	
29-9-2011	0:00	18,00	156,5	19,8			16,20	17,80	16,40	17,90	0
29-9-2011	0:05	18,40		5,14			17,00	17,90	16,90	17,80	0
29-9-2011	0:10	18,50		10,58	0,01058	0,06348	18,40	19,20	18,30	19,10	0
29-9-2011	0:15	18,50		16,04	0,01604	0,06416	18,50	19,40	18,60	19,30	0
29-9-2011	0:20	18,50		21,42	0,02142	0,06426	18,10	19,90	18,20	19,80	0
29-9-2011	0:25	18,70		27,32	0,02732	0,065568	18,60	19,90	18,40	19,80	0
29-9-2011	0:30	18,70		32,9	0,0329	0,0658	18,90	20,00	18,50	19,90	0
29-9-2011	0:35	18,70		38,36	0,03836	0,06576	18,50	19,90	18,30	19,90	0
29-9-2011	0:40	18,80		44,78	0,04478	0,06717	18,30	19,90	18,50	19,90	0
29-9-2011	0:45	18,80		49,8	0,0498	0,0664	18,40	19,90	18,30	19,90	0
29-9-2011	0:50	18,80		55,9	0,0559	0,06708	18,50	19,90	18,30	19,90	0
29-9-2011	0:55										0
29-9-2011	1:00										0
29-9-2011	1:05	18,80		71,4	0,0714	0,0659077	19,30	20,00	18,90	20,00	0
29-9-2011	1:10	18,80		78,1	0,0781	0,0669429	19,30	20,00	18,90	20,00	0
29-9-2011	1:15	18,90		84,36	0,08436	0,067488	19,60	20,20	19,00	20,10	0
29-9-2011	1:20	18,80		90,4	0,0904	0,0678	19,10	20,30	19,60	20,00	0
29-9-2011	1:25	18,90		95,9			19,30	20,30	19,40	20,10	0
29-9-2011	1:30	18,90	156,5	101,86	0,10186	0,0679067	19,30	20,10	19,20	20,20	0
avg		18,7	156,5				18,5	19,7	18,5	19,6	
rsd		0,2	0,0				0,9	0,7	0,8	0,7	
rsd (%)		1,2	0,0				4,7	3,8	4,3	3,7	
					0,000115395	m2					
				langstroomsnelheid	4,34783E-05	m ³ /s					
				langstroomsnelheid	0,376777684	m/s					

22 bar

Datum	tijd hh:mm	T f	Q f	Q p (gemeten met balans)			P f	max bar	P c	max bar	P p bar
		°C	l/uur	ml	l	l/uur	min bar		min bar		
29-9-2011	0:00	18,90	105,9	0			21,60	22,10	21,40	22,00	0
29-9-2011	0:05	18,90		7,24			22,30	22,90	22,10	22,70	0
29-9-2011	0:10	18,90		14,16	0,01416	0,08496	22,20	22,80	22,10	22,70	0
29-9-2011	0:15	19,10		22,06	0,02206	0,08824	22,40	22,80	22,30	22,70	0
29-9-2011	0:20										
29-9-2011	0:25	19,50		34,6	0,0346	0,08304	22,40	22,80	22,00	22,80	0
29-9-2011	0:30	19,50		41,58	0,04158	0,08316	22,50	23,00	22,30	23,00	0
29-9-2011	0:35	19,50		49,32	0,04932	0,0845486	22,60	23,00	22,20	23,00	0
29-9-2011	0:40	19,50		55,86	0,05586	0,08379	22,30	23,10	22,40	23,10	0
29-9-2011	0:45	19,50		64,22	0,06422	0,0856267	22,30	23,00	22,4	23,00	0
29-9-2011	0:50	19,50		70,76	0,07076	0,084912	22,70	23,10	22,60	23,00	0
29-9-2011	0:55	19,50		77,92	0,07792	0,0850036	22,10	22,80	22,10	22,70	0
29-9-2011	1:00	19,60		84,5	0,0845	0,0845	22,30	22,60	21,90	22,70	0
29-9-2011	1:05	19,60		92,02	0,09202	0,0849415	22,60	23,10	22,40	23,10	0
29-9-2011	1:10	19,60		100,22	0,10022	0,0859029	22,40	23,10	22,30	23,00	0
29-9-2011	1:15	19,60		106,22	0,10622	0,084976	22,30	23,00	22,10	23,00	0
29-9-2011	1:20	19,70		113,34	0,11334	0,085005	22,30	23,00	22,20	23,00	0
29-9-2011	1:25	19,70		138,02	0,13802	0,0974259	22,10	23,00	22,10	23,00	0
29-9-2011	1:30	19,70	92,3	144,8	0,1448	0,0965333	22,20	23,00	22,50	23,10	0
avg		19,4	99,1				22,3	22,9	22,2	22,9	
rsd		0,3	9,6				0,2	0,2	0,3	0,3	
rsd (%)		1,4	9,7				1,1	1,1	1,2	1,2	
					0,000115395	m ²					
					langstroomsnelheid	2,75264E-05	m ³ /s				
					langstroomsnelheid	0,238540623	m/s				

duurtest 17 bar

Datum	tijd hh:mm	T f	Q f	Q p (gemeten met balans)			P f	max bar	P c	max bar	P p bar
		°C	l/uur	ml	l	l/uur	min bar		min bar		
30-9-2011	0:00	20,80	180,0	0		0	16,60	16,90	16,20	16,90	0
30-9-2011	0:10	20,20		15,76	0,01576	0,09456	17,1	17,7	17,1	17,6	0
30-9-2011	0:20	19,60		29,76	0,02976	0,08928	16,90	17,50	16,80	17,50	0
30-9-2011	0:30	19,40	180,0	46,64	0,04664	0,09328	16,80	17,40	16,50	17,30	0
30-9-2011	0:40	18,90		59,78	0,05978	0,08967	17,30	18,10	17,20	18,10	0
30-9-2011	0:50	18,90		73,7	0,0737	0,08844	18,40	19,00	18,20	19,00	0
30-9-2011	1:00	18,90	163,6	87,76	0,08776	0,08776	18,60	19,30	18,30	19,00	0
30-9-2011	1:30	18,90	163,6	127,04	0,12704	0,0846933	18,60	19,30	18,40	19,10	0
30-9-2011	2:00	18,80	156,5	166,14	0,16614	0,08307	19,20	20,00	19,10	20,00	0
30-9-2011	2:47	18,90	150,0	204,78	0,20478	0,0735737	19,20	20,10	19,10	20,00	0
30-9-2011	3:15	18,90	144,0	239,28	0,23928	0,0736246	20,00	20,90	20,00	20,70	0
30-9-2011	3:46	19,10	150,0	279,44	0,27944	0,0741876	20,00	21,60	20,00	21,40	0
30-9-2011	4:17	19,10	150,0	320,98	0,32098	0,074937	21,10	21,70	21,10	21,50	0
30-9-2011	4:45	19,20	150,0	352,24	0,35224	0,0741558	21,00	21,50	21,00	21,40	0
30-9-2011	5:15	19,40	144,0	398,34	0,39834	0,0758743	20,90	21,30	20,90	21,30	0
30-9-2011	5:45	19,40	144,0	433,44	0,43344	0,0753809	21,10	21,50	21,10	21,40	0
30-9-2011	6:15	19,50	138,5	481,22	0,48122	0,0769952	21,40	22,00	21,40	21,90	0
avg		19,3	154,9				19,1	19,8	19,0	19,7	
rsd		0,5	13,3				1,7	1,7	1,8	1,7	
rsd (%)		2,8	8,6				8,9	8,9	9,5	8,7	
					0,000115395	m ²					
					langstroomsnelheid	4,30397E-05	m ³ /s				
					langstroomsnelheid	0,372976803	m/s				

V Ruwe data retentie testen

MgSO₄, 12 bar

Datum	tijd hh:mm	T f °C	Q f l/uur	Q p (gemeten met balans)		P f min bar	max bar	P c min bar	max bar	P p bar	
				ml	l						
4-10-2011	0:00	18,3	180,0	0		12,20	12,50	12,00	12,40	0	
4-10-2011	0:07	18,2		0,96	0,00096	0,0082286	12,40	12,60	12,50	12,60	0
4-10-2011	0:10	18,2		1,4	0,0014	0,0084	12,60	12,70	12,50	12,60	0
4-10-2011	0:15	18,2		2,06	0,00206	0,00824	12,92	12,96	12,84	12,94	0
4-10-2011	0:20	18,2		2,62	0,00262	0,00786	12,82	13,00	12,70	12,80	0
4-10-2011	0:25	18,2		3,3	0,0033	0,00792	12,72	12,77	12,66	12,70	0
4-10-2011											
4-10-2011	0:35	18,1	171,4	4,64	0,00464	0,0079543	12,44	12,46	12,39	12,45	0
4-10-2011	0:40	18,1		5,16	0,00516	0,00774	12,30	12,40	12,20	12,30	0
4-10-2011	0:45	18,1		5,92	0,00592	0,0078933	12,40	12,50	12,30	12,40	0
4-10-2011	0:50	18,2		6,6	0,0066	0,00792	12,36	12,38	12,28	12,32	0
4-10-2011	0:55	18,2		7,18	0,00718	0,0078327	12,20	12,30	12,10	12,10	0
4-10-2011	1:10	18,2		9,14	0,00914	0,0078343	12,10	12,20	12,06	12,07	0
4-10-2011	1:25	18,2		11	0,011	0,0077647	12,90	13,20	12,90	13,10	0
4-10-2011	1:30	18,1	171,4	11,56	0,01156	0,0077067	12,30	12,40	12,20	12,30	0
4-10-2011	1:37	18,2		12,6	0,0126	0,0077938	12,30	12,40	12,20	12,30	0
4-10-2011	1:45	18,1		13,72	0,01372	0,00784	12,50	12,60	12,40	12,60	0
4-10-2011	1:55	18,1		14,94	0,01494	0,0077948	13,20	13,30	13,10	13,30	0
4-10-2011	2:00	18,1	163,6	15,54	0,01554	0,00777	12,00	12,20	12,00	12,10	0
4-10-2011	2:10	18,1		17,08	0,01708	0,0078831	12,80	12,90	12,80	12,90	0
4-10-2011	2:20	18,1		18,42	0,01842	0,0078943	13,50	13,60	13,30	13,60	0
4-10-2011	2:35	18,1	163,6	20,16	0,02016	0,0078039	12,30	12,40	12,20	12,30	0
4-10-2011	2:50	18,1		22,18	0,02218	0,0078282	13,30	13,40	13,20	13,30	0
avg		18,2	170,0			12,6	12,7	12,5	12,6		
rsd		0,1	6,8			0,4	0,4	0,4	0,4		
rsd (%)		0,3	4,0			3,2	3,2	3,1	3,4		
					0,000115395 m2						
					langstroomsnelheid 4,72294E-05 m ³ /s						
					langstroomsnelheid 0,409284954 m/s						

MgSO₄, 17 bar

Datum	tijd hh:mm	T f °C	Q f l/uur	Q p (gemeten met balans)		P f min bar	max bar	P c min bar	max bar	P p bar	
				ml	l						
4-10-2011	0:00	18,9	180,0	0	0	16,70	17,20	16,40	17,00	0	
4-10-2011	0:06	18,8		1,6	0,0016	0,016000	19,10	19,70	19,00	19,70	0
4-10-2011	0:10	18,8		2,34	0,00234	0,014040	17,70	18,00	17,60	18,00	0
4-10-2011	0:15	18,8		3,68	0,00368	0,014720	18,40	19,10	18,20	19,00	0
4-10-2011	0:20	18,8		4,74	0,00474	0,014220	18,80	19,20	18,70	19,10	0
4-10-2011	0:25	18,8		5,9	0,0059	0,014160	18,30	19,00	18,20	19,00	0
4-10-2011	0:30	18,8		7,14	0,00714	0,014280	19,10	20,00	19,10	20,00	0
4-10-2011	0:37	18,8	171,4	8,84	0,00884	0,014335	18,20	19,00	18,10	19,00	0
4-10-2011	0:40	18,8		9,46	0,00946	0,014190	19,50	20,00	19,40	20,00	0
4-10-2011	0:45	18,8		10,7	0,0107	0,014267	19,20	20,00	19,20	20,00	0
4-10-2011	0:50	18,8		11,94	0,01194	0,014328	19,20	20,00	19,10	20,00	0
4-10-2011	0:55	18,8		13,3	0,0133	0,014509	19,20	20,10	19,20	20,00	0
4-10-2011	1:00	18,8	163,6	14,32	0,01432	0,014320	19,20	20,00	19,10	20,00	0
4-10-2011	1:05	18,8		15,44	0,01544	0,014252	19,20	20,00	19,10	20,00	0
4-10-2011	1:10	18,8		16,66	0,01666	0,014280	19,70	20,10	19,60	20,10	0
4-10-2011	1:15	18,8		17,8	0,0178	0,014240	19,70	20,20	19,60	20,10	0
4-10-2011	1:20	18,8		18,9	0,0189	0,014175	20,10	20,90	19,90	20,70	0
4-10-2011	1:25	18,8		20,06	0,02006	0,014160	18,90	19,50	18,80	19,90	0
4-10-2011	1:30	18,8	171,4	21,22	0,02122	0,014147	19,30	20,10	19,60	20,00	0
4-10-2011	1:36	18,8		22,62	0,02262	0,014138	19,70	20,10	19,60	20,00	0
4-10-2011	1:40	18,8		23,36	0,02336	0,014016	19,70	20,20	19,40	20,20	0
4-10-2011	1:46	18,8		25,08	0,02508	0,014196	19,80	20,30	19,70	20,20	0
4-10-2011	1:50	18,8		25,92	0,02592	0,014138	20,20	21,00	19,90	20,00	0
4-10-2011	2:00	18,8		27,96	0,02796	0,013980	19,30	20,00	19,20	20,00	0
4-10-2011	2:05	18,8	171,4	29	0,029	0,013920	19,10	20,00	19,10	19,90	0
4-10-2011	2:12	18,8		30,58	0,03058	0,013900	18,90	20,00	18,80	20,00	0
4-10-2011	2:20	18,8		32,14	0,03214	0,013774	19,90	20,00	19,90	20,00	0
4-10-2011	3:13	18,8	171,4	44,4	0,0444	0,013803	19,80	20,50	19,70	20,30	0
avg		18,8	171,6			19,1	19,8	19,0	19,7		
rsd		0,02	5,18			0,75	0,79	0,78	0,76		
rsd (%)		0,1	3,0			3,9	4,0	4,1	3,8		
					0,000115395 m2						
					langstroomsnelheid 4,76551E-05 m ³ /s						
					langstroomsnelheid 0,412973895 m/s						

MgSO₄, 22 bar

Datum	tijd hh:mm	T f	Q f	Q p (gemeten met balans)		P f		P c		P p	
		°C	l/uur	ml	l	l/uur	min bar	max bar	min bar		max bar
4-10-2011	0:00	17,3	36,0	0	0	21,30	21,80	21,00	21,80	0	
4-10-2011	0:05	17,7		1,82	0,00182	0,021840	22,40	23,00	22,10	23,00	0
4-10-2011	0:10	18,1		4	0,004	0,024000	22,70	23,20	22,60	23,00	0
4-10-2011	0:15	18,2		5,8	0,0058	0,023200	23,00	23,50	23,00	23,40	0
4-10-2011	0:20	17,5		7,6	0,0076	0,022800	23,30	23,80	23,20	23,80	0
4-10-2011	0:25	16,7		9,76	0,00976	0,023424	23,20	23,70	23,30	23,60	0
4-10-2011	0:32	16,6		12,34	0,01234	0,023138	23,20	23,60	23,30	23,60	0
4-10-2011	0:37	17,3		14,48	0,01448	0,023481	22,70	23,00	22,60	23,00	0
4-10-2011	0:45	17		17,16	0,01716	0,022880	23,00	23,50	23,00	23,40	0
4-10-2011	0:56	16,7		22	0,022	0,023571	23,30	23,70	23,20	23,40	0
4-10-2011	1:00	16,7		23,7	0,0237	0,023700	23,10	23,50	23,10	23,40	0
4-10-2011	1:05	18		25,8	0,0258	0,023815	23,30	23,70	23,30	23,60	0
4-10-2011	1:10	18,8		28	0,028	0,024000	22,50	23,90	23,50	23,70	0
4-10-2011	1:15	17,8		30,34	0,03034	0,024272	23,10	23,40	23,10	23,30	0
4-10-2011	1:25	18,9		34,76	0,03476	0,024536	23,20	23,60	23,30	23,50	0
4-10-2011	1:31	16,8		37,6	0,0376	0,024791	23,00	22,10	22,10	22,70	0
4-10-2011	1:42	17,5		42,36	0,04236	0,024918	22,90	23,20	22,90	23,10	0
4-10-2011	1:50	17,2	100,0	46,62	0,04662	0,025429	23,00	23,30	23,00	23,30	0
4-10-2011	2:00	16,7		52,9	0,0529	0,026450	23,00	23,20	23,00	23,20	0
avg		17,4	68,0			22,9	23,3	22,9	23,3	0,0	
rsd		0,71	45,25			0,47	0,54	0,59	0,45	-	
rsd (%)		4,1	66,6			2,0	2,3	2,6	1,9		
					0,000115395 m ²						
					langstroomsnelheid 1,88889E-05 m ³ /s						
					langstroomsnelheid 0,163688972 m/s						

Glycerol, 12 bar

Date	Time hh:mm	T f	Q f	Q p (measure with balance)		P f		P c		P p
		°C	l/h	ml	l	min bar	max bar	min bar	max bar	
4-10-2011	0:00	18,8	180,0	0	0	11,80	11,90	11,70	11,80	0
4-10-2011	0:05	18,6		2,8	0,0028	11,80	12,00	11,70	11,80	0
4-10-2011	0:10	18,4	180,0	5,66	0,00566	11,70	11,90	11,60	11,90	0
4-10-2011	0:15	18,2		8,5	0,0085	11,80	12,00	11,80	11,90	0
4-10-2011	0:20	18,2	180,0	11,44	0,01144	12,10	12,50	12,10	12,40	0
4-10-2011	0:25	18,2		14,42	0,01442	13,00	13,40	13,00	13,20	0
4-10-2011	0:30	18,2	180,0	17,58	0,01758	12,20	12,90	12,00	12,70	0
4-10-2011	0:46	18,1	180,0	27,58	0,02758	12,50	12,90	12,50	12,70	0
4-10-2011	0:50	18,1		29,64	0,02964	12,70	13,00	12,60	12,90	0
4-10-2011	0:55	18,1		33,1	0,0331	12,60	12,90	12,40	12,70	0
4-10-2011	1:00	18,1	180,0	36,18	0,03618	12,30	12,70	12,20	12,50	0
4-10-2011	1:05	18		39,18	0,03918	12,40	12,60	12,30	12,50	0
4-10-2011	1:10	18	180,0	42	0,042	12,10	12,30	12,00	12,20	0
4-10-2011	1:15	18		45,4	0,0454	11,90	12,00	11,80	12,00	0
4-10-2011	1:20	18,1	180,0	47,84	0,04784	12,40	12,60	12,30	12,50	0
4-10-2011	1:25	18		51,12	0,05112	12,10	12,20	12,00	12,10	0
4-10-2011	1:30	17,9	163,6	54,06	0,05406	12,00	12,10	11,90	12,00	0
4-10-2011	1:35	17,8		56,8	0,0568	11,90	11,93	11,89	11,92	0
4-10-2011	1:40	17,8	163,6	59,96	0,05996	11,80	11,90	11,70	11,80	0
4-10-2011	1:45	17,8		63,08	0,06308	12,20	12,30	12,20	12,22	0
4-10-2011	1:50	17,8	163,6	66,4	0,0664	12,20	12,30	12,30	12,40	0
avg		18,1	175,5			12,2	12,4	12,1	12,3	
rsd		0,26	7,64			0,34	0,44	0,35	0,40	
rsd (%)		1,4	4,4			2,8	3,6	2,9	3,3	
					0,000115395 m ²					
					langstroomsnelheid 4,87603E-05 m ³ /s					
					langstroomsnelheid 0,422551502 m/s					

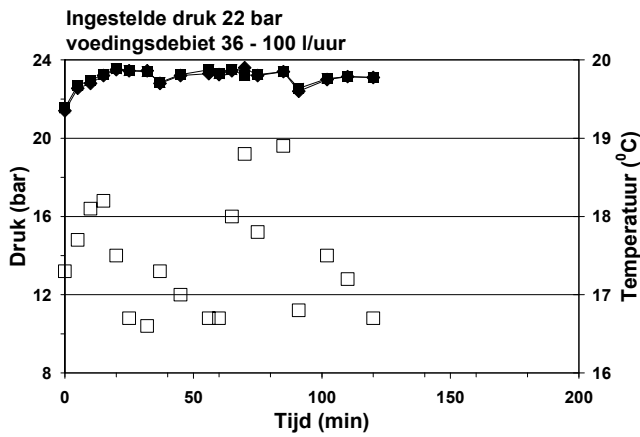
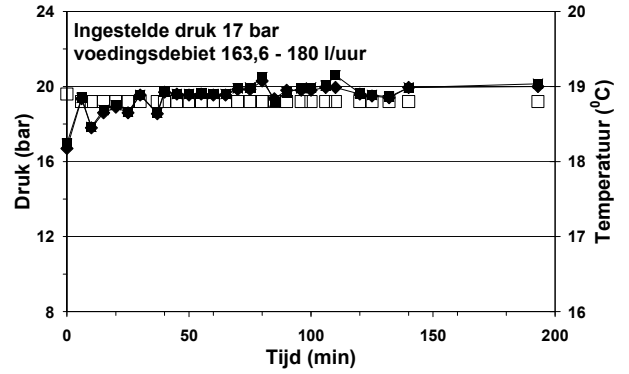
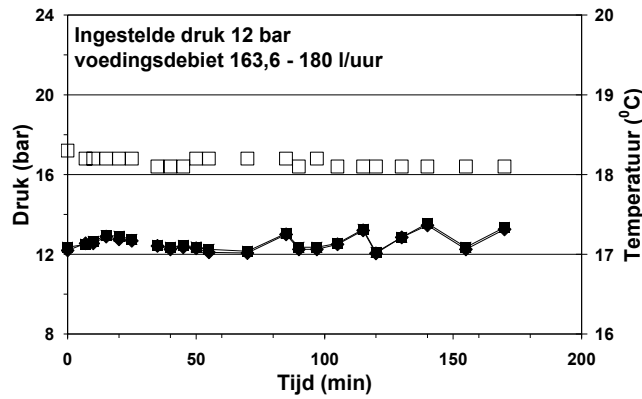
Glycerol, 17 bar

Datum	tijd hh:mm	T f °C	Q f l/uur	Q p (gemeten met balans)			P f min bar	max bar	P c min bar	max bar	P p bar
				ml	l	l/uur					
4-10-2011	0:00	19,5	180,0	0	0		16,70	16,90	16,60	16,90	0
4-10-2011	0:05	19,3		3,64	0,00364	0,043680	17,70	17,90	17,60	17,90	0
4-10-2011	0:10	19,1	180,0	7,42	0,00742	0,044520	20,10	20,40	20,10	20,40	0
4-10-2011	0:15	19		12,3	0,0123	0,049200	20,50	20,70	20,40	20,60	0
4-10-2011	0:20	19	180,0	16,48	0,01648	0,049440	20,10	20,40	20,00	20,30	0
4-10-2011	0:25	18,9		20,7	0,0207	0,049680	20,40	20,70	20,40	20,60	0
4-10-2011	0:30	18,9	180,0	25,2	0,0252	0,050400	20,60	20,90	20,50	20,50	0
4-10-2011	0:35	18,9		29,84	0,02984	0,051154	20,40	20,70	20,40	20,60	0
4-10-2011	0:40	18,9	180,0	34,26	0,03426	0,051390	20,60	21,00	20,60	21,00	0
4-10-2011	0:50	18,9		43,7	0,0437	0,052440	20,20	20,50	20,10	20,40	0
4-10-2011	0:55	18,9	180,0	47,94	0,04794	0,052298	20,90	21,20	20,90	21,10	0
4-10-2011	1:00	18,9		52,68	0,05268	0,052680	20,60	21,00	20,60	21,00	0
4-10-2011	1:05	18,9		57,62	0,05762	0,053188	20,60	21,00	20,60	21,00	0
4-10-2011	1:10	18,9	180,0	62,96	0,06296	0,053966	20,80	21,20	20,80	21,10	0
avg		19,0	180,0				20,0	20,3	20,0	20,2	
rsd		0,18	-				1,23	1,28	1,26	1,25	
rsd (%)		1,0	0,0				6,2	6,3	6,3	6,2	
					0,000115 m ²						
				langstroomsnelheid	0,00005	m ³ /s					
				langstroomsnelheid	0,433294	m/s					

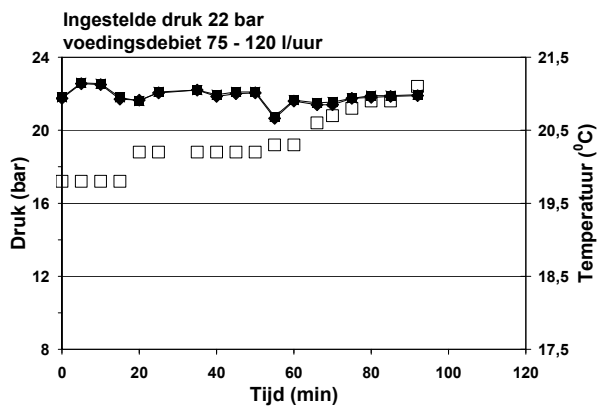
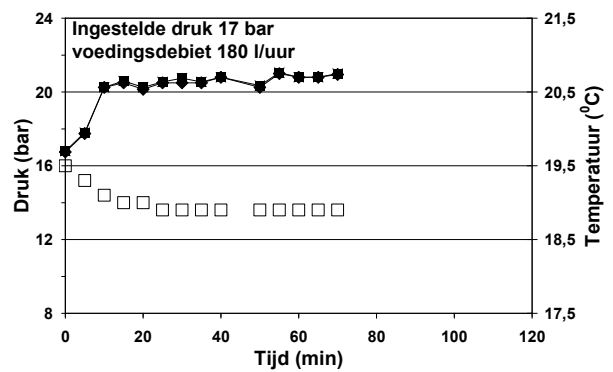
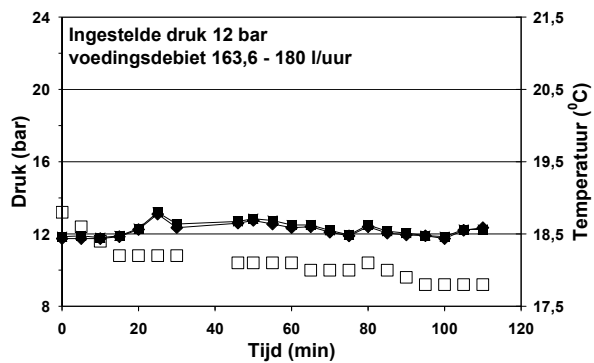
Glycerol, 22 bar

Datum	tijd hh:mm	T f °C	Q f l/uur	Q p (gemeten met balans)			P f min bar	max bar	P c min bar	max bar	P p bar
				ml	l	l/uur					
4-10-2011	0:00	19,8	75,0	0	0		21,60	22,00	21,50	22,00	0
4-10-2011	0:05	19,8		3,44	0,00344	0,04128	22,30	22,90	22,30	22,80	0
4-10-2011	0:10	19,8		6,48	0,00648	0,03888	22,30	22,80	22,20	22,80	0
4-10-2011	0:15	19,8		9,44	0,00944	0,03776	21,60	22,00	21,40	22,00	0
4-10-2011	0:20	20,2	90,0	12,78	0,01278	0,03834	21,20	22,00	21,30	22,00	0
4-10-2011	0:25	20,2	112,5	16	0,016	0,0384	21,90	22,30	21,90	22,20	0
4-10-2011	0:35	20,2	120,0	22,26	0,02226	0,03816	22,00	22,40	22,00	22,40	0
4-10-2011	0:40	20,2		25,6	0,0256	0,0384	21,80	22,10	21,70	22,00	0
4-10-2011	0:45	20,2	120,0	29,04	0,02904	0,03872	22,00	22,20	21,90	22,10	0
4-10-2011	0:50	20,2		32,52	0,03252	0,039024	22,00	22,20	21,90	22,20	0
4-10-2011	0:55	20,3		36,3	0,0363	0,0396	20,60	20,90	20,50	20,80	0
4-10-2011	1:00	20,3	112,5	40	0,04	0,04	21,40	21,90	21,30	21,90	0
4-10-2011	1:06	20,6		44,54	0,04454	0,0404909	21,40	21,60	21,20	21,60	0
4-10-2011	1:10	20,7	105,9	48,14	0,04814	0,0412629	21,30	21,80	21,10	21,70	0
4-10-2011	1:15	20,8		51,94	0,05194	0,041552	21,50	22,00	21,60	21,90	0
4-10-2011	1:20	20,9		55,74	0,05574	0,041805	21,80	22,00	21,60	22,00	0
4-10-2011	1:25	20,9	90,0	59,72	0,05972	0,0421553	21,80	22,00	21,70	22,00	0
4-10-2011	1:32	21,1	90,0	65,76	0,06576	0,042887	21,90	22,00	21,70	22,10	0
avg		20,3	101,8				21,7	22,1	21,6	22,0	
rsd		0,41	15,98				0,42	0,43	0,43	0,44	
rsd (%)		2,0	15,7				1,9	1,9	2,0	2,0	
					0,0001154 m ²						
				langstroomsnelheid	2,8268E-05	m ³ /s					
				langstroomsnelheid	0,24496706	m/s					

VI Proces en prestatie parameters retentietesten



Figuur VI-1 Proces parameters retentie testen $MgSO_4(0,1M)$ duurtest (■) druk (bar)voedingszijde, (◆) druk (bar) concentraat zijde, (□) temperatuur (°C)



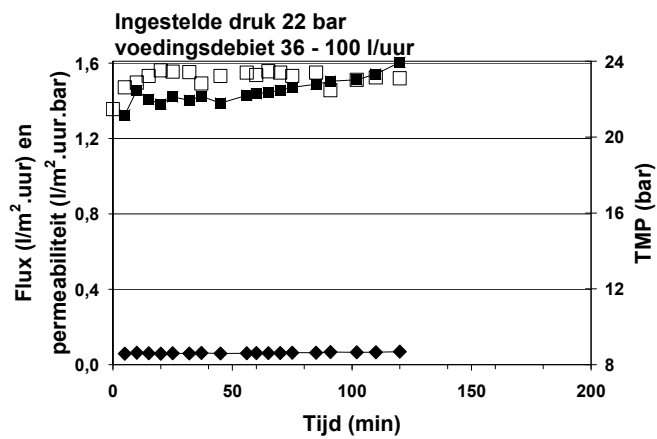
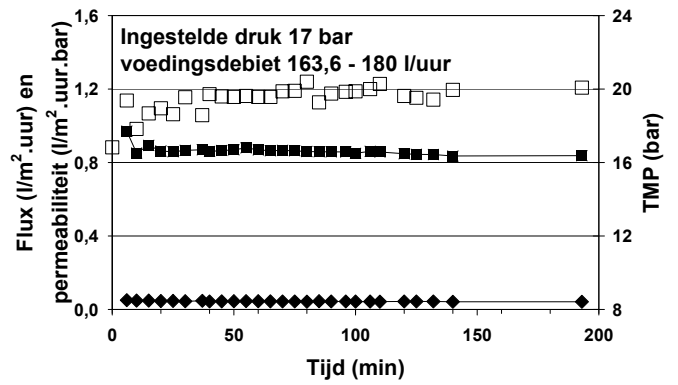
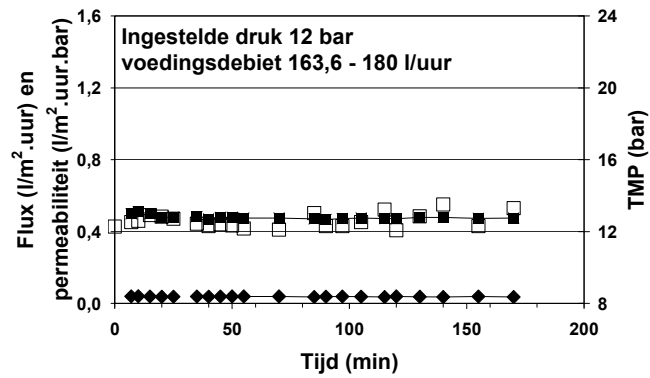
Figuur VI-2 Proces parameters retentie testen Glycerol (20 mg C/l) duurttest (■) druk (bar)voedingszijde, (◆) druk (bar) concentraat zijde, (□) temperatuur (°C)

Tabel VI-1 Gemiddelde procesparameters retentie testen

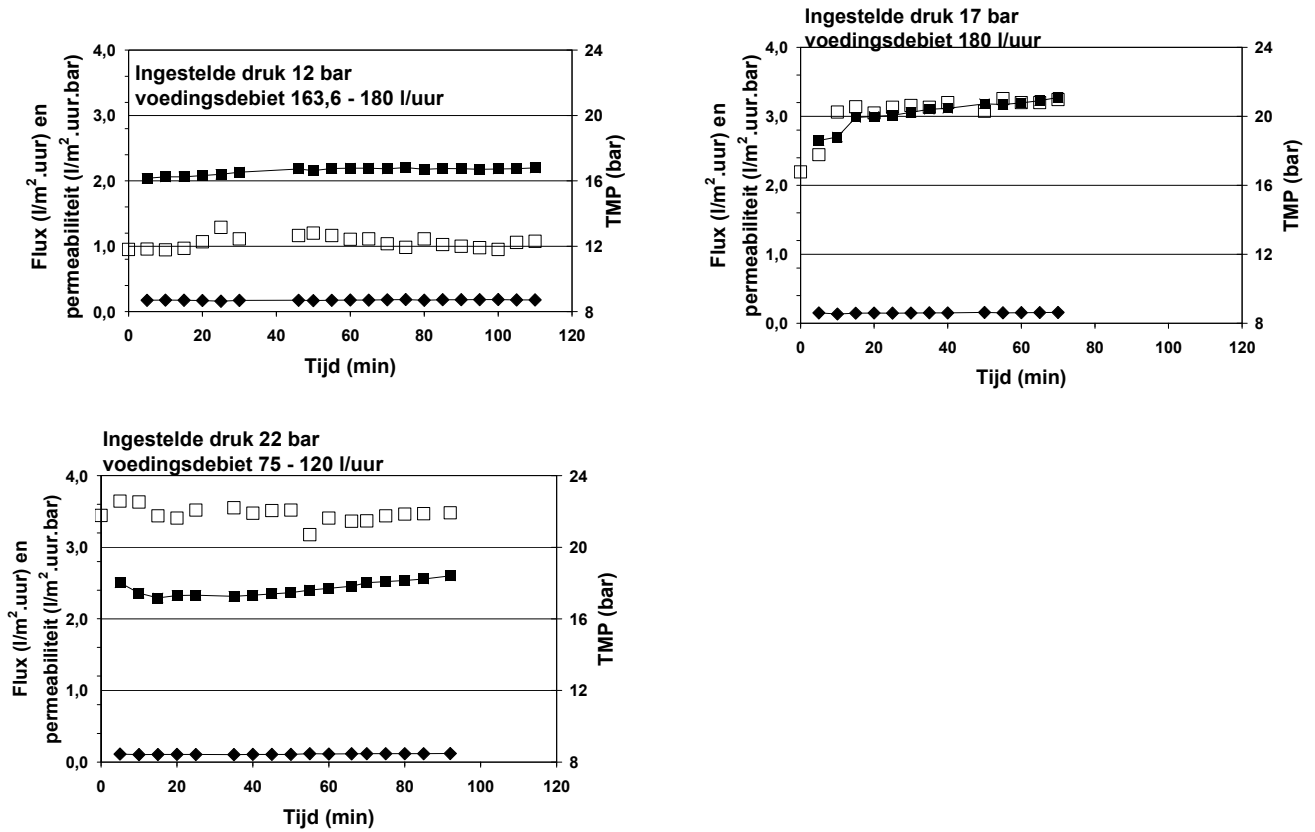
Test*	ingestelde druk	runtime	T_v		Q_v		langstroom snelheid	P_v		P_c	
			std	°C	std	l/uur		bar	bar	bar	bar
	bar	min	°C	°C	l/uur	l/uur	m/s	bar	bar	bar	bar
5	12	170	18,2	0,1	170	6,8	0,41	12,6	0,4	12,6	0,4
6	17	193	18,8	0,02	171,6	5,2	0,41	19,5	0,8	19,4	0,8
7	22	120	17,4	0,7	68	45,3	0,16	23,1	0,5	23,1	0,5
8	12	110	18,1	0,3	175,5	7,7	0,42	12,3	0,4	12,2	0,4
9	17	70	19	0,2	180	0	0,43	20,2	1,3	20,1	1,3
10	22	92	20,3	0,4	101,8	16,0	0,24	21,9	0,4	21,8	0,4

* Test 5 – 7: 0,1M MgSO₄ in gefiltreerd (1 µm) Nieuwegeins drinkwater

Test 8 – 10: Glycerol (20 mg C/l) in Demiwater



Figuur VI-3 Prestatie parameters retentie testen $MgSO_4(0,1M)$ (■) Flux ($l/m^2.uur$), (◆) Permeabiliteit ($l/m^2.uur.bar$), (□) TMP (bar)



Figuur VI-4 Prestatie parameters retentie testen glycerol (20 mg C/l) (■) Flux (l/m².uur), (◆) Permeabiliteit (l/m².uur.bar), (□) TMP (bar)

VII Resultaten + berekening retentie MgSO₄ en glycerol

Tabel VII-1 Retentie MgSO₄ en glycerol

Test ¹	MgSO ₄		glycerol		Retentie		absolute fout ²
	voeding	permeaat	voeding	permeaat	MgSO ₄	glycerol	
	mg Mg/l	mg Mg/l	mg C/l	mg C/l	%	%	
5	2240	1770			21,0		9
6	2278	1890			17,0		9
7	2298	1895			17,5		9
8			22,0	10,2		53,3	7
9			21,0	9,9		52,9	7
10			21,0	11,4		45,7	8

¹ Test 5 – 7: 0,1M MgSO₄ in gefiltreerd (1 µm) Nieuwegeins drinkwater

Test 8 – 10: Glycerol (20 mg C/l) in Demiwater

² Uitgaande van een 5% meetfout in de MgSO₄ en glycerol bepaling

