

Schlussbericht 2006 bis 2008

„Entwicklung eines Schwebstofffilters mit gleichnamig zu den Schwebstoffen geladenen Filtermitteln“

Förderkennzeichen: 2645

Betreuer: Prof. Dr.-Ing. habil. Valko Mavrov
Doktorand: Dipl.-Ing. Miriam Sartor
MSc. Markus Mohrdieck

Lehrstuhl für Prozesstechnik - Universität des Saarlandes

1 Einleitung

Die Funktionsfähigkeit eines neuartigen Ansatzes der Trenntechnik (Nutzung des elektrokinetischen Potentials zwischen Filtermittel und abzutrennenden Partikeln), wurde mittels Laborversuchen in einer Anwendung der Lebensmitteltechnik untersucht. Das Filtrationsprinzip beruht darauf, dass abzutrennende Partikel und Filtermittel eine gleichnamige Oberflächenladung haben. Eine Adsorption der Partikel an der Oberfläche des Filtermittels wird durch die elektrokinetische Repulsion verringert. Da die abzutrennenden Partikel nicht mehr direkt an der Oberfläche des Schüttbetts adsorbiert, sondern in das Schüttbett hinein transportiert werden [18], wird eine Tiefenfiltration ermöglicht. Außerdem können sie beim Rückspülen sehr leicht vom Filtermittel abgewaschen und bei Bedarf in den Prozess zurückgeführt werden [18], [21].

Ziel des ersten Teilprojektes war die Ermittlung der für die Filtration optimal geeigneten Filtermittel sowie deren optimale mittlere Korngröße. Als Applikationsbeispiel aus dem Bereich der Lebensmittelverfahrenstechnik diente die Klarfiltration von Bier.

Ziel des zweiten Teilprojektes waren Untersuchungen im Bereich der biotechnologischen Anwendung zur Separation von Mikroorganismen und Produkt am Beispiel der Abtrennung von *Pseudomonas fluorescens* (biotechnologischer Mikroorganismus, wurde anstelle des in der Produktion eigentlich eingesetzten Organismus *ps. Aeruginosa* verwendet) vom Produkt (Rhamnolipid).

2 Elektrokinetische Wechselwirkungen bei der Filtration

Die traditionelle Filtrertechnik beschränkt sich bei der Betrachtung von Filtrationsprozessen in erster Linie auf die Kontrolle von Filtrationsgeschwindigkeit und -druck sowie die Porengröße des Schüttbetts, dessen Höhe und Porosität. Die chemischen Eigenschaften der Trübe werden in der Regel nicht kontrolliert. Eine Überwachung der chemischen Trübeeigenschaften wird zur Optimierung des Filtrationsverlaufes nur dann genutzt, wenn die Filtration durch Adsorptionseffekte oder Flockungsvorgänge verbessert werden kann. Hier wird teilweise auch die Auswirkung des Zetapotentials der suspendierten Partikel zur Unterstützung der Adsorption diskutiert, [17], [18], [19], [20].

2.1 Wechselwirkungen zwischen Oberflächen und Partikeln

Die Adsorption von in Suspensionen enthaltenen Partikeln an Oberflächen wird durch verschiedene Kräfte verursacht. Bei den vorwiegend auftretenden Arten von Haftkräften handelt es sich um [1], [6], [16], [18]:

- Molekülbindungskräfte (vor allem Wasserstoffbrückenbindungen) und
- Dispersionskräfte (Van-der-Waals- und elektrostatische Kräfte).

Die gängigste Theorie zur Beschreibung von Anhaftungen suspendierter Partikel auf Oberflächen ist die nach Derjaguin-Landau-Verwey und Overbeek (DLVO-Theorie) [5], [15], die auch zur Beschreibung von Zelladhäsion geeignet [3] ist. Im Speziellen können mit der DLVO-Theorie die Wechselwirkungen zwischen Oberflächen und Mikroorganismen und damit die natürliche Besiedlung von Oberflächen durch Mikroorganismen erklärt werden [4], [13].

Bei der Übertragung der DLVO-Theorie auf die Filtration konnte in verschiedenen Untersuchungen gezeigt werden, dass sie nicht für die Beschreibung der Wechselwirkungen zwischen Filtermittel und suspendierten, kolloidalen Partikeln im Filter herangezogen werden kann [10], [12]. Damit gibt es keinen allgemeingültigen Ansatz zur Beschreibung der elektrokinetischen Wechselwirkungen in einem Filter.

2.2 Beschreibung der elektrokinetischen Wechselwirkungen im Filter

Die konventionellen Filtergleichungen und auch deren Weiterentwicklungen betrachten den Transport des Fluids durch die Schüttung, ohne auf die chemischen bzw. elektrochemischen Vorgänge an den Grenzflächen des Filters einzugehen. Teilweise werden in diesen Filtergleichungen der Antransport des abzuschheidenden Partikels an das Filtermittel sowie dessen vorwiegend durch Adsorption induzierte Anlagerung näher betrachtet. Werden die elektrokinetischen Wechselwirkungen zur Beschreibung von Antransport und Anlagerungsmechanismen herangezogen, so ergibt sich, dass die elektrokinetischen Kräfte als Wirkmechanismus

- beim Antransport nur eine untergeordnete Rolle spielen.
- bei der Partikelanlagerung die Verbindung zwischen Partikel und Oberfläche verstärken oder abschwächen können [18].

3 Charakterisierung der Filtermittel

Der Schwerpunkt des ersten Teilprojektes lag auf der Charakterisierung geeigneter organischer und anorganischer Materialien als inertes, regenerierbares Filtermittel für den Einsatz im elektrokinetisch optimierten, selektiven Schüttbett. Exemplarisch werden im Folgenden die Charakterisierungsergebnisse zweier Filtermittel mit überwiegend positivem Zetapotential und zweier mit überwiegend negativem Zetapotential vorgestellt.

- Organische Materialien: Ionenaustauscher, deren organische Grundstruktur als Filtermittel dient. Dabei wird ausgenutzt, dass das Grundgerüst eines Kationenaustauschers negativ und das eines Anionenaustauschers positiv geladen ist, [8], [14].
- Anorganische Materialien: Naturstoffe wie Siliziumoxidverbindungen und Metalloxide.

Für die Charakterisierung werden folgende Eigenschaften herangezogen:

- Zetapotentiale über den pH-Bereich nach unterschiedlicher Konditionierung der Filtermittel, s. Tabelle 1,
- allgemeine physikalische und chemische Eigenschaften (z.B. Dichte, pH-Stabilität, Temperaturstabilität), s. Tabelle 2,
- Partikelgrößenverteilung, Tabelle 3.

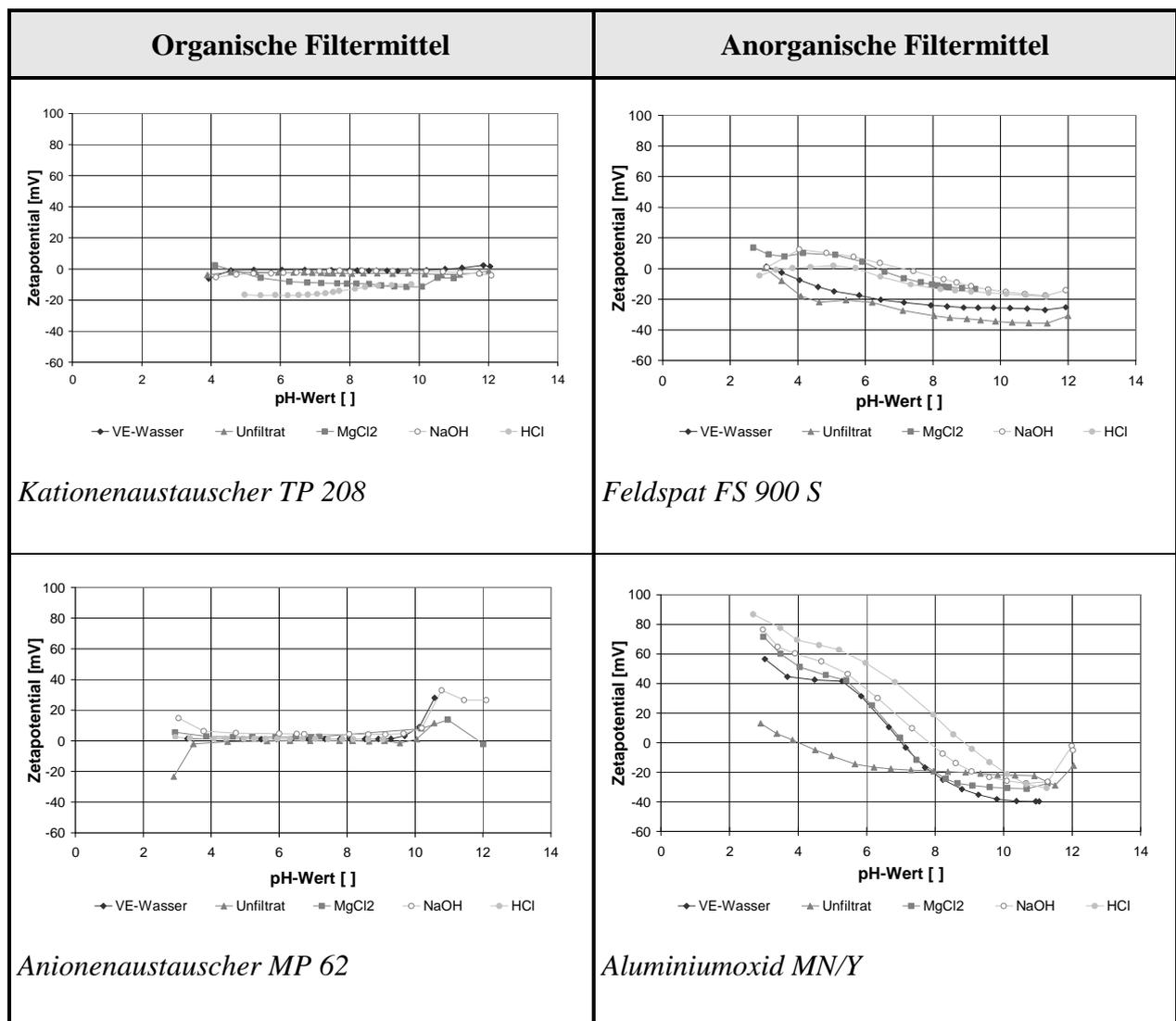
Das elektrokinetische Potential (Zetapotential) wird als Strömungspotential über den pH-Bereich von pH 3 bis pH 10 bestimmt. Die Messungen erfolgen an den Filtermitteln, nachdem sie je 24 h – zur Einstellung eines stationären Zustandes – konditioniert wurden. Verwendet wurden:

- VE-Wasser (mit KCl als monovalente Ionenlösung)
- Magnesiumchlorid (als bivalente Ionenlösung)
- unfiltriertes Bier, Unfiltrat (als komplexes, reales Medium)
- Natronlauge (als Reinigungsmedium)
- Salzsäure (als Reinigungsmedium).

Der Verlauf des Zetapotentials (Tabelle 1) der

- organischen Filtermittel ist über den gesamten pH-Bereich sehr konstant. Der Verlauf des Kationenaustauschers TP 208 liegt stets im schwach negativen Bereich bei -3 bis -10 mV, während sich der Anionenaustauscher MP 62 stets im positiven Bereich bei +2 bis +7 mV liegt. Bei der Reinigung mit HCl verschiebt sich das Zetapotential des Kationenaustauschers im pH-Bereich von 5 bis 8 um etwa 15 mV in den negativeren Bereich. Die Konditionierung mit NaOH hat keinen Einfluss auf den Verlauf seines Zetapotentials. Der Verlauf des Zetapotentials verändert sich bei dem Anionenaustauscher durch die Reinigung und Konditionierung hingegen nicht.
- anorganischen Filtermitteln verläuft das Zetapotential des Feldspates FS 900 S bei der VE-Wasserspülung und nach der Spülung mit unfiltriertem Bier jenseits von pH 3 im negativen Bereich. Der isoelektrische Punkt liegt hier bei ca. pH 3,2. Nach der Spülung mit der ionenhaltigen Lösung bzw. den Reinigern ist die Kurve etwas nach oben verschoben, so dass der isoelektrische pH-Wert etwa $\text{pH}_{\text{ieP}} = 6$ beträgt. Das Aluminiumoxid MN/Y beschreibt in seinem Zetapotentialverlauf eine leichte S-Kurve über den pH-Bereich. Den höchsten positiven Wert hat das Aluminiumoxid bei einem pH von 3 mit einem Zetapotential von +60 mV. Der isoelektrische Punkt befindet sich bei $\text{pH}_{\text{ieP}} = 6,5$ bis 8,5, dies entspricht dem typischen isoelektrischen Punkt von Aluminiumoxiden [2]. Bei pH 10 wird beim Aluminiumoxid mit -40 mV das negativste Zetapotential gemessen, danach steigt der Wert wieder, wobei anzunehmen ist, dass das Aluminiumoxid in diesen pH-Bereichen bereits beginnt, sich chemisch zu zersetzen. Während der Kurvenverlauf durch die Spülungen in MgCl_2 und den Reinigungslösungen nur unwesentlich verschoben wird, verursacht die Spülung mit Unfiltrat bei pH-Werten $< \text{pH } 8$ eine deutliche Verschiebung des Zetapotentials in den negativen Bereich.

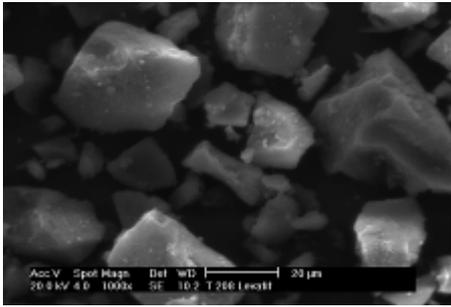
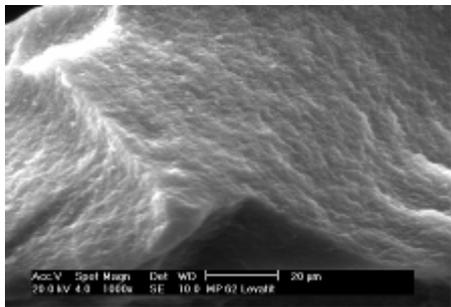
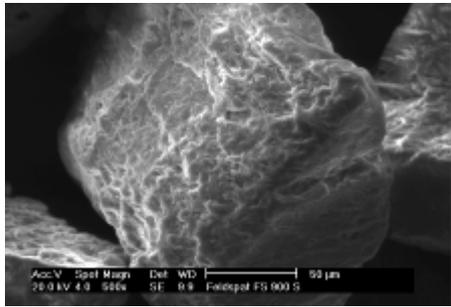
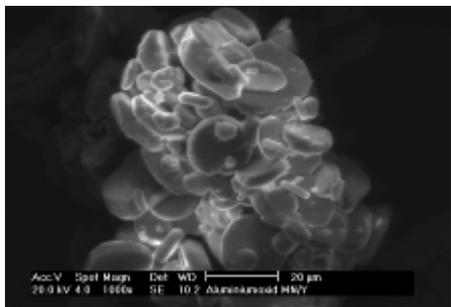
Tabelle 1: Zetapotentiale der Filtermittel über den pH-Bereich



Bei den allgemeinen physikalisch-chemischen Eigenschaften sind vor allem die spezifische Oberfläche und die Oberflächenstruktur von Bedeutung. Auf den REM-Aufnahmen (Tabelle 2, [11]) ist gut zu erkennen, dass die Oberflächen aller Filtermittel verhältnismäßig glatt sind. Bei den organischen Filtermitteln kann eine große spezifische Oberfläche gemessen werden, so dass gegebenenfalls viele Stoffe adsorbiert werden können. Trotzdem liegt die spezifische Oberfläche ca. 10fach niedriger als die einer handelsüblichen Aktivkohle zur Wasserreinigung aber mit einer spezifischen Oberfläche von ca. 600 bis 1500 m²/g trotzdem höher als die einer durchschnittlichen Kieselgur mit 1 bis 2 m²/g. Bei den beiden anorganischen Filtermitteln ist die spezifische Oberfläche sehr klein, ca. 10fach niedriger als die einer durchschnittlichen Feinkieselgur mit 5 bis 10 m²/g. So bieten sie für die suspendierten Partikel kaum Möglichkeiten in die Makroporen einzudringen, auch können nur wenige Moleküle in den Meso- und Mikroporen adsorbiert werden.

Die Dichte der Ionenaustauscher ist aufgrund ihrer Polystyrolunterstruktur nahe der des Wassers, weshalb vermutet wird, dass diese Filtermittel in Wasser leicht aufschwimmen werden. Da sich ihre Dichte nur geringfügig von der der Mikroorganismen unterscheidet, sind sie außerdem für eine in-situ-Reinigung nicht geeignet.

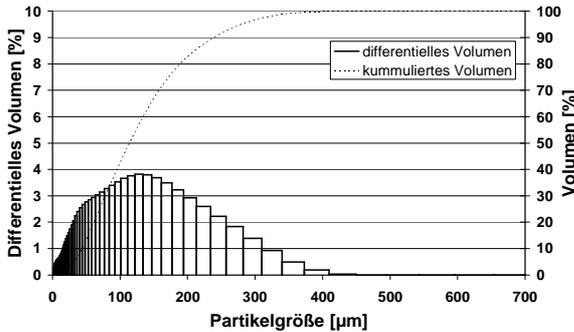
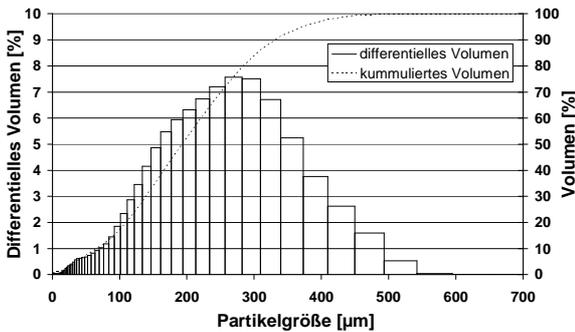
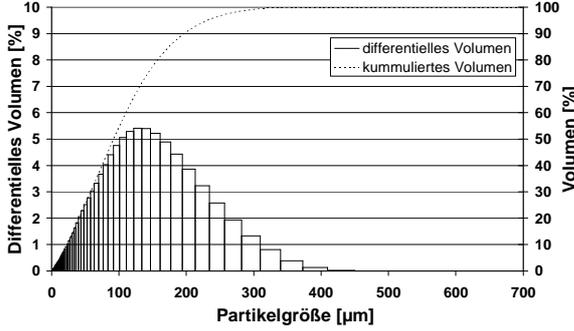
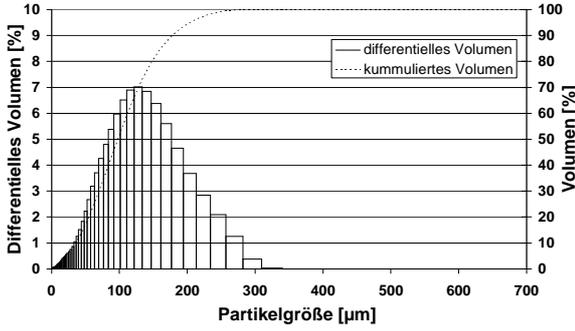
Tabelle 2: Allgemeine Charakterisierung der organischen und anorganischen Filtermittel

Kationenaustauscher TP 208		
Farbe:	beige	
Rieselfähigkeit:	mittel	
Mittlere Partikelgröße [µm]:	100 - 130	
Dichte [g/cm³]:	1,17	
Schüttdichte (trocken) [g/cm³]:	0,58	
Spez. Oberfläche [m²/g]:	13,1	
pH-Stabilität:	0 – 14	
Temperaturstabilität:	max. 120°C	
Anionenaustauscher MP 62		
Farbe:	weiß-hellgrau	
Rieselfähigkeit:	mittel	
Mittlere Partikelgröße [µm]:	100 - 120	
Dichte [g/cm³]:	1,02	
Schüttdichte (trocken) [g/cm³]:	0,40	
Spez. Oberfläche [m²/g]:	39,4	
pH-Stabilität:	0 – 14	
Temperaturstabilität:	max. 120°C	
Feldspat FS 900 S		
Farbe:	beige	
Rieselfähigkeit:	gut	
Mittlere Partikelgröße [µm]:	150 - 200	
Dichte [g/cm³]:	2,6	
Schüttdichte (trocken) [g/cm³]:	1,3	
Spez. Oberfläche [m²/g]:	0,39	
pH-Stabilität:	0 – 14	
Temperaturstabilität:	> 1000°C	
Aluminiumoxid MN/Y		
Farbe:	weiß	
Rieselfähigkeit:	gut	
Mittlere Partikelgröße [µm]:	110 - 120	
Dichte [g/cm³]:	3,98	
Schüttdichte (trocken) [g/cm³]:	0,90	
Spez. Oberfläche [m²/g]:	0,2	
pH-Stabilität:	0 – 11	
Temperaturstabilität:	> 1000°C	

Abschließend dient die Bestimmung von Partikelgrößenverteilung und Durchlässigkeit des aus dem Filtermittel gebildeten Schüttbetts der Charakterisierung des Schüttbetts. Die mittlere Partikelgröße beträgt zwischen 90 und 200 µm (vgl. Tabelle 3). Die Filtermittel mit

negativem Zetapotential zeigen eine um Faktor 100 geringere Durchlässigkeit als die Filtermittel mit positivem Zetapotential.

Tabelle 3: Charakterisierung der Filtermittelschüttung (Partikelgrößenverteilung, Porosität und k_f -Wert der Filtermittel)

Organische Filtermittel	Anorganische Filtermittel
 <p>Porosität des Schüttbetts [%]: 30 % k_f-Wert [m/s]: $4,6 \cdot 10^{-4}$</p> <p><i>Kationenaustauscher TP 208</i></p>	 <p>Porosität des Schüttbetts [%]: 34 % k_f-Wert [m/s]: $9,3 \cdot 10^{-4}$</p> <p><i>Feldspat FS 900 S</i></p>
 <p>Porosität des Schüttbetts [%]: nicht bestimmbar k_f-Wert [m/s]: $1,15 \cdot 10^{-1}$</p> <p><i>Anionenaustauscher MP 62</i></p>	 <p>Porosität des Schüttbetts [%]: 30 % k_f-Wert [m/s]: $1,15 \cdot 10^{-2}$</p> <p><i>Aluminiumoxid MN/Y</i></p>

Im zweiten Teilprojekt lag der Schwerpunkt auf der Übertragung der neuen Technologie auf die Bioprozesstechnik. Als erster Schritt wurde auch hier die Eignung von Filterhilfsmittel untersucht, indem die Trenn- und Absorptionseigenschaften verschiedenen Materialien bestimmt wurden. Untersucht wurden folgende Materialien:

Filterhilfsmittel mit negativem Zetapotential

- Unterschiedliche Feldspate ((Ba, Ca, Na, K, NH₄)(Al, B, Si)₄O₈)
- Quarz (SiO₂)
- Siliziumcarbid (SiC)
- Glas

Filterhilfsmittel mit positivem Zetapotential

- Aluminiumoxid (Al₂O₃)

Zusätzlich zur Variation der Materialien wurden auch verschiedene Partikelgrößenfraktionen durch Siebung der Filterhilfsmittel hergestellt:

- F00: <math><50\mu\text{m}</math>
- F0: 50 – 100 μm
- F1: 100 – 150 μm
- F2: 150 – 200 μm

Die Abbildung 1 bis Abbildung 3 zeigen die Ergebnisse dieser Untersuchungen in Bezug auf das Zetapotential. Sowohl der Feldspat als auch die Siliziumverbindungen sind geeignet, nach dem beschriebenen Trennmechanismus als Filterhilfsmittel eingesetzt zu werden. Das Aluminiumoxid dagegen hat im pH-Bereich zwischen 5 und 6 ein sehr hohes positives Zetapotential und wird den Mikroorganismus bei der Filtration an der Oberfläche der Filterschüttung anlagern. In der Folge wird der Filter dann verblocken.

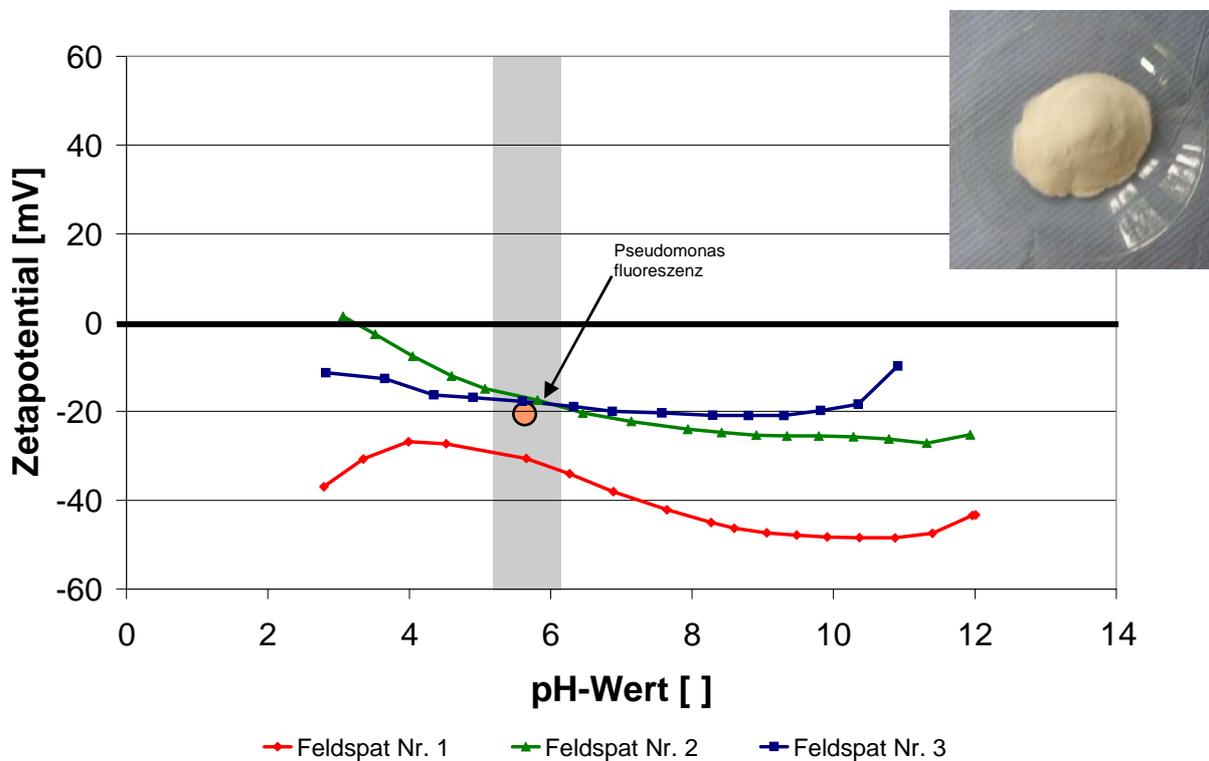


Abbildung 1: Zetapotentiale von verschiedenen Feldspaten

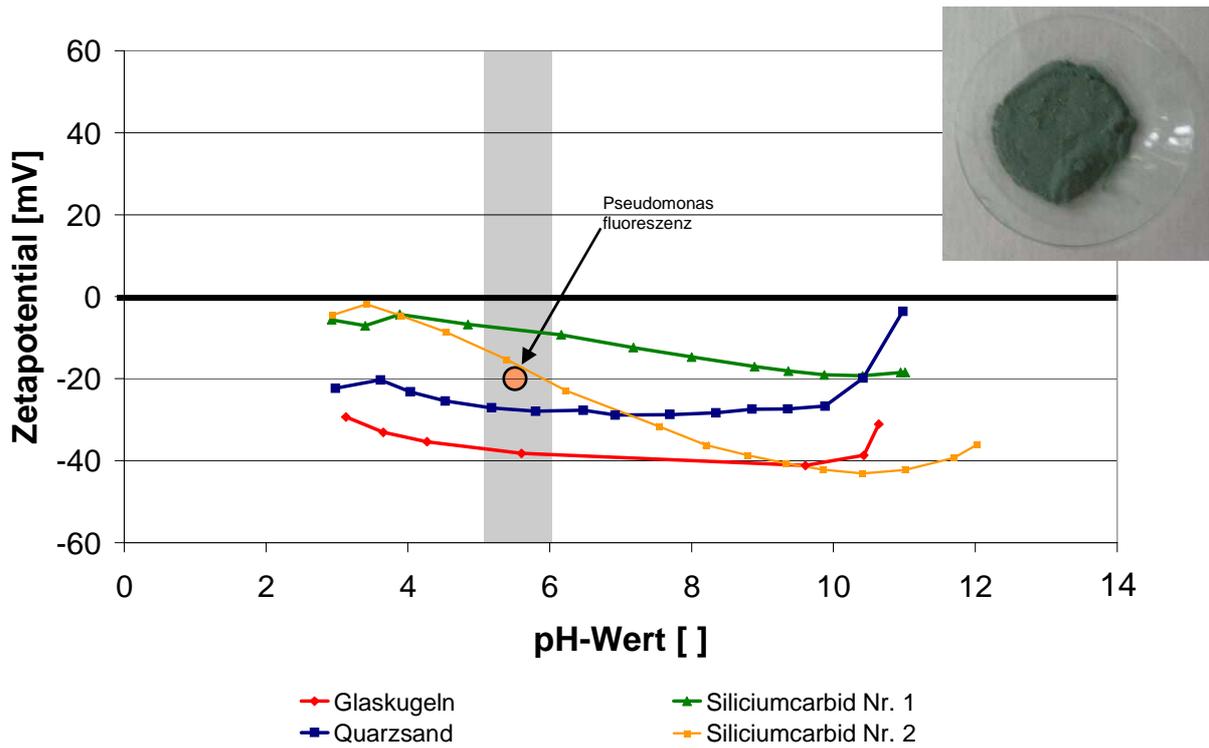


Abbildung 2: Zetapotentiale von verschiedenen Siliziumverbindungen

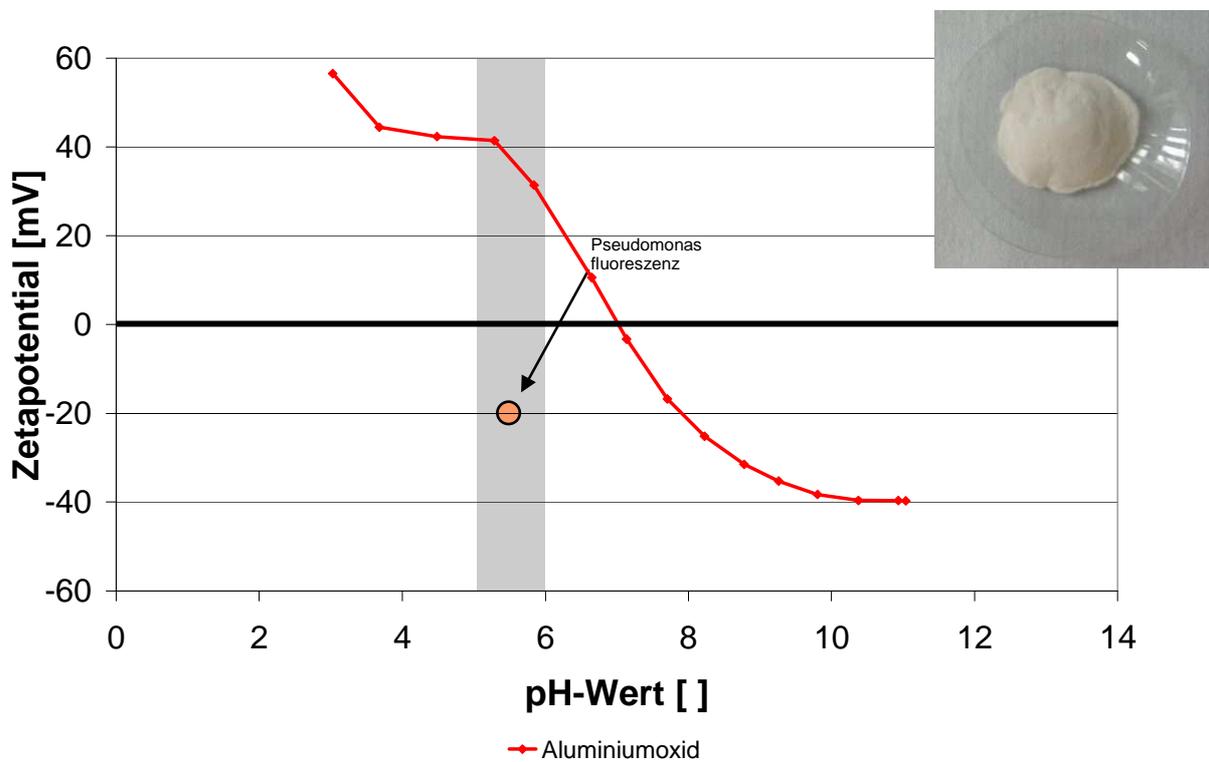


Abbildung 3: Zetapotential von Aluminiumoxid

4 Filtrationsversuche

Im ersten Teilprojekt wurde als Modelllösung Bier eingesetzt, bei dem die Hefeorganismen abgetrennt werden sollen. Um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten, kam filtriertes, unstabiliertes Bier, dem 0,1 w% an Hefe zugesetzt wird, zum Einsatz. Damit wird eine Trübung von $c_0 = 200$ EBC erhalten.

Für die Durchführung der Filtrationsversuche zur Untersuchung des Tiefenfilters mit elektrokinetisch optimiertem, selektivem Schüttbett wird ein Filtrationsteststand im bench-scale (Eigenbau) verwendet, dessen Fließbild Abbildung 4 zeigt. Die Filterkammer hat einen Durchmesser von 45 mm. Der Filtermittelrückhalt in der Messzelle erfolgt mit einer Sinterplatte aus CrNi-Stahl und einer Trenngrenze von $30\ \mu\text{m}$. In diese Filterkammer können beliebige Schüttbetthöhen zwischen 5 und 20 cm eingefüllt werden. Das Volumen der Filterkammer beträgt 0,4 l. In dieser Filterkammer kann ein Volumenstrom von ca. 0,35 bis 0,6 l/h filtriert werden.

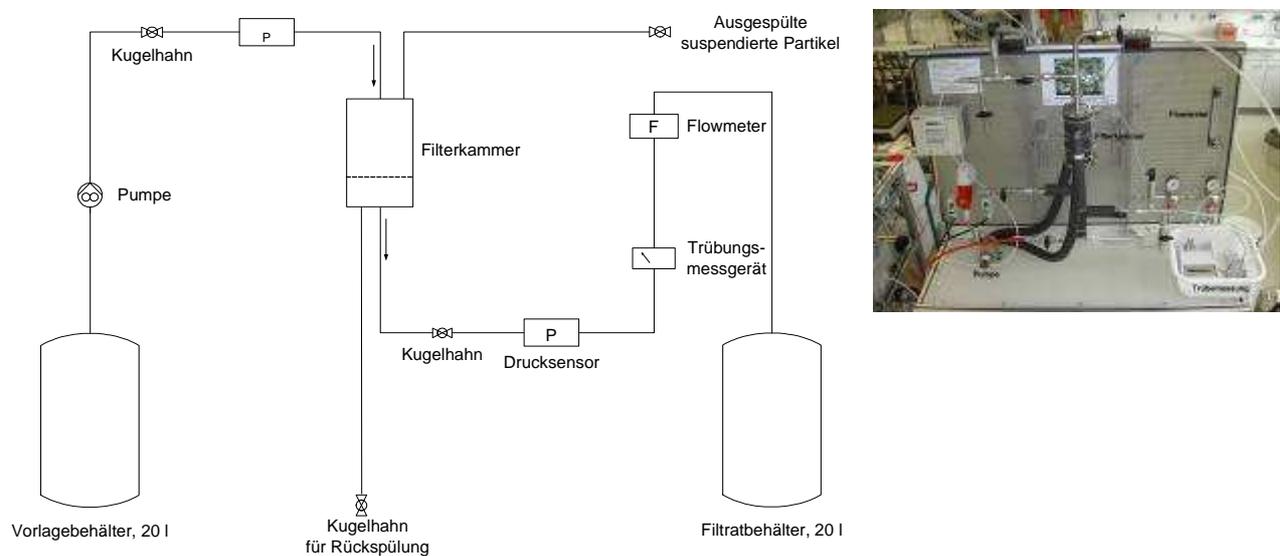


Abbildung 4: Trennung Bier/Hefe, Fließschema des Filtrationsteststandes (links), Foto des Teststands (rechts)

Das Zetapotential der im Modellunfiltrat eingesetzten Hefe *s. carlsbergensis* wurde anhand von Literaturdaten und durch eigene Messungen ermittelt und ist in Abbildung 5 zusammen mit der Hefe *s. cerevisiae*, die vor allem in obergärigen Bieren Verwendung findet, aufgetragen.

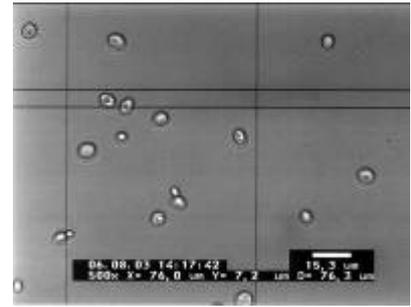
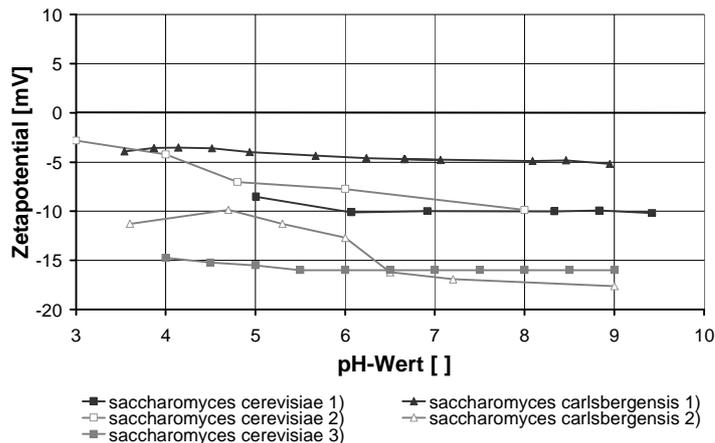


Abbildung 5 Zetapotentiale der *s. carlsbergensis* und der *s. cerevisiae*

1) EIGENE MESSUNG, 2) [7], 3) [17] (links),

Lichtmikroskopische Aufnahme der Hefezellen (rechts)

Entsprechend den Ergebnissen der Zetapotentialmessungen an den Hefen muss das gewählte Filtermittel ein negatives Zetapotential aufweisen. Nach den Beständigkeitsuntersuchungen und einigen Vorversuchen stellte sich heraus, dass nur das anorganische Filtermittel Feldspat FS 900 S die gewünschten Filtrationsergebnisse ermöglichte. Der Kationenaustauscher veränderte die organoleptischen Eigenschaften des Bieres. Die Untersuchungen zur optimalen Schüttbetthöhe und Fließgeschwindigkeit erfolgten daher nur an diesem Filtermittel mit einer Korngröße von 50 - 355 μm . Die Feinstfraktion ($< 50 \mu\text{m}$) wurde aus der Schütttschicht entfernt. Dadurch werden die Porenräume nicht von kleinen Partikeln verstopft und stehen für die Filtration zur Verfügung. Die Abhängigkeit der Filtrationsleistung von Schüttbetthöhe und Fließgeschwindigkeit zeigt Abbildung 6.

Die dunkelgrau hinterlegte Fläche hebt den Bereich hervor, in dem ein Rückhalt von $> 97,5 \%$ bei einer Druckdifferenz unter 0,9 bar möglich ist. Die hellgrau unterlegte Fläche zeigt den Bereich, in dem die Abtrennung der Hefen noch bis 85 % möglich ist. Der weiße Bereich kann mit dem Verfahren bei diesen Anforderungen nicht abgedeckt werden. Hier wird entweder die Filtrationsleistung durch einen geringeren Rückhalt von weniger als 75 - 85 % oder einen hohen Druckanstieg limitiert. Bei Filtergeschwindigkeiten über 0,35 m/h dominiert der hohe Druckanstieg die Filtration, da viele Hefezellen nicht mehr in das Schüttbett transportiert werden, sondern bereits an der Oberfläche des Schüttbetts zurückgehalten werden. Auf diese Weise wird eine Oberflächenfiltration begünstigt.

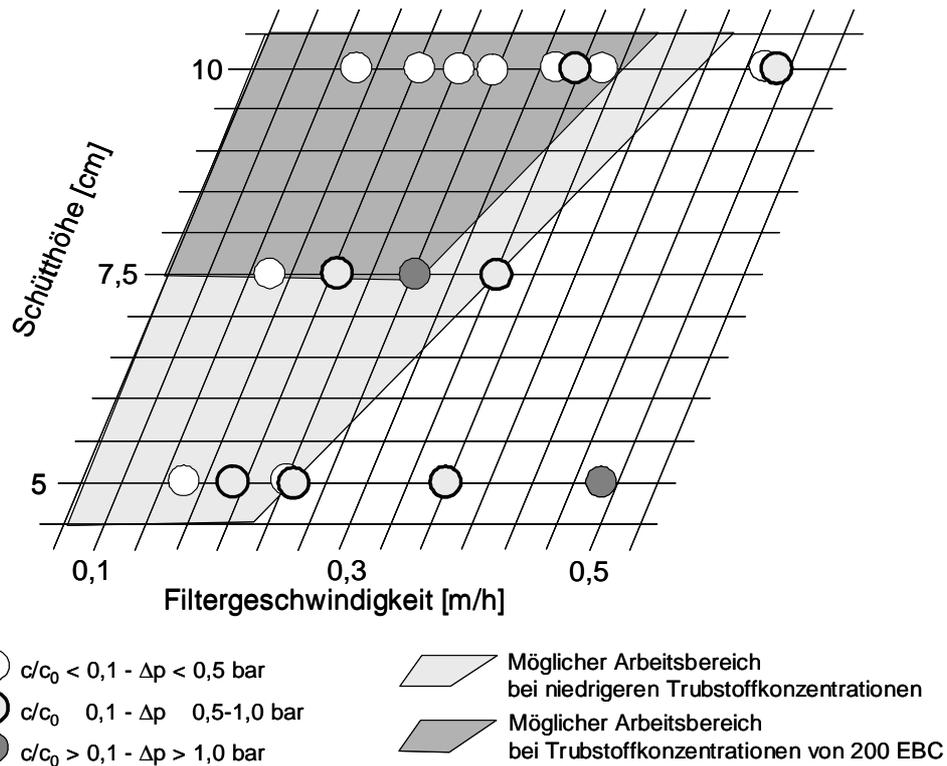


Abbildung 6: Abhängigkeit der Filtrationsleistung von Schütthöhe und Filtergeschwindigkeit

Im zweiten Teilprojekt stammt die zu filtrierende Suspension aus einem Bioreaktor in dem mit Hilfe des Mikroorganismus *ps. aeruginosa* (*Pseudomonas fluorescens* wurde als Modell für die Trennversuche verwendet) aus einer Öl in Wasser Emulsion ein Biotensid (Rhamnolipid) gewonnen wird. Das Schüttbett soll daher das Tensid möglichst vollständig passieren lassen, während der Mikroorganismus zurückgehalten wird.

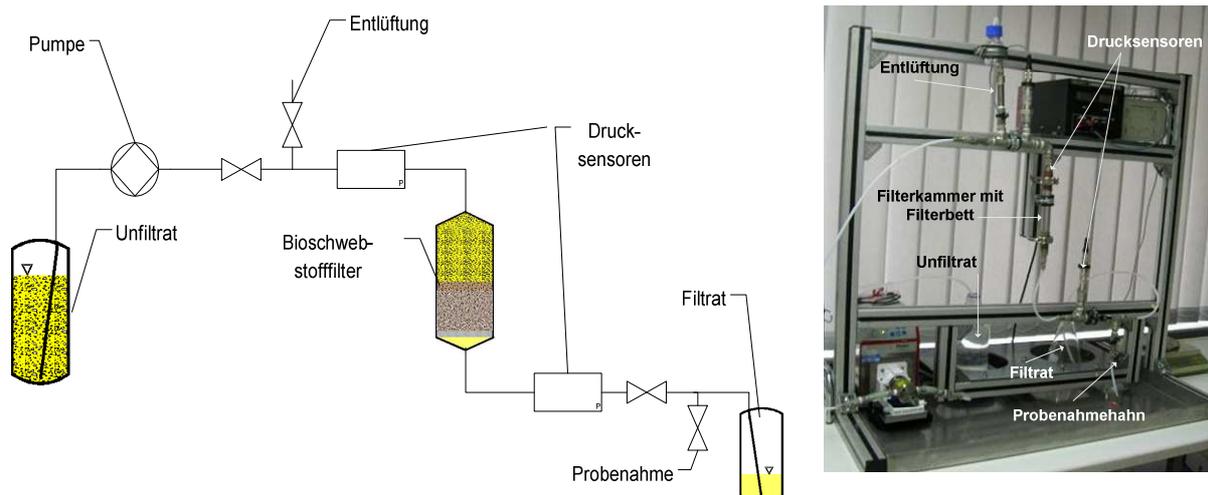


Abbildung 7: Trennung Rhamnolipid/*Pseudomonas fluorescens*, Fließschema des Filtrationsteststandes (links), Foto des Teststands (rechts)

Liegen die Tenside allein in wässrigen Lösungen vor, bilden sie abhängig von der Konzentration Mizellen in unterschiedlichen Formen. Obwohl das einzelne Molekül nicht mehr als ca. 1nm misst, bilden Rhamnolipide wie Abbildung 8 zeigt, Mizellen mit einer mittleren Größe von ca. 200 nm.

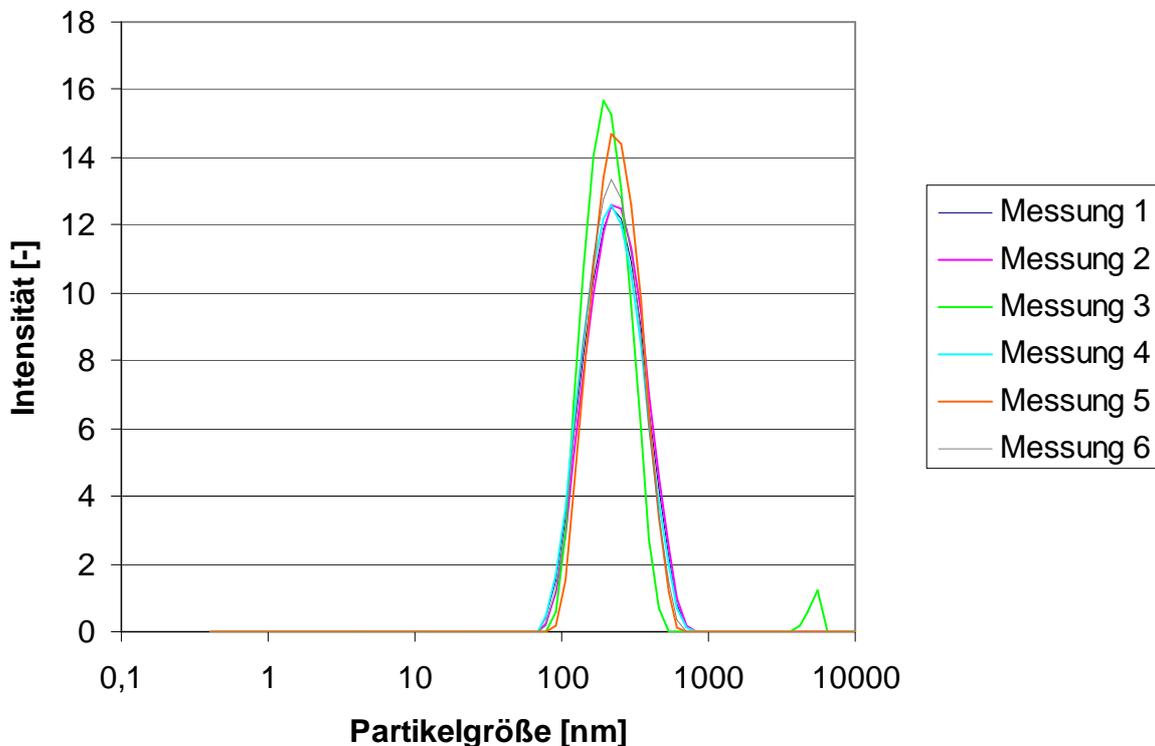


Abbildung 8: Mizellengröße der Rhamnolipide in wässrigen Lösungen

Damit liegen die Mizellen in einem Größenbereich, der die Grenze für den Rückhalt der Filterhilfsmittel charakterisiert. Ein Rückhalt könnte demnach sowohl durch Größenausschluss als auch durch adsorptive Effekte erfolgen. Im Filtrationsexperiment wurden 45 mg/l Tensid eingewogen und durch die Schüttbetten verschiedener Hilfsmittel gepumpt. Bedingt durch das Volumen des Filters wird eine zeitliche Verzögerung von ca. 45 Minuten erwartet. Die Ergebnisse in Abbildung 9 legen den Schluss nahe, dass ein Rückhalt für Rhamnolipid bei allen untersuchten Materialien weder durch Größenausschluss noch durch Adsorption erfolgt.

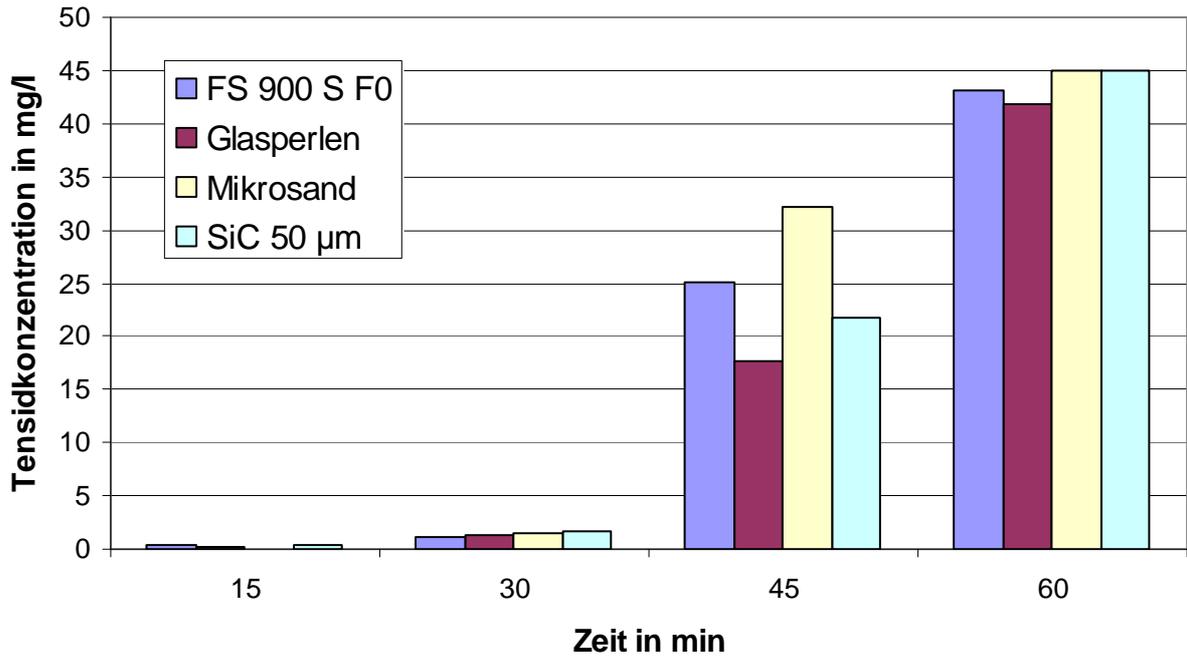


Abbildung 9: Rückhalt von Rhamnolipid durch die Filtration mit verschiedenen Hilfsmitteln

Im nächsten Schritt wurde der Rückhalt für den Mikroorganismus untersucht. Eine Suspension mit *Pseudomonas fluorescens* mit einer Bakterienzellenkonzentration von 20 g/l wurde angesetzt. Der Mikroorganismus hat eine längliche Form mit einer Breite von 0,5-0,9 µm und einer Länge von 1,5-5 µm. das Zetapotential liegt im Bereich von pH 5-6 bei -20 mV.

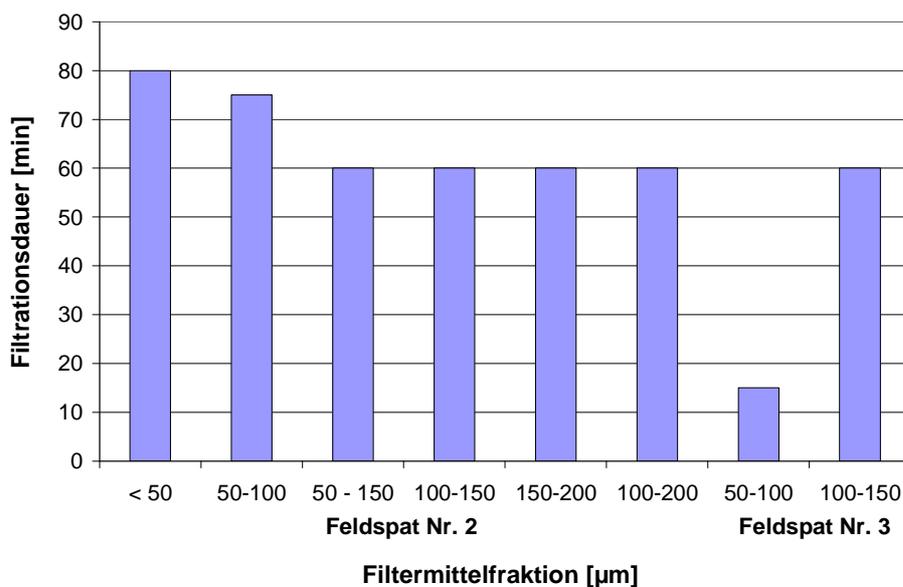


Abbildung 10: Durchbruchzeiten für *Pseudomonas fluorescens* bei unterschiedlichen Feldspaten

Um die unterschiedlichen Filterhilfsmittel zu vergleichen, wurde bei gleichen Bedingungen die Durchbruchzeit bestimmt. Als Durchbruch wurde dabei eine Konzentration des Mikroorganismus von $>2\%$ der ursprünglichen Konzentration bewertet. Abzüglich einer Totzeit von 45 bis 60 Minuten ergeben sich mögliche Filtrationszeiten von 0 bis max. 20 Minuten. Dieser Wert ist für einen technischen Prozess deutlich zu gering und auch deutlich schlechter als auf Grund der erzielten Ergebnisse bei der Filtration von Hefezellen zu erwarten war. Als möglicher Grund für den schlechten Rückhalt wurde die längliche Form des Organismus diskutiert.

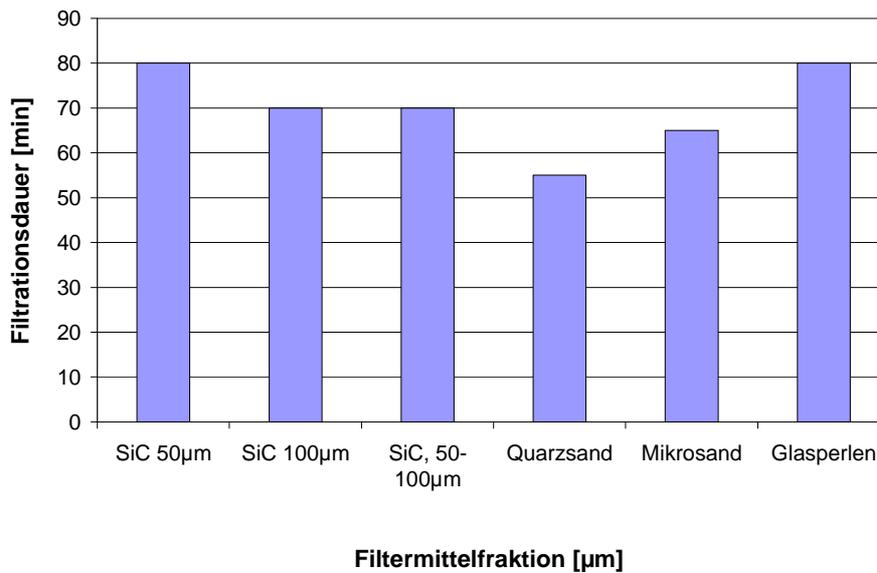


Abbildung 11: Durchbruchzeiten für *Pseudomonas fluorescens* bei unterschiedlichen Schüttungen aus Siliziumcarbid

5 Zusammenfassung der Ergebnisse

Die Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen mit Modellunfiltrat und auch mit realem Unfiltrat zeigen, dass das Verfahren prinzipiell für die Vorfiltration von Bier geeignet ist. In Versuchen konnten folgende Abhängigkeiten festgestellt werden:

- Bei einer Schütthöhe von $L = 10$ cm können Filtergeschwindigkeiten bis $v = 0,3$ m/h mit einer Trübereduktion von 97,5 % (< 5 EBC) erreicht werden.
 - Schütthöhen $L < 10$ cm bzw. $L < 7,5$ cm ermöglichen einen Trüberückhalt von 75 – 90 %, wobei sich die Kapazität des Schüttbetts und damit die Standzeiten des Filters gegenüber $L = 5$ cm überproportional erhöhen.
 - Fließgeschwindigkeiten von $v > 0,3$ m/h ermöglichen einen Trüberückhalt von 75 – 90 %.
 - Niedrige Schütthöhen ($L < 5$ cm) führen dazu, dass die Wahrscheinlichkeit, ein Trübstoffpartikel in einem Zwickel des Schüttbetts abzuscheiden, abnimmt. Das Filtrat ist stärker getrübt als bei größeren Schütthöhen.
 - ⇒ Eine Anpassung der Filterstandzeit kann daher über die Wahl der Schütthöhe erreicht werden.
 - Fließgeschwindigkeiten $v > 0,4$ m/h führen dazu, dass die Hefezellen nicht mit dem Medium zusammen in den Filter eindringen können.
 - Bei sehr niedrigen Filtergeschwindigkeiten mit gleichzeitig hoher Hefekonzentration ist die Fluidströmung nicht ausreichend, um die suspendierten Partikel in das Schüttbett zu transportieren.
- ⇒ Die Poren an der Oberfläche des Filtermittels setzen sich zu, und es tritt eine Oberflächenfiltration ein. Dies führt zu einer Verblockung des Filters bei gleichzeitig schnellem Druckanstieg.

Unter der Voraussetzung, dass eine Resttrübe von 5 EBC eingehalten werden soll – dies entspricht einem Rückhalt von $> 97,5$ % – liegen die Grenzen des Verfahrens bei Wahl des anorganischen Filtermittels Feldspat FS 900 S bei einer Schütthöhe von mindestens 7,5 cm und einer maximalen Fließgeschwindigkeit von 0,3 m/h.

Die guten Ergebnisse konnten sich auf die Filtrierbarkeit einer Suspension aus Rhamnolipiden und Pseudomonas fluoreszenz nicht übertragen. Der Rückhalt für den Mikroorganismus war deutlich schlechter als der Rückhalt für Hefezellen.

6 Ausblick

Das Entwicklungsziel bestand daher darin, ein Filtrationsverfahren zur selektiven Abtrennung der Biomasse (am Beispiel von Hefen der Gattung *saccharomyces* und *Pseudomonas fluoreszenz*) mit einem regenerierbaren Filtermittel und niedrigem Energiebedarf zu entwickeln. Dabei sollte die Filtrationsart eine Tiefenfiltration sein, und die hauptsächliche Trennwirkung auf der Wahl der optimalen Trenngrenze durch Berücksichtigung der elektrokinetischen Abstoßungskräfte beruhen.

Ergebnis der praktischen Untersuchungen ist, dass sich das neuartige Filtrationsprinzip mit elektrokinetisch optimiertem, selektivem Schüttbett zur Abtrennung von Biomasse aus einer Suspension prinzipiell eignen kann. Durch die Wahl des entsprechenden Zetapotentials des Filtermittels bei bekanntem suspendiertem Partikel kann die Filtrationsart beeinflusst werden. Der Filtrationsschritt ermöglicht eine Vorfiltration einer Biosuspension mit einem

Biomasserückhalt > 75 %. Die Wahl eines optimierten Schüttbetts ermöglicht trotz hoher Partikelkonzentrationen in der Suspension den Einsatz einer Tiefenfiltration. Durch das gleichnamige Zetapotential von Mikroorganismen und Filtermittel adsorbieren die Zellen aufgrund der Repulsionskräfte nicht fest am Filtermittel und können von diesem bei der Filterregeneration durch Rückspülen mit Wasser abgetrennt werden. Aufgrund der einfachen Rückspülbarkeit fällt kein verbrauchtes und zu entsorgendes Filtermittel an, und es ist möglich, die Mikroorganismen wiederzugewinnen und in den Prozess zurückzuführen.

Die Wirksamkeit des Filtrationsverfahrens wurde bisher an Hefen gezeigt. Dies sind verhältnismäßig große, immobile, ideal kugelförmige Partikel.

In den Untersuchungen zur Abtrennung von Pseudomonaden zeigten sich die Grenzen des Verfahrens. Diese sind im den Faktor 10 kleiner als Hefe, stäbchenförmig und weisen eine starke Mobilität auf. Ziel der Untersuchungen ist, die produzierenden Mikroorganismen von dem Produkt eines Bioprozesses zu trennen. Dabei sollen die Mikroorganismen im Schüttbett zurückgehalten werden. Dies ist mit keinem der untersuchten Filterhilfsmittel in nennenswerter Größenordnung gelungen.

Aus den bisherigen Untersuchungen wird außerdem deutlich, dass die gewonnenen Erkenntnisse auch auf die Entwicklung von (keramischen) Membranen übertragbar sind. Sie beinhalten hier hinsichtlich der Minimierung des Foulingpotentials von Membranen, dem Transport von kolloidalen Stoffen durch die Membran sowie der optimalen Reinigungsprozedur ein entsprechendes Entwicklungspotential. Untersuchungen zur Beschreibung des Membranfoulings bei der Filtration einer Hefesuspension sind in Form eines Handbuchs erfolgt [22].

Literatur

- [1] Atkins, P.W., Höpfner, A.: Physikalische Chemie, Wiley-VCH-Verlag, Weinheim, 3. Auflage, 2001
- [2] Betten, P.: Kolloidchemische Untersuchung zur Optimierung von Autoserienlacken, Dissertation Christian-Albrechts-Universität, Kiel, 2003
- [3] Brooks D.E.; Millar, J.S.; Seaman, G.V.F. et.al.: Some physicochemical factors relevant to cellular interactions, Journal of Cellular Physiology, 69, 1967, S. 155-168
- [4] Busalmen, J.P.; Sanchez, S.R. de : Adhesion of Pseudomonas fluorescens (ATCC 17552) to nonpolarized and polarized thin films of gold, Applied and Environmental Microbiology, 67, 7/2001, S. 3188-3194
- [5] Chang, Y.-I.; Hsieh, C.-Y. : The effect of cationic electrolytes on the electrophoretic properties of bacterial cells, Colloids and Surfaces, 52, 1991, S. 21-31
- [6] Chmiel, H.: Zur Blut rheologie in Medizin und Technik, Habilitationsschrift, RWTH Aachen, 1973
- [7] Dengis, P.B.; Rouxhet, P.G.: Surface Properties of Top- and Bottom-Fermenting Yeast, Yeast, 13, 1997, S. 931-943
- [8] Dorfner, K.: Ionenaustauscher, Walter de Gruyter & CO., Berlin, 1970

- [9] EBC: Beer filtration, stabilisation and sterilisation: manual of good practice, European brewery convention, Fachverlag Hans Carl, Nürnberg, 1999
- [10] Elimelech, M.; Nagai, M.; Ko, C-H; Ryan, J. N.: Relative insignificance of mineral grain zeta potential to colloid transport in geochemically heterogeneous porous media, *Environmental Science Technology*, 34, 11/2000, S. 2143-2148
- [11] FGK: Prüfbericht 0605/05 über die Rasterelektronenmikroskopische Analyse und Bestimmung der spezifischen Oberfläche nach BET für die Gesellschaft für umweltkompatible Prozesstechnik mbH in Saarbrücken, Forschungsinstitut für Anorganische Werkstoffe – Glas/Keramik/ GmbH, Höhr-Grenzhausen
- [12] Gregory, J.; Wishart, A. J.: Deposition of latex particles on alumina fibers, *Colloids and Surfaces*, 1980, S. 313-334
- [13] Hee, P. van; Hoeben, M.A.; Lans, R.G.J.M. van der et.al.: Strategy for selection of methods for separation of bioparticles from particle mixtures, *Biotechnology and Bioengineering*, 94, 4/2006, S. 689-709
- [14] Helfferich, F.: Ionenaustauscher – Grundlagen, Struktur, Herstellung, Theorie, Band 1, Verlag Chemie, Weinheim, 1959
- [15] Hermansson, M.: The DLVO theory in microbial adhesion, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 14, 1999, S. 105-119
- [16] Jan, K.M.: Role of hydrogen bonding in red cell aggregation, *Journal of Cellular Physiology*, 101, 1979, S. 49-56
- [17] Lin, D.-Q.; Brixius, P.J.; Hubbuch, J.J., et.al.: Biomass/Adsorbent Electrostatic Interactions in Expanded Bed Adsorption: A Zeta Potential Study, *Biotechnology and Bioengineering*, 83, S. 149-157, 2/2003
- [18] Sartor, M.: Untersuchungen zum Einfluss elektrokinetischer Repulsionseffekte auf die Tiefenfiltration mit partikulären Schüttbetten, Dissertation Universität des Saarlandes, 2006
- [19] Stephan, E.A.; Chase, G.G.: Development of Volume-Average Theory for Deep-Bed Filtration, *AIChE Journal*, 46, 10/2000, S. 1918-1926
- [20] Wang, Z.: Effects of zeta potentials of suspended particles on deep bed filtration for water and wastewater treatment, Annual Conference of the Canadian Society for Civil Engineering, Halifax, 1998, S. 31-42
- [21] Weigl, B.: Trennkräfte zwischen Mikroorganismen, Partikeln und Oberflächen, Dissertation TU München, 2004
- [22] Mohrdieck, M.; Schroller, S.; Kaschek, M.; Verplancke S.: Charakterisierung keramischer Mikrofiltrations-, Ultrafiltrations- und Nanofiltrationsmembranen für die Prozesstechnik; upt GmbH i.L., Saarbrücken 2007