

SEDIMENTATION UND FLOCKUNG DER HEFESUSPENSION

ADINA GHIRIȘAN* und MEHRI AZAD**

**Fakultät für Chemie und Chemieingenieurwesen, Universität „Babeș-Bolyai“
Cluj-Napoca, Arany Janos 11, 400028 Cluj-Napoca, Rumänien*

***Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik, Universität Karlsruhe (TH),
Keiserstrasse 12, D-76128, Karlsruhe, Deutschland*

ABSTRACT. The paper presents the results of sedimentation and flocculation of the yeast suspension. The sedimentation behaviour and the optimal conditions of the flocculation with two different flocculants (PRAESTOL 611 BC and K 111 L) are determined in gravitational field using the batch method. The results show that the separation depends on the type and the dosage of flocculants. The best flocculant used in the separation of the yeast suspension is PRAESTOL K 111 L.

EINLEITUNG

Die mechanische Fest-Flüssig-Trennung feindisperser Partikeln, wie sie in realen Biosuspensionen vorliegen, spielt in vielen Industriebereichen eine wichtige Rolle (z.B. Chemische Industrie, Biotechnologie, Lebensmitteltechnologie, Behandlung industrieller und kommunaler Abwässer).

Sedimentation ist der Vorgang des Absetzens von Feststoffen, die schwerer als die umgebende Flüssigkeit sind. Die Trennung einer Suspension nach dem Prinzip der Sedimentation setzt eine größere Dichte des dispergierten Feststoffs gegenüber der Dichte der Flüssigkeit voraus. Aufgrund dieses Dichtenunterschiedes erfahren die Feststoffteilchen in einem Beschleunigungsfeld (Erdfeld oder Zentrifugalfeld) eine größere Kraft als die Flüssigkeitsteilchen, so dass es zu einem Absinken des sich absetzenden Feststoffes kommt.

Für die Fest-Flüssig-Trennung in Absetzbecken oder Dekantern sind die Sedimentationsgeschwindigkeit der Feststoffpartikeln in der Suspension und die Komprimierbarkeit des gebildenden Sediments wichtige trenntechnische Eigenschaften.

Zur Auslegung der für den Sedimentationsvorgang erforderlichen Trennapparate, stellt die Absinkgeschwindigkeit der Feststoffteilchen eine wichtige Größe dar. Diese ist in einem Fest-Flüssig-System von den folgenden Parametern abhängig:

- a) der Dichtendifferenz zwischen dem Feststoff und der Suspensionsflüssigkeit,
- b) der Partikelgröße bzw. Partikelgrößenverteilung sowie der Form der Einzelpartikeln des dispergierten Stoffes,
- c) der auf die Teilchen durch das Beschleunigungsfeld wirkenden Kraft,
- d) der Viskosität der Suspensionsflüssigkeit,
- e) der Feststoffkonzentration in der Suspension sowie
- f) dem Dispergierzustand

Bei den Partikeln, die so klein sind, dass sie im Erdfeld gar nicht oder nur langsam sedimentieren, um die Partikeln zu trennen und die Sedimentation zu verbessern, gibt man Flockungshilfsmittel zu. Damit bilden sich die Partikeln Agglomerate. Die Agglomerate bilden sich durch Entstabilisierung und Verknüpfung sehr vieler Feistpartikeln, die anschließend durch Sedimentation oder Filtration aus der Flüssigkeit entfernt werden [1].

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Trennung einer Hefesuspension wurde durch Flockung in einer Schüttelapparatur (mit sechs Standzylindern; diskontinuierlicher Absetzversuch) durchgeführt. In diesem Fall wurden die Messzylinder (Durchmesser $\phi = 40$ mm und Höhe $H = 400$ mm) mit unterschiedlichen Konzentrationen der Hefesuspension gefüllt. So wurde jeder Zylinder mit 250 ml demineralisiertem Wasser, 0,073 g NaCl und folgende Menge Hefe: 3 g, 7,5 g, 15 g, 22,5 g, 30 g und 45g gefüllt. Die Hefekonzentration betrug: 1 %, 2,5 %, 5 %, 7,5 %, 10 % und 15 %. Die Zylinder wurden mit Stopfen verschlossen und kräftig geschüttelt, so dass eine homogene Hefesuspension entstand. Die pH-Werte lagen im Bereich von 4,25 - 4,29.

Dann wurde die Hefesuspension in jedem Zylinder mit 2 ml Eisensulfatlösung und gleicher Menge Flockungsmittel versetzt und 10 mal geschüttelt.

Anschließend wurde die Absinkgeschwindigkeit des Trennspiegels in jedem Zylinder beobachtet und die Höhe des Trennspiegels alle 15 Sekunden gemessen.

ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Sedimentation mit Hilfe von Polyelektrolyten

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei PRAESTOL-Marken der Chemische Fabrik Stockhausen (611 BC und K 111 L) untersucht. Die beide Flockungshilfsmittel sind schwach kationische Polyelektrolyte, die von der Firma für die Flockung von Biosuspensionen empfohlen sind. Die Praestol-Marken sind organische, synthetische, hochmolekulare, polymere Flockungsmittel auf der Basis von Polyacrylamid [2]. Die Praestol-Marken verfügen in wässriger Lösung über reaktive Gruppen, die eine starke Affinität zu den Oberflächen suspendierter Kolloide oder Feinstpartikel in wässrigen Systemen oder Trüben zeigen. Durch Entstabilisierung und Verknüpfung sehr vieler Einzelpartikel kommt es zur Bildung großvolumiger, leicht aus der Suspension abtrennbarer Flocken.

1. Flockung mit Praestol 611 BC

Praestol 611 BC ist ein langkettiges Copolymer auf Acrylamidbasis mit einem steigenden Anteil eines kationischen Comonomers. Praestol 611 BC ist eine Aggregationshilfe in Granulatform, so dass für den Einsatz mit fluiden Systemen eine Stammlösung hergestellt werden muss.

1.1. Hefesuspension im demineralisierten Wasser

Zur Herstellung der 5 % Hefesuspension wurde 10,0 g Hefe in 200 ml demineralisiertem Wasser suspendiert. Die verwendete Hefe wird als Bäckerhefe unter der Artikelbezeichnung "Frisch-Backhefe" von Dr. Moormanns Firma vertrieben. Die Dichte der Hefe beträgt ca. 1060 kg/m^3 . Ein Gramm des Hefeblocks enthält mehrere Milliarden lebender Hefezellen, wie auf dem Mikroskop zu sehen ist [3]. Hefezellen sind kugel- oder eiförmige Mikroorganismen, deren Größe zwischen $6 \mu\text{m}$ und $8 \mu\text{m}$ liegt. Ihre Zellwände sind von Schleimhüllen umgeben, die eine Vielzahl von Polymeren enthalten, so dass es zu einer natürlichen Flockung der Hefe kommen kann [4, 5].

Zum Bestimmen der Absetzrate wurde die Hand-Schüttelmethode verwendet, diese Methode eignet sich nur zu groben Voruntersuchungen.

SEDIMENTATION UND FLOCKUNG DER HEFESUSPENSION

Die Hefezellen sind negativ geladen und können mit kationischen Polymeren geflockt werden. Zur Flockung der Hefesuspension müsste zuerst ein geeignetes Flockungsmittel gefunden werden. Aus Erfahrung früherer Arbeiten [2], die sich mit der Flockung von Hefe befassen, haben die Ergebnisse gezeigt, dass schwach kationische Flockungsmittel in Verbindung mit dem dreiwertigen Eisensalz zu einer schnellen Sedimentation im Erdschwerefeld führt.

Für die Wirksamkeit der anionischen oder nichtionischen Polymere ist eine zusätzliche Anwesenheit mehrwertiger Ionen, insbesondere von Ca^{2+} , erforderlich.

Zur Hefesuspension wurde zunächst 1 ml 0,5 % Eisensulfat $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ - Lösung als Koagulationsmittel (besonders wirkungsvoll) und anschließend 10 ml 0,05% Flockungsmittel (500 ppm) des schwach kationischen Flockungsmittels Praestol 611 BC zugegeben. Das Flockungsergebnis war nicht gut. Anschließend wurde die Flockungsmenge verdoppelt (1000 ppm), aber die Flockenqualität hat sich nicht wesentlich verbessert.

Um die Ionenstärke zu erhöhen wurde die Hefe in einer NaCl-Lösung (5 mM/L) suspendiert und der obengenannte Versuch noch einmal wiederholt. Die Flockenbildung hat sich nicht verbessert.

1.2. Hefesuspension in Leitungswasser

Bei der Herstellung der Hefesuspension wurde statt entionisiertes Wasser Leitungswasser verwendet und die Versuche mit Eisensulfat-Lösung und Praestol 611 BC wiederholt.

Das Flockungsergebnis war bei einer 500 ppm gut und bei einer Flockungsmittelskonzentration 1000 ppm sehr gut. Bei einer Flockungsmittelskonzentration 1000 ppm war der Überstand klar aber der Trennspiegel nicht eindeutig.

Ein weiterer Versuch wurde mit einer 1 % -igen Hefesuspension durchgeführt. Dieser Suspension wurde zunächst 1 ml 0,5-ige Eisensulfat-Lösung und anschließend 2 ml Praestol 611 BC (500 ppm) zugegeben, eine Flockung der Hefepartikel wurde nicht beobachtet. Nach der Zugabe von 8 ml Flockungsmittel kam eine relativ gute Flockung zustande. Das Flockungsergebnis wurde nach der Zugabe weiterer 10 ml Flockungsmittel schlechter (eventuelle Überdosierung) geworden.

1.3. Hefesuspension in NaCl-Lösung

Bei diesem Versuch wurde 10 g Hefe in 200 ml 5 mM/L NaCl-Lösung suspendiert und mit 1ml 0,5%-ige Eisensulfat-Lösung und 10 ml 0,05 %-ige Praestol 611 BC (500 ppm) versetzt. Eine Flockung wurde nicht beobachtet.

Durch weiterer Zugabe von 20 ml Flockungsmittel wurde ebenfalls keine Agglomeration beobachtet.

2. Flockung mit Praestol K 111 L

Praestol K111 L stellt ein weiteres organisches Polyelektrolyt dar, das ebenfalls schwach kationisch und zur Flockung der Hefesuspension sehr gut geeignet ist. Praestol K111 L stand als Emulsionspolymerisat zur Verfügung, der Gehalt an Polymermenge in der Emulsion beträgt 38 %. Somit waren zur Herstellung von 100 ml einer 0,1 % Gebrauchslösung 0,263 g der Emulsion Praestol K111 L nötig. Die Lösedauer beträgt ca. 15 Minuten.

Bei einem Zusatz von 1000 ppm des schwach kationischen Emulsionspolymers und ca. 0,17 mol/kg Feststoff der Eisensulfatlösung zu einer Hefesuspension ergaben sich die besten Flockungsergebnisse. Es bildeten sich sehr voluminöse Flockenverbände aus, die innerhalb kurzer Zeit im Erdschwerefeld sedimentierten.

Der Verlauf des absinkenden Trennspiegels in Abhängigkeit der Zeit ist in Abbildung 1 dargestellt. Das Diagramm (Abb. 1) zeigt, dass die Flockungsmittelkonzentration von 1000 ppm für kleine Feststoffkonzentrationen ausreichend und für höhere Konzentrationen (10%) nicht ausreichend ist. Der Überstand war bei allen Versuchen mit 1000 ppm trüb. Ein eindeutiger Trennspiegel wurde ebenfalls nicht beobachtet.

Im ersten Zylinder mit der Hefekonzentration von 2,5% haben sich Flocken mit unterschiedlichen Formen und Größen gebildet die auch mit verschiedenen Sinkgeschwindigkeiten sedimentierten. Nach 15 Minuten war die Sedimentation beendet. Die aus dem Diagramm berechneten Sinkgeschwindigkeiten für die verschiedenen Konzentrationen ergaben folgende Werte: 13 mm/min (2,5%), 11 mm/min (5%), 9,33 mm/min (7,5%) und 6,8 mm/min (10%).

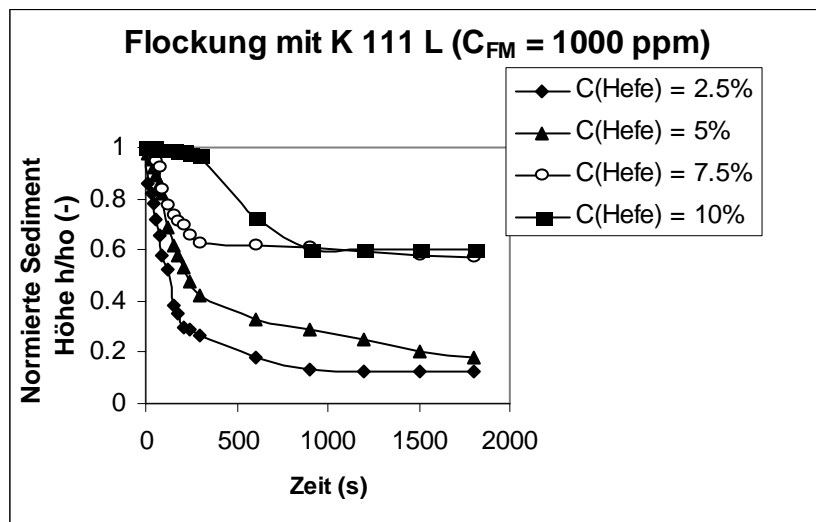


Abb. 1. Die normierte Sedimenthöhe im Verlauf der Zeit für verschiedene Hefekonzentrationen.

Die Erhöhung der Flockungsmittelkonzentration auf 1500 ppm lieferte bessere Ergebnisse (Abb. 2). Ein scharfer Trennspiegel hat sich gebildet, die Sinkgeschwindigkeiten wurden aus dem Diagramm berechnet: 13 mm/min (2,5%), 10,85 mm/min (5%), 9,4 mm/min (7,5), 6,7 mm/min (10%) und 1,33 mm/min (15%).

Der Verlauf der Trennspiegelhöhe einer 5% Hefesuspension über die Zeit ist im Diagramm 3 dargestellt. Das Diagramm zeigt, dass für die Sedimentation einer 5% Hefesuspension eine Flockungsmittelkonzentration von 1000 ppm ausreichend ist. Bei einer Erhöhung der Flockungsmittelkonzentration bleibt die Absetzgeschwindigkeit des Trennspiegels ungefähr konstant.

SEDIMENTATION UND FLOCKUNG DER HEFESUSPENSION

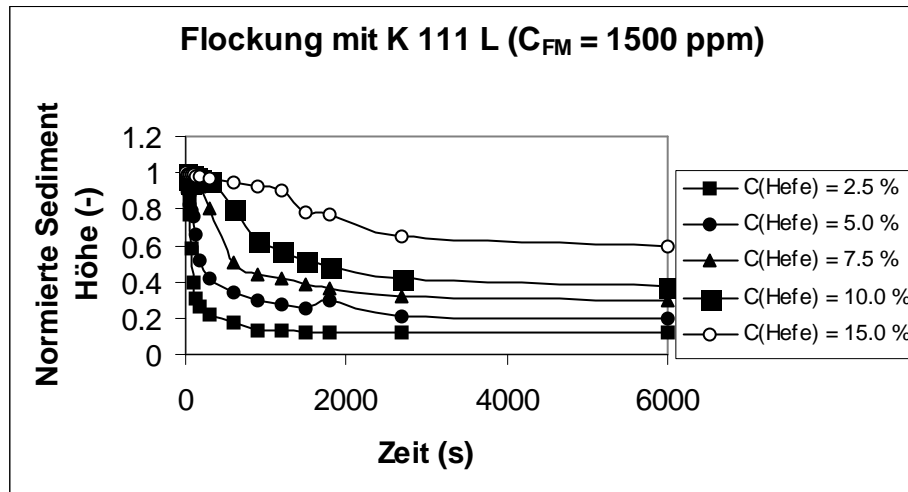


Abb. 2. Die normierte Sedimenthöhe im Verlauf der Zeit für verschiedene Hefekonzentrationen.

Bei einer Konzentration von 500 ppm waren die Flocken unterschiedlich groß und der Überstand war trüb.

Es war interessant zu beobachten, dass die Art der Flockungsmitteldosierung eine wichtige Rolle spielt und die Flockenbildung positiv beeinflussen kann. Die Abbildung 4 zeigt, dass die Sedimentation beschleunigt wird, wenn das Flockungsmittel in zwei Schritten (einmal 250 ppm, gemischt und dann noch einmal 250 ppm) zudosiert wird.

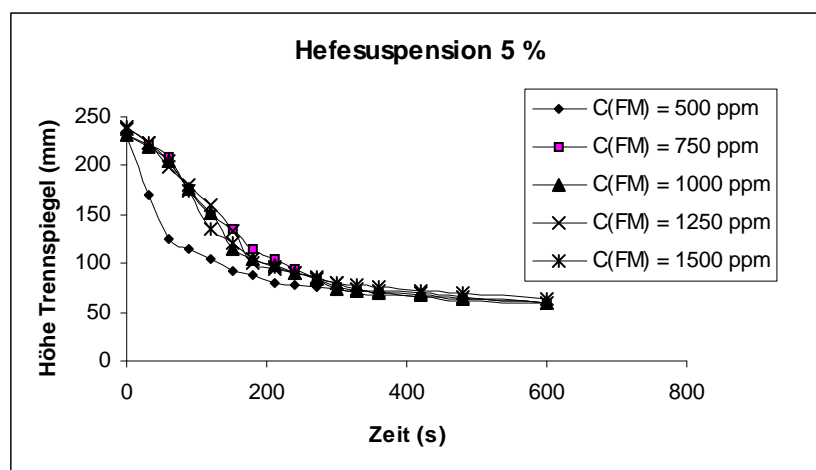


Abb.3. Die Trennspiegelhöhe im Verlauf der Zeit für eine Hefesuspension 5% und verschiedene Praestol K 111 L Konzentrationen.

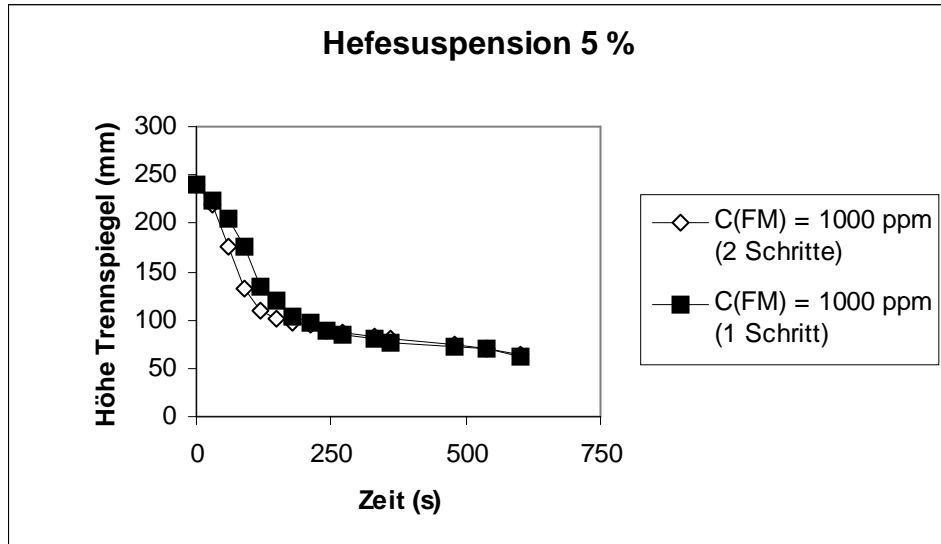


Abb. 4. Die Trennspiegelhöhe im Verlauf der Zeit für eine 5 % Hefesuspension und 1000 ppm Praestol K 111 L.

Die gleichen Ergebnisse wurden ebenfalls bei einer 2,5% Hefesuspension beobachtet. Das Diagramm für unterschiedliche Flockungsmittelkonzentration ist in Abbildung (5) dargestellt.

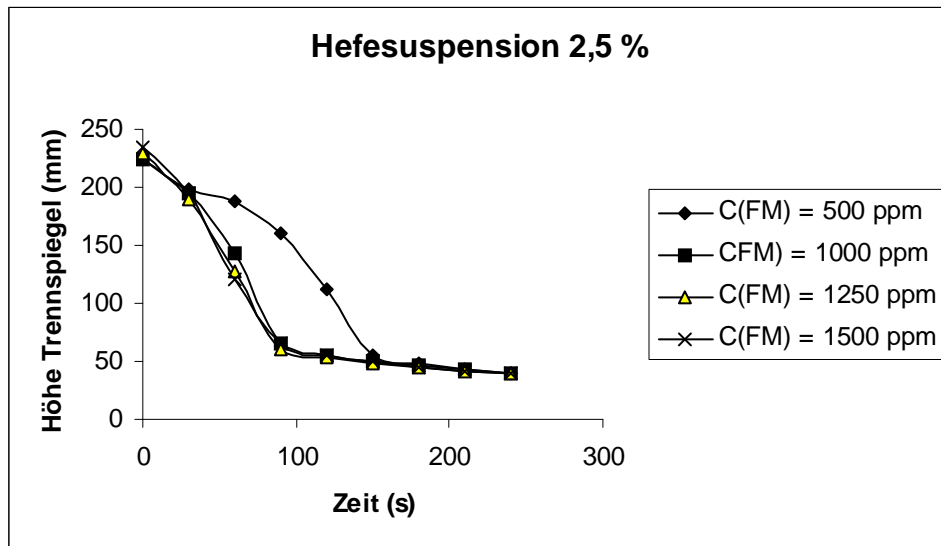


Abb.5. Die Trennspiegelhöhe im Verlauf der Zeit für eine Hefesuspension 2,5 % und verschiedene Praestol K 111 L Konzentrationen.

SEDIMENTATION UND FLOCKUNG DER HEFESUSPENSION

Das Diagramm zeigt, dass eine Erhöhung der Praestolkonzentration oberhalb von 1000 ppm keinen Einfluss auf die Sedimentationsgeschwindigkeit hat. Es war auch hier zu beobachten, dass die Doppeldosierung die Absetzgeschwindigkeit erhöht (Abb.6).

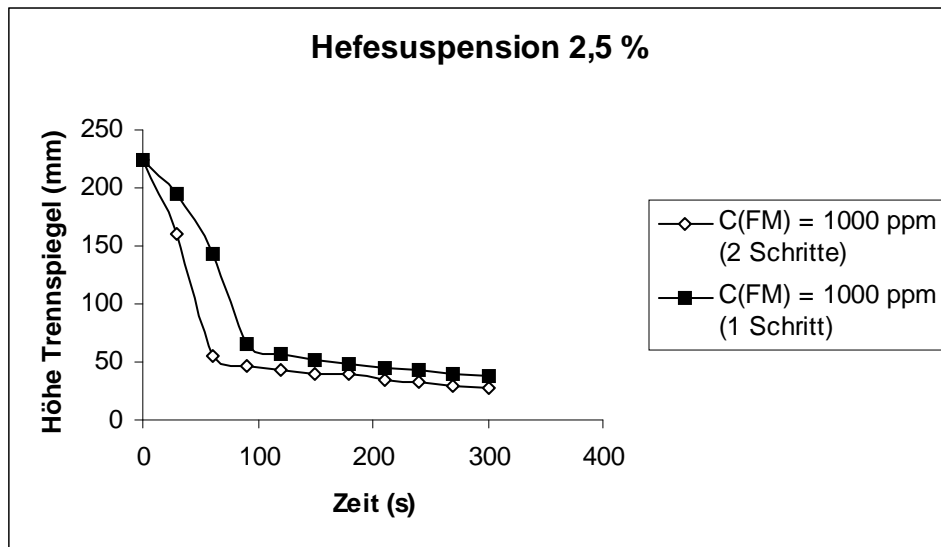


Abb. 6. Die Trennspegelhöhe im Verlauf der Zeit für eine 2,5 % Hefesuspension und 1000 ppm Praestol K 111 L.

ZUSAMMENFASSUNG

Ziel dieser Forschungsarbeit wurde die optimale Bedingungen für die Trennung der Hefesuspensionen durch Sedimentation im Erdschwerfeld mit Hilfe von Flockungsmittel (PRAESTOL 611 BC und K 111 L) zu finden.

Die Ergebnisse zeigen, dass die Art, die Dosierung der Flockungsmittel und die Bedingungen der Trennung die Flockenbildung positiv beeinflussen können.

Durch die Flockung mit PRAESTOL K111L wurden sehr gute Ergebnisse der Sedimentation einer Hefesuspension erhalten.

LITERATURVERZEICHNIS

1. Adina Ghirișan, Alexandru Pop und Vasile Miclăuș, *Sedimentation. Koagulation. Flocculation. I. Sedimentationsanalyse einer geflockten Kaolinsuspension*, *Studia Universitatis Babes-Bolyai, Chemia*, XLVIII, 1, 2003, 183-190
2. Katalog „PRAESTOL-Marker“ der Chemischen Fabrik Stockhausen

ADINA GHIRIŞAN, MEHRI AZAD

3. B. Luda, „*Methoden zur Beeinflussung der Schlammkompression im Zentrifugalfeld*“, Diplomarbeit, MVM, Universität Karlsruhe (TH), 2002
4. B. Brohan, A. J. McLoughlin, *Appl. Microbiol. Biotechnol.* 1984, 20, 16-20
5. D. J. Bell, P. Dunnill, *Biotechnol. Bioeng.*, 1982, 24, 1271-1285