



## Diplomarbeit

# Experimentelle Untersuchung eines Nusschalenfilters zur Reinigung von Erdölproduktionswasser

erstellt für

**OMV Exploration & Production GmbH**

**Vorgelegt von:**

Anne Steinbrugger  
9935109

**Betreuer/Gutachter:**

O.Univ.Prof.Dipl.-Ing.Dr.mont. Werner L. Kepplinger

Wien, September 2009



## **EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG**

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Diplomarbeit selbständig und ohne fremde Hilfe verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche erkenntlich gemacht habe.

## DANKSAGUNG

Ich danke...

- ... Dr. Wolfgang Havlik für die Möglichkeit, dass ich diese Arbeit bei der OMV AUT durchführen durfte
- ... O.Univ.Prof.Dipl.-Ing.Dr.mont. Werner L. Kepplinger für seine Betreuung und Unterstützung
- ... dem Projektteam „Flutanlage Neu“ – DI Peter Piller, DI Georg Kümmel, Ing. Josef Winter, Ing. Rainer Kadnar, Dr. Nikolaus Philippovich und ganz besonders Erich Panzer – für eure Betreuung, Unterstützung und die vielen, vielen anregenden Diskussionen
- ... den Mitarbeiter der WFO, Wartung und Instandhaltung und der Mess- und Regeltechnik, die stets die „Retter in Not“ waren

Ganz besonders danken möchte ich...

- ... Rainer fürs Zuhören, Herausfordern und Motivieren. Danke für deine Hilfe und Unterstützung
- ... Mama für deine unerschütterliche Liebe und den Glauben, dass ich alles schaffen und noch mehr erreichen kann
- ... Papa und Vati für die Motivation meine Ziele hoch zu stecken und den Glauben daran, dass ich diese sogar übertreffen kann

## **Kurzfassung**

### **Experimentelle Untersuchung eines Nussschalenfilters zur Reinigung von Erdölproduktionswasser**

Das bei der Erdölförderung anfallende Formationswasser muss in einer Flutanlage zur Reinjektion in untertägige Formationen aufbereitet werden. Die OMV AUT plant den Bau einer neuen Flutanlage, die die bestehende Wasserflutanlage Schönkirchen, im Nordosten von Wien, ersetzen wird. Im Zuge dessen sollen in der letzten Reinigungsstufe zukünftig Nussschalenfilter die bisher verwendeten Kiesfilter ersetzen.

Ziel dieser Arbeit ist die Festlegung optimaler Filtrationsbedingungen eines Nussschalenfilters, die zum Erreichen einer bestimmten Wasserqualität im Ablauf notwendig sind, um das aufbereitete Formationswasser wieder in den Ölförderungsprozess rückzuführen. Das gereinigte Wasser muss laut internen Vorgaben einen Öl- und Feststoffgehalt von  $\leq 1$  mg/l und einen WBF von  $< 0,7$  erreichen. Der WBF (Water Blocking Factor) ist eine OMV-interne Kennzahl, die Aufschluss gibt über die Filtrierbarkeit des aufbereiteten Formationswassers. Denn je kleiner der WBF ist, desto geringer ist die Gefahr einer Verblockung der Gesteinsporen.

Mithilfe eines nachgebauten Nussschalenfilters in Labormaßstab wurden Filtrationsversuche durchgeführt, um die Anforderungen an Filtermaterial und Verfahren zu untersuchen. Dazu wurden mehrere Nussschalengranulate und Korngrößen getestet. Zusätzlich wurden Filtrationsgeschwindigkeit und Filterbetttiefe variiert, um die bestmögliche Filtrierleistung zu erzielen. Außerdem wurden verschiedene Verfahren zur Konditionierung und Regeneration ausprobiert.

## **Abstract**

### **Experimental tests of a nutshell filter to clean the production water of the oil production**

Produced water (formation water), separated during the production of hydrocarbons is collected and treated in a water treatment plant for re-injection in the reservoir. OMV AUT plans the construction of a new water treatment plant, which shall replace the existing plant at Schönkirchen in the northeast of Vienna. In the course of that, the existing gravel filtration as the last step of treatment will be replaced by nutshell filtration.

Aim of this work is the definition of optimal filter conditions for a nutshell filter, which are necessary to obtain a specified water quality in the drain, to be able to re-inject the purified formation water in the oil production process. The treated water has to reach an oil content and solids content of  $\leq 1$  mg/l and a WBF of  $< 0.7$  according to the internal specifications. The WBF (Water Blocking Factor) is an OMV internal index, which gives information about the filterability of the treated formation water. The smaller the WBF is, the smaller is the risk of the blocking of rock pores.

The filter experiments were carried out using a nutshell filter in bench-scale, to investigate the requirements for the filter material and the procedures. In these experiments several nutshell granules and gradings were tested. Moreover the filtration velocity and the depth of the filter bed were varied, to obtain the optimal filtration power. Furthermore different types of techniques of conditioning and regeneration were tested.

# Inhaltsverzeichnis

|   | <b>Seite</b> |
|---|--------------|
| <b>1 EINLEITUNG .....</b>   | <b>3</b>     |
| 1.1 Problemstellung .....   | 3            |
| 1.2 Zielsetzung .....   | 4            |
| <b>2 GRUNDLAGEN .....</b>   | <b>6</b>     |
| 2.1 Nussschalenfilter .....   | 6            |
| 2.1.1 Funktionsweise der Filtration .....   | 6            |
| 2.1.2 Rückspülung .....   | 6            |
| 2.1.3 Vorteile .....  | 7            |
| 2.1.4 Leistungsfähigkeit .....  | 8            |
| 2.2 Filtermaterial Nussschalengranulat .....  | 8            |
| 2.2.1 Vorteile des Nussschalengranulats gegenüber konventionellen Filtermedien<br>(Sand, Anthrazit) ..... | 9            |
| <b>3 VERSUCHSANLAGE NUSSSCHALENFILTER .....</b>   | <b>10</b>    |
| 3.1 Versuchsaufbau .....  | 10           |
| 3.1.1 Wasserflut Schönkirchen .....   | 10           |
| 3.1.2 Gewinnungsstation Matzen XII .....  | 13           |
| 3.1.3 Nussschalenfilter .....   | 15           |
| 3.2 Versuchsdurchführung .....  | 16           |
| 3.2.1 Vorbereitung .....  | 16           |
| 3.2.2 Versuchsablauf und Betriebsparameter .....  | 16           |
| 3.2.3 Rückspülung .....   | 18           |
| 3.3 Analysemethoden .....   | 18           |
| 3.3.1 Bestimmung des Kohlenwasserstoffgehaltes im Formations-wasser .....                                 | 19           |
| 3.3.2 Water Blocking Factor (WBF) .....   | 19           |
| 3.3.3 Abfiltrierbare Stoffe .....   | 20           |
| 3.3.4 Bestimmung des Eisengehaltes im Formationswasser .....  | 20           |
| 3.4 Auswertung .....  | 21           |
| <b>4 VERSUCHSREIHEN .....</b>   | <b>22</b>    |
| 4.1 Wasserflut Schönkirchen (WFO) .....   | 22           |
| 4.1.1 Schwarze Walnuss (mesh 12/20) .....   | 22           |
| 4.1.2 Mischung aus Schwarzer Walnuss (12/20) und Pekannuss (20/30) .....                                  | 24           |
| 4.1.3 Schwarze Walnuss (mesh 30/40) .....   | 26           |



|                    |  |           |
|--------------------|--|-----------|
| 4.2                | Gewinnungsstation Matzen XII (Ma XII) .....                        | 29        |
| 4.2.1              | Schwarze Walnuss (mesh 12/20) .....                                | 29        |
| 4.2.2              | Mischung aus Schwarzer Walnuss (12/20) und Pekannuss (20/30) ..... | 31        |
| 4.2.3              | Schwarze Walnuss (mesh 30/40) .....                                | 33        |
| 4.2.3.1            | 50:50-Mischung von A- und P-Öl-Wasser .....                        | 33        |
| 4.2.3.2            | Nur A-Öl-Wasser.....   | 35        |
| 4.2.3.3            | 95:5-Mischung von A- und P-Öl-Wasser .....                         | 37        |
| 4.3                | Regeneration von gebrauchtem Granulat.....                         | 45        |
| <b>5</b>           | <b>SIEBANALYSE .....</b>   | <b>47</b> |
| 5.1                | Schwarze Walnuss (mesh 12/20) .....                                | 47        |
| 5.2                | Schwarze Walnuss (mesh 30/40) .....                                | 48        |
| 5.3                | Pekannuss (mesh 20/30).....  | 49        |
| <b>6</b>           | <b>ERGEBNISSE UND DISKUSSION .....</b>                             | <b>51</b> |
| <b>7</b>           | <b>ZUSAMMENFASSUNG.....</b>  | <b>56</b> |
| <b>8</b>           | <b>VERZEICHNISSE .....</b>   | <b>58</b> |
| 8.1                | Literatur .....  | 58        |
| 8.2                | Abkürzungsverzeichnis.....   | 60        |
| 8.3                | Formeln .....  | 61        |
| 8.4                | Tabellen.....  | 61        |
| 8.5                | Abbildungen.....   | 62        |
| <b>ANHANG.....</b> | <b>.....</b>   | <b>I</b>  |





# 1 Einleitung

Erdöllagerstätten bestehen aus Speichergestein, welches sich aus den Mineralien des Tiefseeschlammes verfestigt hat, und in dessen Poren befindliches Erdöl, Erdölbegleitgas und Lagerstättenwasser, umgeben von undurchlässigen Gesteinsschichten. Das aus Plankton entstandene Erdöl bzw. Erdgas stellt ein komplexes Gemisch verschiedenster Kohlenwasserstoffe dar. (OMV AG, 2009; BP Austria AG, 2007)

Es gibt drei verschiedene Möglichkeiten Erdöl zu fördern:

Bei der Primärförderung dringt es durch den natürlichen Druck des eingeschlossenen Erdgases nach oben, da Erdöl eine geringere Dichte als das umgebende Gestein hat. Lässt der Druck nach, werden andere Fördermethoden, wie zum Beispiel Pumpen (siehe Abbildung 1), eingesetzt.

Bei der Sekundärförderung wird der Lagerstättendruck durch Einpressen von Wasser oder Gas erhöht, um den Erdölauftrag zu steigern. Das Speichergestein wird sozusagen ausgeschwemmt, was dazu führt, dass sich immer mehr Wasser in den Poren und damit im Förderstrom befindet. Der Wasseranteil der Ölförderung im Ölfeld Matzen der OMV AUT beträgt beispielsweise etwa 92 % (Krammer G., 2008).

Bei der Tertiärförderung werden komplexere Substanzen wie Dampf, Polymere, Kohlendioxid oder Mikroben eingepresst, um die Nutzungsrate der Lagerstätte nochmals zu erhöhen. (Erdölvereinigung Schweiz)



Abbildung 1: Förderung einer Erdöllagerstätte  
(Quelle: [www.energiewirtschaft.net](http://www.energiewirtschaft.net))

## 1.1 Problemstellung

Bei der Förderung von Erdöl und Erdgas fällt auch Formationswasser an. Formationswasser ist salz- und schwermetallhaltiges Lagerstättenwasser, welches sich in den Poren des Speichergesteins befindet. Gemeinsam mit Erdöl und Erdgas wird es in die Gewinnungsstationen gefördert, in denen das Gemisch mittels Separatoren

aufgetrennt wird. Das Erdöl wird im Tanklager weiterverarbeitet, das Erdgas in den Kompressorstationen und das Formationswasser wird in die Wasserflutanlage geleitet, in der es entweder zur Reinjektion in die Lagerstätte oder zur Entsorgung aufbereitet wird.

Die Wasserflutanlage Schönkirchen, die das Formationswasser des Südfeldes (Matzen, Hochleiten, Pirawarth) erhält, wurde 1960 errichtet und bereitet rund 8,5 Mio. m<sup>3</sup> Wasser im Jahr auf. Da die Anlage in Zukunft den gesetzlichen und umweltrelevanten Vorschriften und Bestimmungen nicht mehr entsprechen wird und ein Umbau der bestehenden Anlage nicht ökonomisch vertretbar ist, wird eine neue Flutanlage errichtet.

Die neue Flutanlage soll im Gegensatz zur derzeit betriebenen Anlage anaerob (geschlossen, unter Sauerstoffausschluss) betrieben werden, damit Schadstoffemissionen (z. B. Schwefelwasserstoff oder leichtflüchtige Kohlenwasserstoffe) verhindert werden. Daher kommen bei der neuen Anlage auch andere Reinigungsverfahren zum Einsatz. Tabelle 1 zeigt eine Gegenüberstellung von den derzeit im Aufbereitungsprozess eingesetzten Reinigungsstufen und denen in der geplanten Flutanlage.

Tabelle 1: Gegenüberstellung der Reinigungsstufen des Aufbereitungsprozesses in der bestehenden und der geplanten Wasserflutanlage

| Reinigungsstufe         | Wasserflut Schönkirchen                 | „Flutanlage neu“  |
|-------------------------|---|-------------------|
| 1 (mechanisch)          | Absetzbecken                            | Ölabscheider      |
| 2 (chemisch/mechanisch) | Flotation                               | Plattenseparator  |
| 3 (biologisch/chemisch) | Biologischer Abbau<br>(Belebungsbecken) | Flotation         |
| 4 (mechanisch)          | Sand-/Kiesfilter                        | Nussschalenfilter |

Auf der Suche nach neuen, ökologischen und ökonomischen Alternativen zu den konventionellen Filtermaterialien hat sich Nussschalengranulat wegen seiner guten Adsorptionseigenschaften bewähren können. So werden immer öfter Nussschalenfilter für die Abtrennung von freiem Öl und suspendierten Feststoffpartikel in der Flutwasseraufbereitung als letzte Reinigungsstufe eingesetzt. Auch beim Projekt „Flutanlage neu“ sollen daher Nussschalenfilter die bisher verwendeten Kiesfilter ersetzen. (Janka C., 2007; Ramler E., 2008)

## 1.2 Zielsetzung

Diese Arbeit beschäftigt sich ausschließlich mit der Optimierung der 4. Reinigungsstufe, dem Nussschalenfilter. Nussschalengranulat wurde aufgrund seiner guten Adsorptionsfähigkeit von Öl als Filtermaterial ausgewählt. Außerdem lässt es sich ohne den Einsatz von Chemikalien leicht mit dem aufzubereitenden Wasser reinigen. Da die Beschaffenheit der Erdölbegleitwässer je nach Ölfeld oder gar Abschnitt ein und desselben Ölfeldes sehr unterschiedlich sein können, müssen alle Design- und Betriebsparameter für jeden Einzelfall experimentell ermittelt werden (Zhang Ruicheng, et. al., 2007).



Ziel der Arbeit ist es daher folgende Kenngrößen der Nusschalenfiltration festzulegen:

- Art und Korngröße des Nusschalengranulats
- Filtrationsgeschwindigkeit (flux)
- Filterbetthöhe
- Filterstandzeit mit konstantem Verlauf
- Ablauf und Dauer der Rückspülung
- Ev. Regeneration des Filtermaterials

Durch Veränderung eines Betriebsparameters sollen vergleichbare Filtrationsversuche mit bestmöglicher Filtrierleistung durchgeführt werden, um so den optimalen Filtrationsablauf zu bestimmen.

Die bestmögliche Filtrierleistung wurde folgendermaßen definiert:

So ist ein Öl- und Feststoffgehalt von  $\leq 1$  mg pro 1l Wasser (das entspricht  $\sim 1$  ppm) eine angestrebte Zielgröße für die Reinjektion des Formationswassers, um die Injektionsdrücke nicht durch Ablagerungen oder Verstopfungen zu erhöhen und biologische Aktivität zu vermeiden. Des Weiteren sollte der Water Blocking Factor (WBF, siehe Kap. 3.3.2) so gering wie möglich sein ( $< 0,7$ ), um die Formation (das Speichergestein) nicht zu beschädigen und den Energieverbrauch zu minimieren. Der WBF ist eine OMV-interne Kennzahl, die Aufschluss über die Filtrierbarkeit des aufbereiteten Formationswassers gibt. Je kleiner der WBF, desto geringer ist die Gefahr einer Verblockung der Gesteinsporen. Ein WBF von  $< 0,7$  entspricht bei einer Normfiltration über 3  $\mu\text{m}$ -Membranfilter einem durchgesetzten Volumen von mindestens 3,8 l in 210 s bei einem Druck von 20 p.s.i. (bzw. 1,38 bar). Auch die Menge der abfiltrierten Stoffe sollte 1 mg/l nicht überschreiten.

Außerdem sollte eine Filterstandzeit von 24 Stunden erreicht werden, da der Nusschalenfilter sonst zu stark belastet und der für die Rückspülung benötigte Wasserverbrauch steigen würde.

Um diese Untersuchungen durchführen zu können, wurde vom Projektteam „Flutanlage neu“ und den Mitarbeitern der Wasserflutanlage Schönkirchen in Anlehnung an ein Filtersystem der Firma Whittier Filtration (Veolia Water Solutions and Technologies, 2007), welches auf der Gewinnungsstation Matzen XII getestet worden war, ein Nusschalenfilter in Labormaßstab gebaut (siehe Kap. 3.1.3).



## 2 Grundlagen

### 2.1 Nussschalenfilter

In den 1980ern fanden Nussschalenfilter Einzug in der Ölproduktionsindustrie (Schulz J., 1993), weil die Öltröpfchen im Nussschalenfilter mittels Tiefenfiltration abgetrennt werden. Dadurch verringert sich die Filterfläche und auch der Durchsatz kann erhöht werden. Aufgrund der ölkoaleszierenden Oberfläche ist trotz einer höheren Ölbeladung im Zulauf eine verbesserte Filterleistung ohne Chemikalieneinsatz und verstärkte Reinigung möglich.

#### 2.1.1 Funktionsweise der Filtration

Das Filterbett wird während des Filtrationsprozesses von oben nach unten mit vorgereinigtem Formationswasser durchströmt. Die Öl- und Feststoffpartikel haften sich an die Oberfläche des Nussschalengranulats an und das filtrierte Wasser tritt am Boden der Filtersäule aus. Das Nussschalengranulat wird mittels eines Rückhaltesiebes am Ausspülen gehindert.

#### 2.1.2 Rückspülung

Ist nach einer bestimmten Zeit das Filtermedium den Anforderungen entsprechend genügend beladen oder hat der Druck eine gewisse Differenz vor und nach dem Nussschalenfilter erreicht, wird das Granulat rückgespült. Das bedeutet, dass bei gleichbleibender Geschwindigkeit die gleiche Menge Formationswasser zugeführt wird wie bei der Filtration, allerdings in entgegengesetzter Anströmrichtung. D. h. das Filterbett wird von unten nach oben durchströmt, wodurch es sich hebt und auflockert. Die Öl- und Feststoffpartikel lösen sich vom Nussschalengranulat und werden am oberen Ende der Filtersäule ausgebracht. Je nach Verschmutzungsgrad des Filterbettes nimmt dieser Vorgang ungefähr 20 bis 30 min. in Anspruch. Der Prozess der Rückspülung kann auf zwei Arten durchgeführt werden, was im Folgenden beschrieben wird.

Bei der externen Rückspülung wird der gesamte Säulinhalt mithilfe einer Pumpe über einen Bypass geführt. Die gelösten Öl- und Feststoffpartikel verlassen das Rückspülsystem, während das Granulat von einem Sieb zurückgehalten und wieder in die Filtersäule transportiert wird. Durch Reibung und Kollision des Granulats in der Kreiselpumpe, mit dem Rückhaltesieb und den anderen Granulatteilchen wird die Abtrennung der Öl- und Feststoffpartikel verbessert. Ist das Nussschalengranulat regeneriert, wird es in der Filtersäule zusammengeholt und die Filtration wieder gestartet. (Veolia Water Solutions and Technologies, 2007)

Bei der zweiten Methode werden die Öl- und Feststoffpartikel mittels eines Rührers mechanisch abgerieben und treten oben aus dem Filter. Das Nussschalengranulat wird wiederum durch ein Sieb zurückgehalten. Sobald das Nussschalengranulat regeneriert ist, wird die Wasserzufuhr für die Dauer des Absetzens des Granulats gestoppt, bevor die Filtration von Neuem gestartet wird. (GLR Solutions Ltd., 2007)



Das Absetzen des Granulats kann einerseits durch die alleinige Wirkung der Schwerkraft passieren, wodurch die Gefahr der Beschädigung der Rückhaltesiebe verringert wird (Veolia Water Solutions and Technologies, 2007). Andererseits durch eine mechanische Krafteinwirkung, damit sich das Filterbett gut durchmischt festigt und sich nicht nach Partikelgröße bildet (AFIC, 1999; Dalian Yooqi Environment Protection Co., Ltd., 2007).

### 2.1.3 Vorteile

Nussschalenfilter sind kompakt gebaut und einfach zu bedienen. Sie erlauben Filterstandzeiten bis zu 24 Stunden (Dalian Yooqi Environment Protection Co., Ltd., 2007), während sich die Leerlaufzeiten, in denen kein Wasserzulauf stattfindet, auf ca. 1 min. pro Filtrations- bzw. Rückspülzyklus beschränken. Außerdem sind ohne den Einsatz von Chemikalien (weder für Filtration noch für die Rückspülung) Abwasserkonzentrationen von  $< 1 - 2$  ppm Öl bzw. Feststoff erreichbar (AFIC, 1999; Veolia Water Solutions and Technologies, 2007; Petreco International Inc., 2003). Kurzfristig ist das Filtermedium sogar unempfindlich gegenüber großen Schwankungen der Ölkonzentration von bis zu 200 ppm im Zulauf (Dalian Yooqi Environment Protection Co., Ltd., 2007).

Durch die große Verschleißfestigkeit (Granulatverlust beträgt 5 – 7 % des eingesetzten Granulatvolumens pro Jahr), Härte und Druckfestigkeit des Nussschalengranulats sind höhere Filtriergeschwindigkeiten bzw. Fluxraten möglich als bei anderen Filterarten (z. B. Sandfilter), was zu einer Verringerung der Filterfläche führt (AFIC, 1999; Veolia Water Solutions and Technologies, 2007; Petreco International Inc., 2003; Dalian Yooqi Environment Protection Co., Ltd., 2007).

Ein weiterer, wesentlicher Vorteil ist, dass die Rückspülung mit dem zu filtrierenden Formationswasser erfolgt. Dadurch wird kein zusätzlicher Tank für Rückspülwasser benötigt und das Rückspülvolumen wird auf 1 – 5 % des Tagesdurchsatzes reduziert. Auch die Reibung der Granulatpartikel trägt zur Reduktion des Rückspülvolumens bei. (AFIC, 1999; Veolia Water Solutions and Technologies, 2007; GLR Solutions Ltd., 2007; Siemens Water Technologies, 2005)

Der Einsatz eines externen Rückspülsystems verhindert das Auftreten sogenannter „toter“ Zonen, da aufgrund des Auseinanderreißen des Filterbettes jedes einzelne Partikel gereinigt wird.

Die Rückhaltung und Regenerierung des Filtermaterials minimiert den Verlust des Mediums sowie das Entsorgungsproblem. Des Weiteren verhindert die Regenerierung „mud balling“ (das Durchreißen des Filterbettes wegen zu starker Beladung mit Öl- und Feststoffpartikel) sowie Kanalbildungen, die ebenfalls zum Verlust der Filterwirkung führen. (AFIC, 1999; Dalian Yooqi Environment Protection Co., Ltd., 2007)



### 2.1.4 Leistungsfähigkeit

Die Leistungsfähigkeit des Nussschalenfilters wird durch folgende Parameter beeinflusst:

- Korngröße, Art und Oberflächenbenetzbarkeit des eingesetzten Nussschalengranulats
- Betttiefe
- Fluxrate (bzw. Filtrationsgeschwindigkeit)
- Öl-in-Wasser – Tropfengrößenverteilung
- Stabilität der Emulsion
- Beschaffenheit des Erdöls
- Zulaufschwankungen
- Verwendete chemische Zusätze
- Rückspülvolumen pro Behältervolumen („Mediumsdurchsatz“)

Insgesamt wird die Leistungsfähigkeit von den Herstellern der Nussschalenfilter wie folgt dargestellt:

- Abtrennung von 95 – 99 % der Feststoffe (bis 2 ppm > 5 µm)
- Abtrennung von 90 – 99 % der Kohlenwasserstoffe (bis ≤ 1 – 5 ppm)

## 2.2 Filtermaterial Nussschalengranulat

Für einen Nussschalenfilter werden Granulate aus Walnuss- und/oder Pekannussschale verwendet.

Die Teilchen der Pekannussschale sind flach und klar abgegrenzt. Ein Filterbett aus Pekannussschalen kann sehr dicht gepackt werden und wird daher auch zur Abtrennung sehr kleiner Schadstoffe, wie z. B. für die Filtration von Meerwasser, verwendet. Eine Mischung aus Walnussschalengranulat mit einem geringen Anteil an Pekannussschalen bildet hingegen ein relativ lockeres Filterbett, das sich für Filtrationen relativ großer Ölpartikel eignet.

Bei den Walnussschalen muss zwischen der „englischen“ und der „schwarzen“ Walnuss unterschieden werden. Die schwarze Walnuss hat eine härtere und dickere Schale sowie eine unregelmäßigere Form als die Pekannussschale. Im Gegensatz zur englischen Walnuss, die wesentlich mehr leichtes und nachgiebiges Mark besitzt, enthält die Schale der schwarzen Walnuss wenig bis gar kein Mark. Aufgrund der größeren Widerstandsfähigkeit und besten Oberflächencharakteristik wird hauptsächlich das Granulat der schwarzen Walnuss als Filtermaterial eingesetzt. (Hensley C., 1989)

Gängige Korngrößen des schwarzen Walnussschalengranulats sind mesh 12/20 (entspricht 0,84 – 1,68 mm) in den USA und mesh 20/40 (entspricht 0,42 – 0,84 mm) in China.



### 2.2.1 Vorteile des Nussschalengranulats gegenüber konventionellen Filtermedien (Sand, Anthrazit)

Wie schon zuvor erwähnt ist die Oberfläche des Nussschalengranulats rauer als die herkömmlicher Filtermedien, was zu einer größeren spezifischen Oberfläche führt. Bedingt durch diese große Adsorptionsfläche haften die Öltröpfchen leicht an. Die exzellente Oberflächencharakteristik der Nussschale eignet sich sehr gut für die Koaleszenz kleiner Öltröpfchen, die sich dann als große Öltropfen von der Nussschalenoberfläche lösen und in den Hohlräumen des Filterbettes zurückgehalten werden. Durch diese hohe Wasseraffinität lässt sich das Nussschalengranulat auch sehr gut rückspülen. Und da die relative Dichte der Nussschalen nur ein wenig höher ist als die des Wassers ( $1,25 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$ ), ergibt sich ein guter Umwälzungseffekt, wodurch die erforderliche Rückspülintensität minimiert wird. Der Verlust an Filtermaterial wird durch ein hohes Elastizitätsmodul (17000 p.s.i.) und die hohe Widerstandskraft gegen Deformation, Abrieb oder Bruch reduziert. (GLR Solutions Ltd., 2007)

Die Feststoffpartikel werden aufgrund der bindenden Fähigkeit des adsorbierten Öls zurückgehalten. Die Effektivität des Feststoffrückhaltes kann sich durch die Anwesenheit von Öl steigern, kann aber auch dazu führen, dass Feststoffpartikel den Filter passieren, wenn zu wenig Öl zufließt.

Wegen der großen Adsorptionskraft des Öls ergeben sich daher hohe Abscheidegrade von 90 – 95 % bei der Öl- und bis zu 98 % bei der Feststoffabtrennung. (AFIC, 1999; Veolia Water Solutions and Technologies, 2007; Petreco International Inc., 2003)

Nach entsprechender Vorbehandlung der Nussschalen hat das Granulat eine gute chemische Stabilität. D. h. es lässt sich nur schwer in basischen oder sauren Lösungen auflösen und es ist korrosionsresistent.

Des Weiteren ist das Filtermaterial unempfindlicher gegenüber Fouling als etwa Sand oder Steinkohle, da die Nussschale Phenole enthält, die antibakteriell wirken. (Veolia Water Solutions and Technologies, 2007)

## 3 Versuchsanlage Nussschalenfilter

Parallel zum Betrieb der Versuchsanlage Nussschalenfilter (NSF) wurde eine zweite Versuchsanlage am Standort der Gewinnungsstation Matzen XII (Ma XII) getestet, die sich mit der Optimierung der Reinigungsstufen 1 bis 3 beschäftigte. Da diese allerdings zum Beginn der Versuche noch keine konstante Ablaufqualität zu den gewünschten Zulaufbedingungen liefern konnte, wurden die ersten Versuchsreihen des Nussschalenfilters am Standort der Wasserflut Schönkirchen (WFO) durchgeführt. Dort wurde als Zulauf ein Teil des in der bestehenden Flutanlage aufbereiteten Formationswassers verwendet.

### 3.1 Versuchsaufbau

#### 3.1.1 Wasserflut Schönkirchen

Die gesamte Versuchsanlage (ausgenommen der 5 m<sup>3</sup>-Tank) befand sich in einem Baucontainer, der neben dem Schacht, in dem die Wasserstränge zusammengeführt werden, bevor sie ins Becken 1 geleitet werden, aufgestellt wurde.

Abbildung 2 und Abbildung 3 stellen das R&I – Fließbild der Versuchsanlage Nussschalenfilter dar, so wie sie am Standort der Wasserflut Schönkirchen zur Durchführung der Zyklen 1 bis 21 in Verwendung war. Das Fließbild musste aufgrund der Größe der Zeichnung geteilt werden.

Der 5 m<sup>3</sup>-Tank, der außerhalb des Baucontainers stand, wurde mithilfe der Kreiselpumpe P1 mit Formationswasser des Stranges I der WFO gefüllt. Der Strang I enthält die Formationswässer der Gewinnungsstationen Matzen V und VI, welche beide asphaltbasisches Öl (im Folgenden mit A-Öl abgekürzt) beinhalten und die aufgrund ihres Absetzverhaltens ausgewählt wurden. Dieser große Tank diente als Absetztank, in dem rund 85 % des Öls abgeschieden wurden. Die Feststoffpartikel setzten sich am Boden des Tanks ab, während die Öltropfen oben aufschwammen. Ein paar Zentimeter unter der Wasseroberfläche befand sich ein Überlauf, über den Öl und überstehendes Wasser ablaufen konnten. Das vorgereinigte Wasser wurde im unteren Drittel des Absetztanks entnommen und floss mithilfe des statischen Drucks in einen 1 m<sup>3</sup>-Tank (Behälter A) im Baucontainer. Wie schon der große Absetztank fungierte auch dieser kleine Behälter als Ölabscheider, um die Ölkonzentration im Wasser auf 10 bis 20 ppm zu reduzieren. Der Zulauf befand sich etwa auf einem Drittel der Höhe des Behälters, um sowohl die abgesetzten Feststoffe als auch die aufschwimmenden Öltropfen nicht umzuwälzen und Durchmischungseffekte zu vermeiden. Über den Ölüberlauf konnte nicht nur kontinuierlich Öl abgezogen, sondern zusätzlich das Wasserniveau konstant gehalten werden. Um eine konstante Wassertemperatur von ca. 30 °C zu gewährleisten, waren am Boden des Absetzbehälters Heizschlangen installiert und der ganze Behälter mit Dämmwolle isoliert. Mittels der Schneckenpumpe P3 wurde das Formationswasser aus diesem Behälter in den Nussschalenfilter gefördert. Der Filterablauf wurde zurück in den Schacht der Flutanlage geleitet.





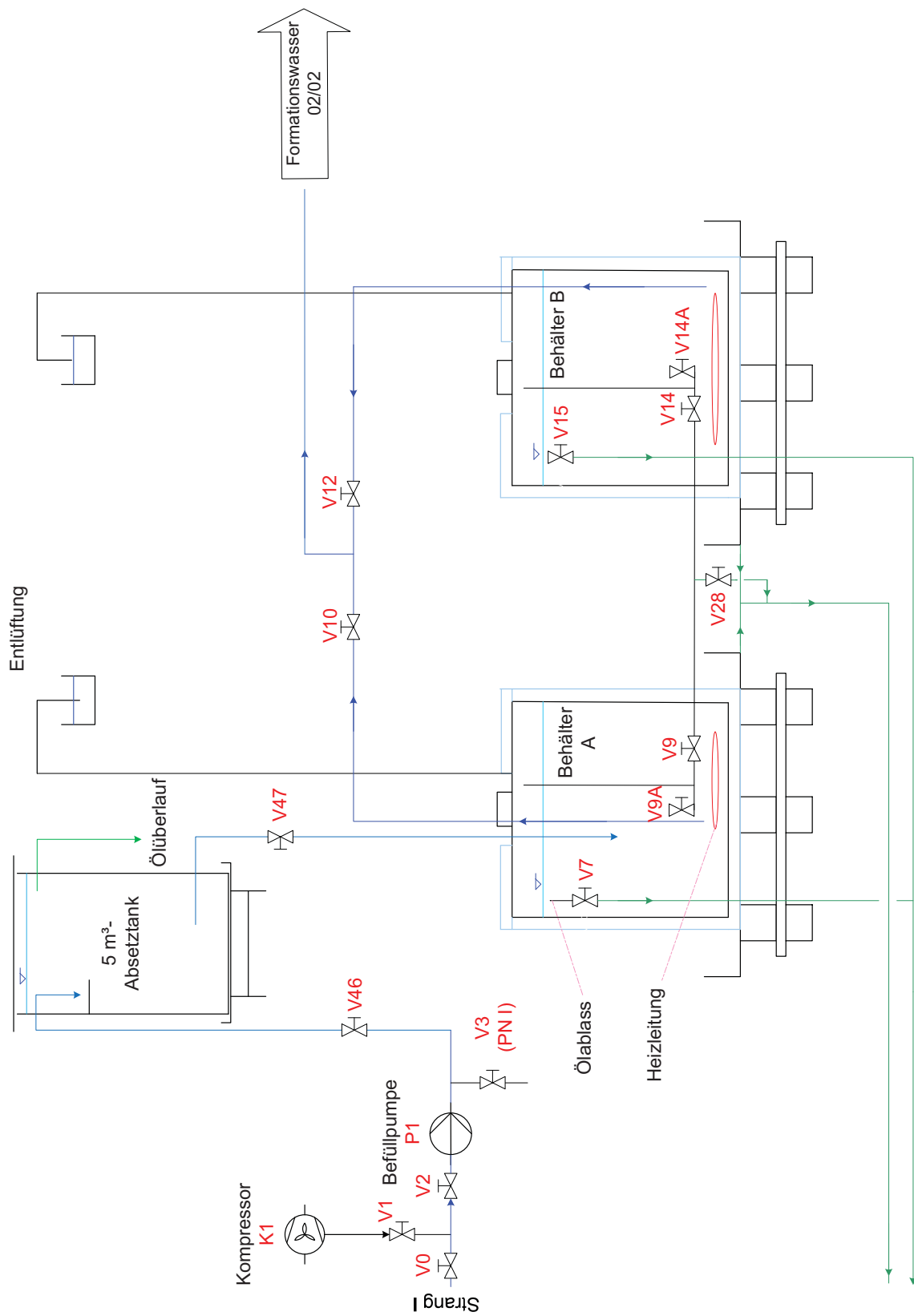


Abbildung 2: R&I Fließbildes der Versuchsanlage Nusschalenfilter auf der Wasserflut Schönkirchen – Teil 1

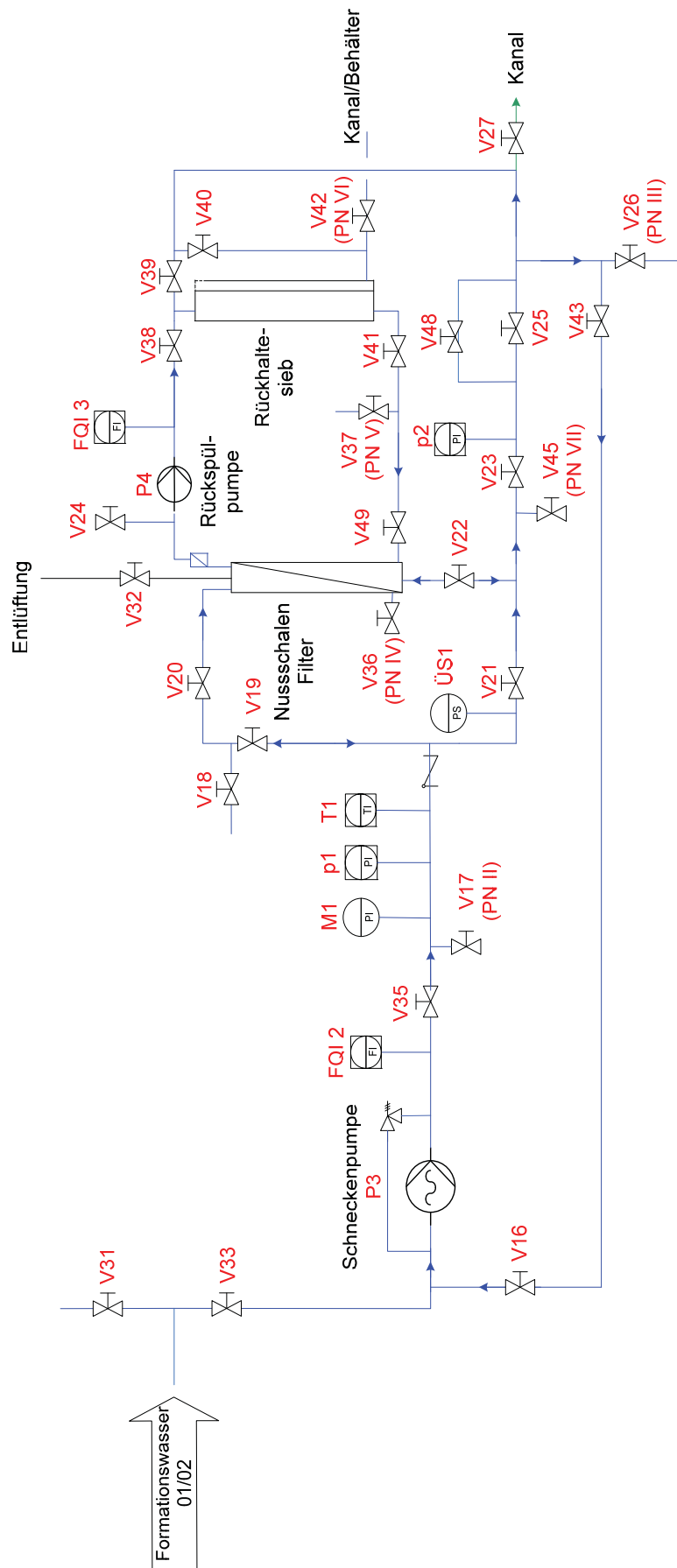


Abbildung 3: R&I Fließbild der Versuchsanlage Nusschalenfilter auf der Wasserflut Schönkirchen – Teil 2



### 3.1.2 Gewinnungsstation Matzen XII

Nachdem die Versuchsanlage der übrigen Reinigungsstufen (nachfolgend Versuchsanlage Flotation genannt) eine zufriedenstellende Ablaufqualität liefern konnte, wurde die Versuchsanlage Nusschalenfilter 7 Wochen nach Beginn des ersten Versuchs auf der Wasserflutanlage Schönkirchen auf den Standort Gewinnungsstation Matzen XII verlegt.

Durch die Verlegung war es möglich die Versuchsreihen unter realistischeren Bedingungen fortzuführen. Problematisch am Zulauf der WFO war, dass in Strang I die Öltröpfchen nicht wie gewünscht in freier Form vorlagen, sondern an Eisensulfid-Partikeln hafteten, die entweder der Lagerstätte oder korrodierten Rohrleitungen entstammten. Dieser Umstand führte dazu, dass das Öl mit dem Eisensulfid filtriert anstatt adsorbiert wurde. Ein weiteres Zeichen dafür, dass eine Filtration und keine Adsorption stattfand, war der Vergleich des Eisengehaltes vor und nach dem Filter. Auf der WFO befand sich vor dem Filter eine viel geringere Menge Eisen in Lösung und nach dem Filter eine wesentlich kleinere Gesamtmenge an Eisen als auf der Gewinnungsstation Ma XII. Das bedeutet, dass die Öltröpfchen im Zulauf der Gewinnungsstation Ma XII weniger am Eisensulfid anhaften.

Des Weiteren wurde das Wasser auf der Gewinnungsstation Ma XII zur besseren Abtrennung der Öl- und Feststoffpartikel in der vorgeschalteten Flotationsanlage mit Chemikalien wie PAX (Polyaluminiumchlorid zur Flockenbildung), Drewfloc (anionisches Polymer zur Koagulation der Flocken) und Sedifloc (kationisches Polymer zur Stabilisierung der Polymerflocke) versetzt. D. h. auch der Zulauf des Nusschalenfilters enthielt diese Chemikalien, die den Filtrationsvorgang allerdings nicht behindern sollten.

Zusätzlich enthielt es im Gegensatz zum Wasser von Strang I der WFO A- und P-Öl-Wasser (P-Öl bezeichnet paraffinbasiertes Öl). Die ersten Monate wurden die Versuche mit einer 1:1-Mischung aus A- und P-Öl-Wasser durchgeführt. Erst später wurde das Mischungsverhältnis geändert, als sich herausstellte, dass in Zukunft nur mehr 2 bis max. 5 % P-Öl-Wasser im Formationswasser enthalten sein werden.

Als Zulauf für den Nusschalenfilter diente nun direkt der Ablauf aus der Flotationsanlage. Mithilfe eines Strömungsteilers, der über ein pneumatisches Ventil geregelt wurde, wurde lediglich der über die Schneckenpumpe P3 festgelegte Volumenstrom dem Ablaufstrom des Klarwasserabzuges der Flotationsanlage entnommen und in den Nusschalenfilter gefördert. Das gefilterte Wasser lief, wie auch schon auf der Wasserflut, in den Kanal ab.

Abbildung 4 zeigt den Verlauf des Formationswassers in der Versuchsanlage Nusschalenfilter auf der Gewinnungsstation Ma XII.

Die detaillierte Beschreibung der Anlagenteile in den Abbildungen 2, 3 und 4 befindet sich im Anhang.



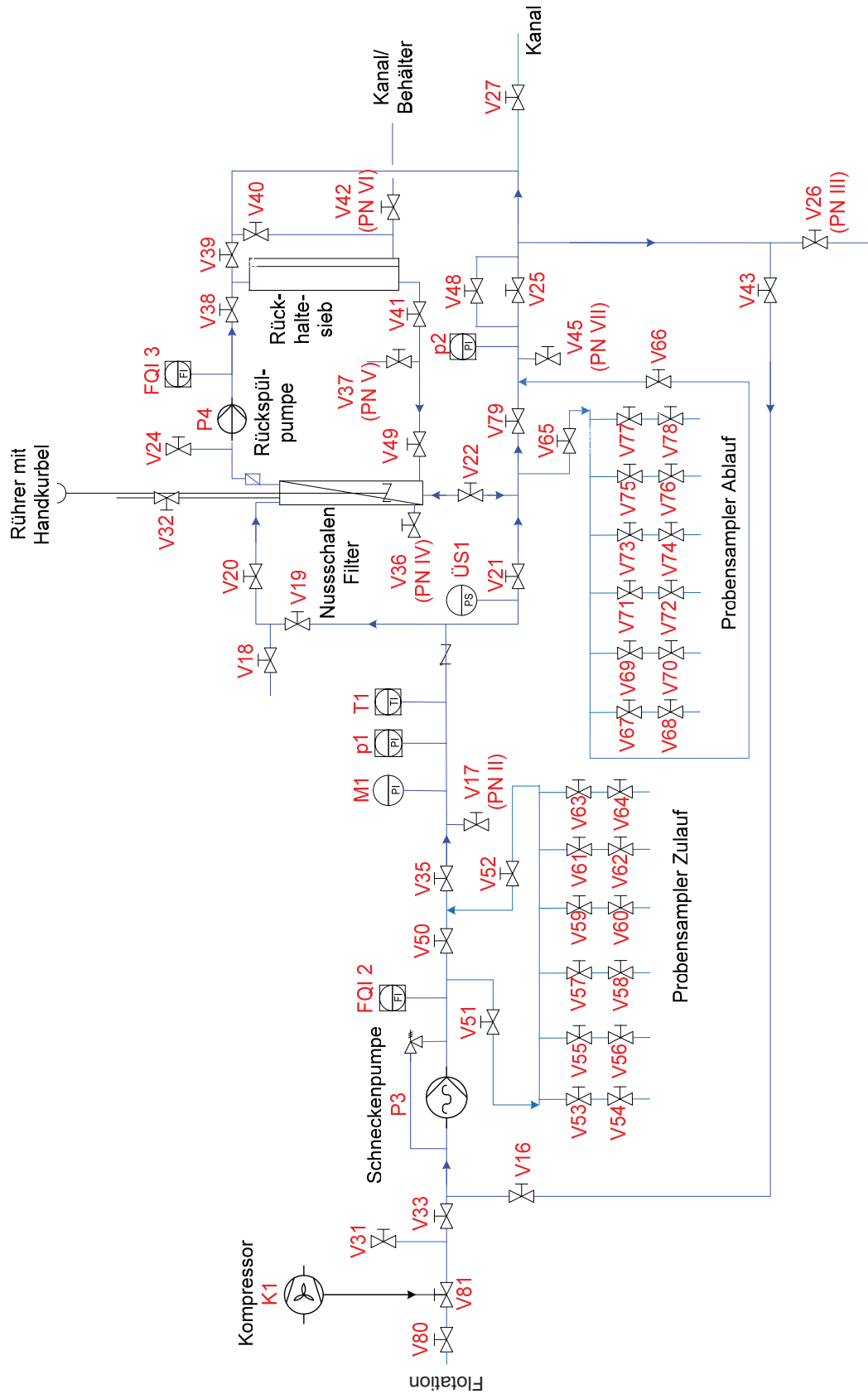


Abbildung 4: R&I Fließbild der Versuchsanlage Nusschalenfilter auf der Gewinnungsstation Matzen XII



### 3.1.3 Nusschalenfilter

Der Nusschalenfilter wurde in Anlehnung an ein Filtersystem der Firma Whittier Filtration (Veolia Water Solutions and Technologies, 2007) gebaut, welches einige Zeit auf der Gewinnungsstation Matzen XII getestet worden war. Sowohl die Planung als auch die Konstruktion des Filters wurde innerhalb des Projektteams „Flutanlage neu“ durchgeführt.

Wie in Abbildung 5 zu sehen ist, besteht die Filtersäule aus einem Plexiglasrohr (A), welches 86 cm hoch ist und einen Innendurchmesser von 11 cm hat. Das Rohr wird mithilfe von vier Gewindestangen zwischen Boden (B) und Deckel (C) eingespannt und mit O-Ringen abgedichtet. Im Boden ist ein Rückhaltesieb mit einer Maschenweite von 0,4 mm eingebaut, weil die kleinste zu testende Korngröße 0,42 mm beträgt (siehe Kap. 4.1). Je nach Korngröße kann es aber auch gegen ein Rückhaltesieb mit einer anderen Maschenweite ausgetauscht werden. Des Weiteren enthält der Boden eine Probenahmestelle zur Entnahme von Granulat (D) und einen Stutzen zum externen Rückspülsystem (E), durch den das Granulat wieder in die Filtersäule zurück geführt wird. Im Deckel des Nusschalenfilters befinden sich neben dem Stutzen für den Zulauf des Formationswassers (F) eine Öffnung, durch die das Granulat zum externen Rückspülsystem (G) ausgetragen wird, und eine Öffnung für die Entlüftung des Filters (H).

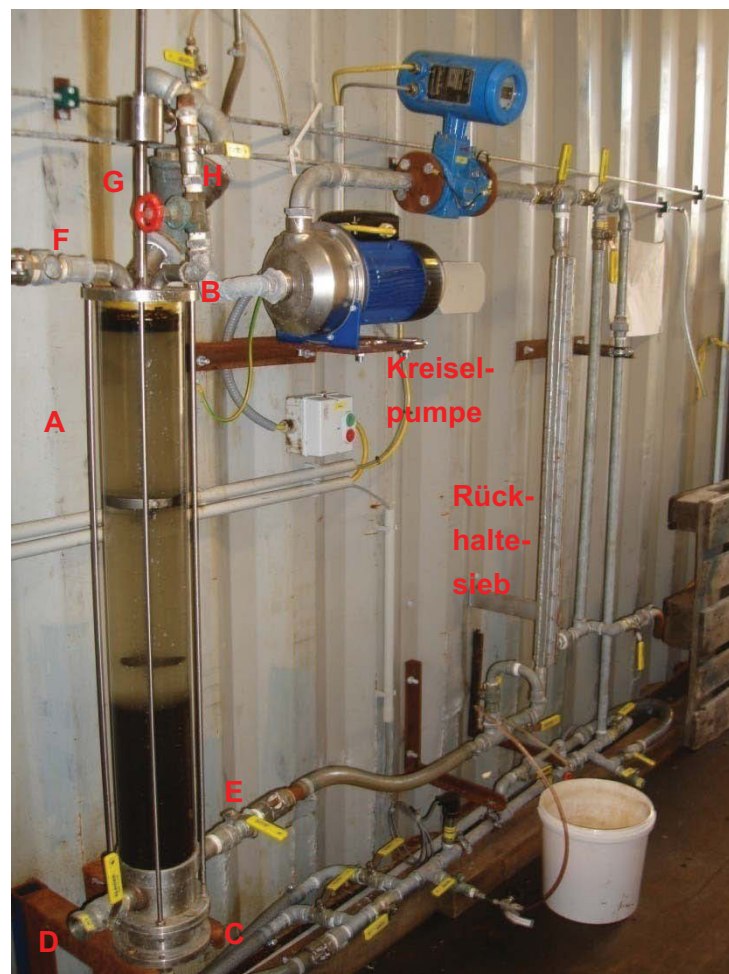


Abbildung 5: Nusschalenfilter

## 3.2 Versuchsdurchführung

### 3.2.1 Vorbereitung

Bevor ein Zyklus (entspricht der Dauer eines Versuchs zwischen zwei Rückspülvorgängen) gestartet werden konnte, musste das ausgewählte Nussschalengranulat gewaschen und konditioniert werden, damit das Feinstmaterial des Granulats den Filtrationsverlauf nicht durch Aufschwimmen oder Verlegen der Rückhaltesiebe behinderte. Außerdem musste die Öl-Adsorptionsfähigkeit des Granulats erst durch Benetzung mit ölverunreinigtem Wasser hergestellt werden (in dieser Arbeit Konditionierung genannt).

Zum Auswaschen des Feinstmaterials wurde die für die Versuche benötigte Menge Nussschalengranulat in einen Kübel gefüllt und ungefähr eine Stunde mit Leitungswasser gespült. Da das vollständig getrocknete Filtermedium bei der ersten Berührung mit dem Wasser sofort aufschwamm, wurde ein Netzmittel (Tensid) beigemischt, um den Materialverlust durch aufschwimmendes und dadurch weggeschwemmtes Granulat zu minimieren.

Das gewaschene Nussschalengranulat wurde in den Filter gefüllt, bis eine Betttiefe von 36 bis 38 cm erreicht war, und für einige Minuten unter mechanischer Belastung rückgespült, um die verbliebenen Reste Feinstmaterial auszuschwemmen. Die Filtration wurde gestartet, sofort nachdem das Granulat in der Filtersäule wieder zusammengesammelt worden war, damit sich ein gut durchmischtes Festbett formen konnte.

Die Konditionierung des Granulats mit ölverunreinigtem Formationswasser fand meist in der Filtersäule statt. So zeigte die Erfahrung, dass die Öladsorptionsfähigkeit ungefähr ab dem dritten Zyklus nach Einfüllen des Granulats hergestellt war. Davor lag der Abscheidegrad, nachfolgend Wirkungsgrad der Entölung genannt, unter 60 %.

Der Abscheidegrad bzw. der Wirkungsgrad der Entölung  $\eta$  ergibt sich aus dem Quotienten der Beladungen vor und nach dem Filter in ppm ausgedrückt in Prozent, wie in Formel 1 ersichtlich ist.

$$\eta [\%] = 100 - \left( \frac{\text{Beladung KW im Ablauf [ppm]}}{\text{Beladung KW im Zulauf [ppm]}} * 100 \right) \quad (1)$$

### 3.2.2 Versuchsablauf und Betriebsparameter

Bevor ein Filtrationsversuch gestartet werden konnte, musste sichergestellt werden, dass das Filtermaterial rückgespült und das Wasser in den Rohrleitungen in Bewegung war, damit keine Ablagerungen mitgerissen werden konnten. War die Versuchsanlage NSF außer Betrieb, so wurden vor Beginn des Zyklus mithilfe des Förderstroms der Schneckenpumpe P3 (siehe Abbildung 2 und Abbildung 4) die Leitungen je nach Verschmutzungsgrad für 10 bis 20 min. gespült. Für den Start des Filtrationsvorganges wurden dann lediglich die jeweiligen Kugelhähne umgestellt.



Während des Filtrationsvorganges trat das in der Flotationsanlage vorgereinigte Formationswasser am oberen Teil der Filtersäule ein, durchströmte das Filterbett und verließ den Filter am unteren Ende durch ein Rückhaltesieb, um dann in den Kanal geleitet zu werden.

Zu Beginn eines Zyklus wurde immer der Durchsatz überprüft, weil die Filtrationsgeschwindigkeit (bei Nussschalenfiltern Flux oder Fluxrate genannt) einen wichtigen Betriebsparameter darstellt, der die Leistungsfähigkeit des Filters beeinflusst.

Der Flux ergibt sich aus dem Quotienten von Durchsatz und Filterfläche:

$$\text{flux [m/h]} = \frac{\text{Durchsatz [m}^3/\text{h]}}{\text{Filterfläche [m}^2\text{]}} \quad (2)$$

Außerdem wurde mittels eines Nadelventils ein Gegendruck von etwa 0,1 – 0,2 bar eingestellt, der die Aufgabe hatte das Wasser im Filter ein wenig zurückzustauen, um zu gewährleisten, dass die Filtersäule mit Wasser gefüllt blieb. Des Weiteren wurde der Druck vor und nach dem Nussschalenfilter gemessen, da die Druckdifferenz zwischen den beiden als Indikator für den Zeitpunkt der Rückspülung diente. Durch die Anlagerung der Öl- und Feststoffpartikel am Granulat erhöhte sich der Filterwiderstand und der Druck vor dem Filter stieg an, während der Druck danach relativ konstant blieb. Erreichte die Druckdifferenz einen Wert von ungefähr 1 bar, wurde das Filterbett rückgespült, um das Filterbett nicht zu stark zu beladen und das Plexiglasrohr des Filters nicht durch zu hohen Druck zu gefährden.

Die Messung des Druckes vor und nach dem Filter übernahmen Drucksensoren in der Rohrleitung. Diese Werte sowie die Messwerte der Zulauftemperatur und der Durchflussmenge des Zulaufs wurden mithilfe eines Ecographen aufgezeichnet und konnten mit Hilfe eines Computers jederzeit ausgelesen werden.

Ungefähr 15 Minuten nach Beginn der Filtration wurde die erste Probe genommen. Diese war wichtig, um zu sehen, ob der Filter richtig arbeitete. Die Probenahmen wurden danach alle 1 bis 2 Stunden wiederholt, um den Verlauf der Filterwirkung nachvollziehen zu können. Zu jeder Probe wurden Datum, Zeit, Durchsatz, Druck vor und nach Filter, Zulauftemperatur und Filterbetthöhe notiert. Die Zulauftemperatur wurde aufgezeichnet, weil sie Einfluss auf das Verhalten der Ölpartikel hat. Die Filterbetthöhe gab Auskunft über möglichen Materialverlust.

Als Abbruchkriterium galt entweder der Anstieg des Drucks vor dem Filter auf 1,5 bar oder ein Durchbruch des Filterbettes, was sich durch einen starken Anstieg der Ölkonzentration im Ablauf bzw. einen raschen Abfall des Wirkungsgrades der Entölung bemerkbar machte. Erreichte der Druck vor dem Filter 1,5 bar und der Versuch wurde nicht manuell abgebrochen, wurde eine Sicherheitsabschaltung ausgelöst, wodurch die Schneckenpumpe P3 ausgeschaltet und das pneumatische Ventil, das den Wasserzulauf regelt, geschlossen, damit das Plexiglasrohr des Filters nicht durch zu hohen Druck beschädigt werden konnte. Für den Fall, dass die Versuchsanlage Flotation ausfiel und der Wasserzulauf zum Filter unterbrochen wurde, wurde bei der Sicherheitsabschaltung auch ein Minimumgrenzwert von 0,25 bar festgesetzt, damit die Pumpe nicht „trocken“



laufen konnte. Diese Maßnahmen waren nötig, um die Versuchsanlage auch ohne Anwesenheit eines Betreuers, z. B. in der Nacht, betreiben zu können.

### 3.2.3 Rückspülung

Wurde eines der Abbruchkriterien erreicht, wurde rückgespült. Art und Menge des Zulaufstromes blieben für die gesamte Dauer des Rückspülvorganges gleich. Für die Rückspülung wurde die Filtrationsrichtung umgekehrt und das Filterbett von unten angeströmt. Dabei hob es sich und wurde aufgelockert. Die in den Hohlräumen angesammelten Öl- und Feststoffpartikel wurden freigesetzt und nach oben ausgetragen. Kaum hatte sich das Filterbett gelockert, wurde die Kreiselpumpe P4 (siehe Abbildung 2 und Abbildung 4) eingeschaltet und der Säuleninhalt über einen Bypass im Kreis geführt. Die durch Reibung und Kollision gelösten Öl- und Feststoffpartikel traten durch ein Sieb, an dem sie vom Nussschalengranulat getrennt wurden, aus und verließen das System. Nach 1 Minute mechanischer Belastung wurde die Pumpe ausgeschaltet. Das Filterbett wurde weiterhin von unten angeströmt und die Öl- und Feststoffpartikel ausgetragen. Dieser Ausspülvorgang dauerte meist 3 Minuten, in denen man beobachten konnte, wie oberhalb des Filterbettes langsam sauberes Wasser aufstieg. Die Schritte der mechanischen Belastung und des anschließenden Ausspülens wurden solange wiederholt, bis sich das Filtermedium wieder regeneriert hatte. Das zeigte sich dadurch, dass das Nussschalengranulat wieder seine ursprüngliche braune Farbe angenommen hatte und die Wassersäule über dem Filterbett wieder klar war. Abschließend wurde das Granulat mithilfe weniger Impulse der Kreiselpumpe in der Filtersäule gesammelt und die Filtration wurde erneut gestartet. Das Nussschalengranulat wurde mithilfe des Wasserdruckes durch den Zulauf zum raschen Absetzen gezwungen, um ein gut durchmischtes Filterbett zu bilden. Insgesamt dauerte der Vorgang der Rückspülung etwa eine halbe Stunde und benötigte 2,5 bis 4 % der im Versuch durchgesetzten Wassermenge, was umgerechnet auf den Tagesdurchsatz einer Wassermenge von durchschnittlich 2 % entspricht.

Bei manchen Zyklen wurde das Filterbett zwischengespült, um die Filterstandzeit zu verlängern. Der Vorgang der Zwischenspülung war ähnlich zu dem der Rückspülung. Der Unterschied lag darin, dass bei der Zwischenspülung die mechanische Belastung nur 30 s dauerte, das Granulat noch vor dem Ausspülen der Öl- und Feststoffpartikel zusammengeholt wurde und die Schritte der mechanischen Belastung und des Ausspülens nicht wiederholt wurden. Die Zwischenspülung dauerte also insgesamt nur 4,5 min. und diente dazu durch Entfernung der Flocken aus dem Filterbett und Durchmischung des Filterbettes den Differenzdruck zu verringern, damit die Filtration weitergeführt werden konnte.

## 3.3 Analysenmethoden

Um den Verlauf und die Ergebnisse eines Versuchszyklus interpretieren zu können, wurden an den Probenahmen unter anderem die in den folgenden Kapiteln beschriebenen chemischen Analysen durchgeführt.





### 3.3.1 Bestimmung des Kohlenwasserstoffgehaltes im Formationswasser

Dieses Analyseverfahren wird mit dem GSA Ölmesssystem OMS-1 nach DIN 38409 – H18 (DEV, 1981) durchgeführt und beruht auf dem Prinzip der Extraktion der Kohlenwasserstoffe (KW) in die organische Phase mithilfe von 1,1,2-Trichlortrifluorethan (Freon), die dann mittels  $\text{CH}_2/\text{CH}_3$ -Banden über die Infrarotspektren (IR) detektiert werden.

Die Wasserproben werden mit gereinigten, gewogenen Probeflaschen aus Glas genommen und anschließend erneut gewogen. Danach werden sie mit 25 ml Freon versetzt und 10 min mit einer Frequenz von  $200 \text{ min}^{-1}$  am Linearschüttler ausgeschüttelt. Die extrahierte organische Phase wird von der Wasserphase getrennt und beim Filtrieren über 8 g Aluminiumoxid von polaren Substanzen befreit. Das zuvor kalibrierte Messgerät analysiert dann die gereinigte Kohlenwasserstoffphase. Abschließend wird mittels Probengewicht und Verdünnungsfaktor der Ölgehalt im Formationswasser in ppm KW berechnet. Liegt das Analysenergebnis außerhalb des Messbereichs von 0 – 200 ppm KW, wird die extrahierte, organische Phase mit 1,1,2-Trichlortrifluorethan verdünnt und erneut gemessen.

### 3.3.2 Water Blocking Factor (WBF)

Der WBF ist eine OMV-interne Kennzahl für die qualitative Bewertung des Filtrationsverhaltens von aufbereitetem Formationswasser und stellt ein Kriterium der Injektivität desselben dar. Beschrieben wird der Versuchsablauf in der OMV LEP Arbeitsanweisung AA D CHE 430 (OMV LEP, 2006).

Die Probe des aufbereiteten Formationswassers wird anaerob genommen, um den Kontakt mit Sauerstoff und den damit verbundenen Eisenausfällungen zu vermeiden. Danach wird sie mittels Stickstoff, der unter einem konstanten Druck von 1,4 bar steht, über einen Zellulosenitratfilter mit einer Porenweite von  $3 \mu\text{m}$  für Wasser aus dem Ablaufstrom des Nusschalenfilters oder  $8 \mu\text{m}$  für Wasser aus dem Zulaufstrom gefiltert. Dabei werden das durchgesetzte Filtratvolumen  $V$  und die Zeit  $t$ , in der das Filtratvolumen durchgesetzt wurde, aufgezeichnet, die in folgender Beziehung stehen:

$$V = \frac{R_{init}}{\lambda} (1 - e^{-\lambda t}) \quad (3)$$

Abgeleitet nach der Zeit ergibt sich Formel 4, die nach  $\lambda$  umgeformt, die Filtrierbarkeit des Formationswassers beschreibt:

$$\frac{dV}{dt} = R_{init} - V\lambda = \lambda(V_{\infty} - V) \quad (4)$$

$R_{init}$  ... die anfängliche, ideale Filtrationsgeschwindigkeit, die abhängig ist von Filter und Differenzdruck – muss mit Reinwasser bestimmt werden

$\lambda$  ... Exponentialfaktor (ähnlich der Radioaktivität), um den die Filtrationsrate über die Zeit abnimmt



$\frac{R_{init}}{\lambda} = V_{\infty}$ , welches das nach unendlicher Zeit abfiltrierte Gesamtvolumen darstellt

$\lambda$  kann daher als Verblockungsfaktor angesehen werden, der so gering wie möglich sein sollte. Eine zufriedenstellende Qualität für die Reinjektion von Formationswasser ist ein Wert  $< 0,7$ . Das entspricht einem durchgesetzten Volumen von mindestens 3,8 l in 210 s.

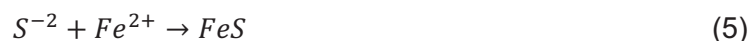
### 3.3.3 Abfiltrierbare Stoffe

Für die Bestimmung der abfiltrierbaren Stoffe müssen die bei der WBF-Bestimmung eingesetzten Filter vorher leer gewogen werden. Nach der Filtration des Formationswassers werden die Filter mithilfe von Isopropanol, Testbenzin und destilliertem Wasser chlorid- und ölfrei gewaschen und ungefähr 1 ½ Stunden im Trockenschrank bei 105 °C getrocknet. Abschließend werden die getrockneten, abgekühlten Filter erneut gewogen. Die Differenz aus Leergewicht und Gewicht des Filters im beladenen Zustand ergibt die Menge der abfiltrierten Stoffe, die ebenfalls so gering wie möglich sein sollte ( $\leq 1$  mg/l). (OMV LEP, 2006)

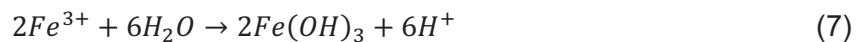
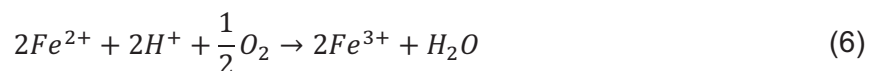
### 3.3.4 Bestimmung des Eisengehaltes im Formationswasser

Die Bestimmung des Eisengehaltes im Formationswasser erfolgt nach den Arbeitsanweisungen von Spectroquant Crack Set – 114688 (Merck KGaA, 2001) und Spectroquant Eisen-Test – 11476 (Merck KGaA, 2008) der Firma Merck KGaA.

Das im Wasser enthaltene Eisen stammt entweder aus der Lagerstätte oder korrodierten Rohrleitungen und liegt meist in zweiwertiger Form vor. In Verbindung mit Sulfid bildet es unlösliches Eisensulfid (Schwefeleisen, siehe Formel 5) und bei Kontakt mit Sauerstoff fällt es als Eisen(III)hydroxid aus (siehe Formel 6 und 7). In beiden Fällen verschlechtert es die Injektivität des zu verpressenden Wassers. Als Schwefeleisen kann es zusätzlich durch Anhaftung an die Öltröpfchen den Auftrieb bei der Öl-Wasser-Trennung behindern.



Bildung von Eisen(III)hydroxid:



Um Eisenausfällungen zu vermeiden, werden die Wasserproben unter Sauerstoffausschluss (anaerob) genommen. Ein Teil der Wasserprobe wird zur Entfernung der (eisenhaltigen) Feststoffe über ein 0,45 µm-Filter filtriert. Danach werden sowohl die gefilterte als auch die ungefilterte Probe mit Ammoniumperoxydisulfat versetzt. Dieses Reagenz bewirkt die Oxidation des Eisens zu  $Fe^{3+}$ . Zur Beschleunigung des Vorganges werden die Proben für 1 Stunde bei 120 °C erhitzt. Nach Abkühlung der Proben werden 2 weitere Reagenzflüssigkeiten zugegeben, die einerseits das erste Reagenz neutralisieren und andererseits das Eisen im Spektralphotometer „sichtbar“ machen. Die gefilterte Probe liefert den Gehalt an gelöstem Eisen und die ungefilterte den



Gesamteisengehalt im Formationswasser. Die Differenz dieser photometrisch erhaltenen Messergebnisse stellt folglich die Menge des abfiltrierten Eisens dar, die  $\leq 1$  mg/l sein sollte.

Der Aufschluss der Proben wurde mit den Reagenzien des Crack Sets 10C der Firma Merck durchgeführt.

### 3.4 Auswertung

Ein Teil der für die Auswertung notwendigen Daten wurde, wie schon in Kap. 3.2.2 erwähnt, mittels eines Ecographen aufgezeichnet. Ein weiterer Teil bestand aus den Werten, die bei jeder Probenahme notiert wurden (z. B. die Filterbetttiefe). Und der letzte Teil der benötigten Daten ergab sich aus den Analysen.

Die Auswertung der Daten und die Erstellung der Diagramme erfolgte mit Excel. Die Datentabellen und Analyseergebnisse liegen dem E&P – Labor der OMV in Gänserndorf vor.

## 4 Versuchsreihen

Aufgrund der bereits durchgeführten Versuche mit dem Nussschalenfilter und der Erkenntnisse aus der Literaturrecherche (Ramler E., 2008), wurden folgende Nussschalengranulate und Korngrößen ausgewählt (siehe Tabelle 2).

Tabelle 2: Auswahl der Nussschalengranulate

| Art des Granulats                            | Korngröße  | Grund   |
|--|--|---|
| Schwarze Walnuss                             | 0,84 - 1,68 mm (mesh 12/20)                                | Wird laut Literatur in der Industrie standardmäßig eingesetzt         |
| Mischung aus schwarzer Walnuss und Pekannuss | 0,84 - 1,68 mm (mesh 12/20)<br>0,59 - 0,84 mm (mesh 20/30) | Wird laut Literatur für kleinere Öl- und Feststoffpartikel eingesetzt |
| Schwarze Walnuss                             | 0,42 - 0,59 mm (mesh 30/40)                                | Vorangegangene Versuche erzielten bessere Ergebnisse                  |

Die Untersuchung dieser Granulate und der Vergleich der Ergebnisse sollte zeigen, welche Nussschalen und Korngrößen für die Aufbereitung von Formationswasser geeignet sind.

In den nachstehenden Unterkapiteln werden die Ergebnisse aller durchgeführten Versuchsreihen sortiert nach Art der Nussschalengranulate, den jeweiligen Korngrößen und der aufzubereitenden Wasserqualität in zusammengefasster Form präsentiert. Die Reihenfolge der beschriebenen Versuche erfolgt also nicht chronologisch. Die detaillierte Beschreibung und Protokollierung der einzelnen Zyklen sind den jeweiligen Monatsberichten zu entnehmen (Steinbrugger A., a – h, 2008).

### 4.1 Wasserflut Schönkirchen (WFO)

Die ersten Versuchsreihen wurden am Standort der Wasserflut Schönkirchen durchgeführt, weil die Wasserqualität des Zulaufs dort konstanten Bedingungen unterlag.

#### 4.1.1 Schwarze Walnuss (mesh 12/20)

Für die Zyklen 16 bis 18 wurde das Granulat der schwarzen Walnuss in der Korngröße von 0,84 – 1,68 mm (mesh 12/20) als Filtermaterial eingesetzt, weil diese Art und Größe in der Literatur und bei den Lieferanten als Standard verkauft wird. Nun galt es zu überprüfen, ob dieser „Standard“ das geforderte Ergebnis für das in der Wasserflut Schönkirchen aufbereitete Wasser erbringen konnte.

Zusätzlich wurde die Filterbetttiefe von etwa 33 cm in den Zyklen 1 bis 15 verdoppelt auf rund 66 cm, um zu ergründen, ob die Betttiefe einen Einfluss auf das Filterergebnis hat.



Nach Befüllen der Filtersäule wurde das Granulat ungefähr 5 min. rückgespült, um eventuell vorhandenes Feinstmaterial ( $< 0,4$  mm; das entspricht der Maschenweite des Rückhaltesiebes) auszutragen.

Die Durchflussmenge wurde bei allen drei Zyklen konstant auf 288 l/h eingestellt, was einem Flux von etwa 30,3 m/h entspricht.

Die Filterbetttiefe sank von 66,6 cm in Zyklus 16 auf 65 cm in Zyklus 17. In Zyklus 18 wurde ein Teil des Granulats aus der Filtersäule entnommen, weil das Gesamtvolumen des Nussschalengranulats so groß war, dass es beim Rückspülen zu Verstopfungen der Leitungen geführt hat. Die Filterbetttiefe betrug bei diesem Versuch nur mehr 55 cm.

Auch Zulauftemperaturen und Druckdifferenzen blieben bei allen drei Zyklen von Beginn der Versuche bis zu deren Ende relativ konstant. Die Zulauftemperatur lag bei 33 bis 34 °C. Die Druckdifferenz betrug bei Zyklus 16 und 17 0,101 bar, in Zyklus 18 stieg sie leicht auf 0,122 bar.

Wie in nachstehender Tabelle 3 zu sehen ist, verbesserte sich zwar die Zulaufqualität mit jedem Zyklus, die Ablaufqualität verschlechterte sich allerdings. Die Werte des Wirkungsgrades sind fallend dargestellt. So bedeuten beispielsweise die Werte des Wirkungsgrades von Zyklus 18, dass der Wirkungsgrad der Entölung zu Beginn des Versuches 77% betrug, nachfolgend allerdings auf -52% sank und anschließend wieder auf 46% anstieg. Diese Darstellung ist auch in den weiteren Tabellen zu finden.

Tabelle 3: Wasserqualität von Zu- und Ablauf in den Zyklen 16 – 18

| Ölbeladung [ppm] | Zyklus 16 | Zyklus 17 | Zyklus 18       |
|------------------|-----------|-----------|-----------------|
| Zulauf           | 16 -12    | 11 – 8,2  | 8,4 – 10        |
| Ablauf           | 1,7 – 4,7 | 1,6 – 6,2 | 2,3 – 13        |
| Wirkungsgrad [%] | 89 – 60   | 86 – 30   | 77 – (-52) – 46 |

Zu den Filterstandzeiten und der daraus entstandenen Filterleistung lässt sich nicht viel sagen. Da der Wirkungsgrad stetig abnahm, kann man keinen Zeitpunkt eines Durchbruchs bestimmen. Aus diesem Grund und aufgrund der sehr niedrigen KW-Beladung des Nussschalengranulats von lediglich 1,74 bis 3,98 g KW/dm<sup>3</sup> Granulat ist allerdings ersichtlich, dass mit diesem Granulat und Flux die geforderte Ablaufqualität nicht zu erreichen ist.

Bei Zyklus 16 wurden 2 h 25 min. nach Beginn des Zyklus Wasserproben genommen, um zu bestimmen wie viel Eisen, meist in Form von Eisensulfid, abgetrennt werden kann. Der Wirkungsgrad des abfiltrierten Eisens lag bei 48 %. Da die Zeitpunkte der Probennahmen bei Zyklus 17 und 18 in die Spät- und Nachtschicht fielen, wurden keine Eisenbestimmungen durchgeführt.

In Abbildung 6 zeigt den Verlauf des Zyklus 17. Dieser Zyklus wurde ausgesucht, weil er am schönsten die Ergebnisse der drei Zyklen darstellt.



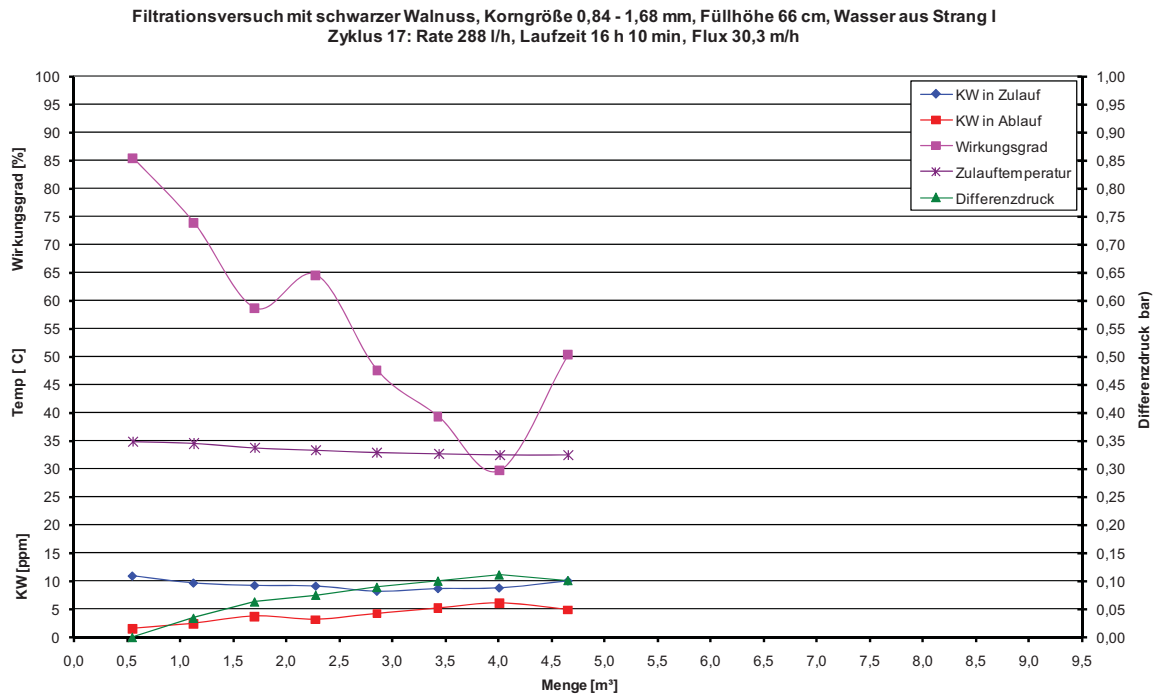


Abbildung 6: Schematische Darstellung von Zyklus 17

#### 4.1.2 Mischung aus Schwarzer Walnuss (12/20) und Pekannuss (20/30)

Da die Versuche mit dem Granulat der schwarzen Walnuss in der Korngröße von 0,84 – 1,68 mm (mesh 12/20) keine Erfolge zeigten, wurde für die Zyklen 19 bis 21 Granulat der Pekannuss in der Korngröße von 0,59 – 0,84 mm (mesh 20/30) im Verhältnis 1:1 dazu gemischt. Dafür wurde zuvor beladenes Granulat der schwarzen Walnuss entnommen. Anschließend wurden je 18 cm schwarze Walnuss- und Pekannussgranulat eingefüllt, um eine gesamte Festbetttiefe von 36 cm zu erreichen. Die kleinere Korngröße des Pekannussgranulats ist dadurch zu begründen, dass sich die Pekannuss mit dem Walnusschalengranulat mischen und im Festbett die Granulatzwischenräume ausfüllen soll. Außerdem sollte sich die weichere Pekannuss durch die mechanische Belastung der Pumpe zerreiben und so die Poren des Festbettes noch besser ausfüllen, was zu einem kompakten und dichten Festbett führen soll. Durch die auf diese Weise vergrößerte spezifische Oberfläche soll die Eliminierung der Öltröpfchen verbessert werden (Hensley C., 1989; Steinbrugger A., b, 2008)

Um den Anteil an Feinstmaterial des „neuen“ Pekannusschalengranulats auszutragen, wurde das Filterbett erneut zweimal für 2 min rückgespült.

Die Durchflussmenge wurde vorerst auf 280 bzw. 285 l/h eingestellt, was einer Fluxrate von rund 30 m/h entspricht. Da sich die Ergebnisse aber nicht verbesserten, wurde in Zyklus 21 die Filtrationsgeschwindigkeit auf 173 l/h (→ Flux = 18,2 m/h) gesenkt.

Die Filterbetttiefe sank von 36,0 cm in Zyklus 19 auf 34,0 cm in Zyklus 21. Der „Verlust“ liegt darin begründet, dass das Pekannusschalengranulat zerrieben wurde und sich dadurch besser in den Granulatzwischenräumen verteilte.



Die Zulauftemperaturen lagen bei allen drei Zyklen zwischen 32,1 und 35,4 °C. Die Schwankungen ergaben sich durch die vorherrschenden Außentemperaturen am Tag und in der Nacht, weil die Rohrleitungen nicht isoliert waren. Die Druckdifferenzen der Zyklen stiegen leicht, aber gleichmäßig an. Die Druckdifferenzen der einzelnen Zyklen unterschieden sich aufgrund der verschiedenen Filterstandzeiten zum Teil erheblich (siehe Tabelle 4).

Aufgrund des hohen Flux in Zyklus 19 und 20 wurden Öl- und Feststoffpartikel durch das Filterbett gedrückt, was dazu führte, dass die Ablaufqualität des Nusschalenfilters innerhalb kurzer Zeit von 2,3 ppm KW auf 8,6 bzw. 7,6 ppm KW anstieg. Die Qualität des Zulaufs lag währenddessen bei rund 10 ppm KW. In Zyklus 21 ergab sich, hauptsächlich wegen der geringeren Filtriergeschwindigkeit, bis zu Beginn des Durchbruchs eine relativ schöne und vor allem konstante Ablaufqualität von 1,2 bis 2,3 ppm KW. Die Zulaufqualität lag mit ungefähr 7 ppm KW allerdings auch ein wenig niedriger als bei den Zyklen 19 und 20. Kurzzeitig sank sie sogar auf 4,5 ppm KW, was aber durch Erhöhen des Durchsatzes der Kreiselpumpe P1 (siehe Abbildung 3), die das Wasser in den 5 m<sup>3</sup>-Absetztank pumpt, schnell behoben werden konnte.

Die Filterstandzeiten und die daraus resultierenden Filterleistungen sowie KW-Beladungen lagen in Zyklus 19 und 20 nah beieinander und waren nicht besonders lang. Der Zyklus 21 hingegen verlief zufriedenstellend. Der Filter brachte es auf eine Standzeit von 53 h bevor das Filterbett durchzubrechen begann. Insgesamt stand der Filter 65 Stunden. Zum Zeitpunkt des Durchbruchs betrug die Filterleistung 9,17 m<sup>3</sup> und die KW-Beladung des Nusschalengranulats 12,61 g/dm<sup>3</sup>.

In Tabelle 4 sind nochmals die wichtigsten Daten der drei mit der Granulatmischung durchgeführten Versuche aufgeführt.

Tabelle 4: Wasserqualität von Zu- und Ablauf in den Zyklen 19 – 21

|  | Zyklus 19 | Zyklus 20 | Zyklus 21           |
|--|-----------|-----------|---------------------|
| Filterstandzeit                                | 5 h 5 min | 6 h       | 53 h bis Durchbruch |
| Flux [m/h]                                     | 29,5      | 30,0      | 18,2                |
| Filterleistung [m <sup>3</sup> ]               | 1,42      | 1,71      | 9,17                |
| KW-Beladung des Granulats [g/dm <sup>3</sup> ] | 1,46      | 2,95      | 12,61               |
| Ölbeladung [ppm]                               |           |           |                     |
| Zulauf   | ~ 9       | ~ 10      | ~ 7                 |
| Ablauf   | 2,4 – 8,6 | 2,3 – 7,6 | 1,2 – 2,3           |
| Wirkungsgrad [%]                               | 75 – 5    | 78 – 26   | 70 – 85             |
| Differenzdruck [bar]                           | 0,051     | 0,085     | 0,522               |

Bei Zyklus 21 wurden 19 h nach Beginn des Zyklus Wasserproben genommen, um zu bestimmen wie viel Eisen, meist in Form von Eisensulfid, abgetrennt werden kann. Der Wirkungsgrad des abfiltrierten Eisens lag bei 62 %. Kurz vor Abbruch des Versuchs, also nach 65 h Filterstandzeit, wurden erneut Wasserproben für die Eisenbestimmung



genommen. Der Wirkungsgrad des abfiltrierten Eisens war auf 56 % gesunken. In Zyklus 19 und 20 wurden keine Eisenbestimmungen durchgeführt, da die Wasserqualitäten zu schlecht waren.

Abbildung 7 zeigt den schematischen Verlauf von Zyklus 21, weil dieser als „guter“ Versuch anzusehen ist.

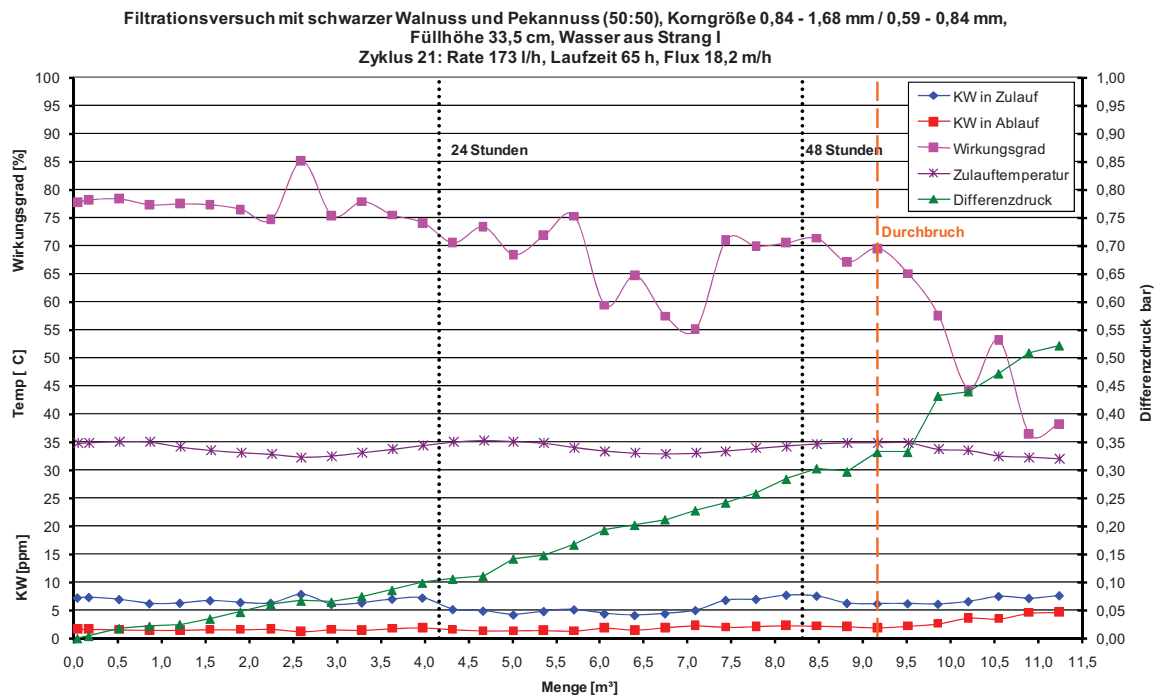


Abbildung 7: Schematischer Verlauf von Zyklus 21

### 4.1.3 Schwarze Walnuss (mesh 30/40)

Die Versuche 1 bis 15 wurden mit dem Granulat der schwarzen Walnuss mit der Korngröße 0,42 – 0,59 mm (mesh 30/40) durchgeführt, weil vorangegangene Experimente zeigen, dass damit die besten Ergebnisse erbracht wurden.

Zyklus 1 verlief sehr gut und erreichte eine Filterstandzeit von 47 h 15 min., ohne dass der Filter durchzubrechen drohte. Allerdings war die Filtrationsgeschwindigkeit sehr niedrig eingestellt, was für zukünftige Versuche und vor allem in der Großanlage nicht erwünscht ist.

Bei den nachfolgenden Versuchen ergaben sich einige Probleme, wodurch sie keine brauchbaren Ergebnisse lieferten.

Die Zyklen 8 bis 12 verliefen hingegen wieder gut. Es wurde eine Fluxrate von etwa 18 m/h eingestellt. Diese Filtrationsgeschwindigkeit war zwar niedriger als die in der Literatur empfohlenen 30 m/h (Schulz J., 1993), aber mit ihr konnten die für das in der Wasserflut aufbereitete Formationswasser benötigten Anforderungen erzielt werden.

So wurden beispielsweise die geforderten 24 h Filterstandzeit immer ohne Durchbruch erreicht. Die Filterleistungen betragen zu Beginn des Durchbruchs je nach Filterstandzeit bis zu diesem Zeitpunkt (23,5 bis 41 h) zwischen 4 und 7,2 m<sup>3</sup>, die KW-Beladungen des



Nusschalengranulats 9,5 bis 19,7 g/dm<sup>3</sup>. Die Differenzdrücke dazu lagen zwischen 0,127 und 0,347 bar und stiegen relativ gleichmäßig an.

Die Filterbetttiefe war bei allen Zyklen auf ungefähr 34 cm festgelegt und die Zulauftemperatur des Wassers schwankte zwischen 30,3 und 32,7 °C. Bei Zyklus 12 stieg die Zulauftemperatur kurzzeitig auf fast 41 °C an, weil der Zulauf von Strang I auf Strang V getauscht worden war, der zwar etwas weniger Eisensulfid enthielt, aber auch eine höhere Temperatur hatte. Da die hohe Temperatur den Verlauf des Versuchs negativ zu beeinflussen begann, wurde der Zulauf wieder zurück auf Strang I umgesteckt.

Auch die Wasserqualität lieferte schöne Ergebnisse (siehe Tabelle 5). Die Ölbeladung des Zulaufs lag bei allen fünf Zyklen in etwa zwischen 6 und 18 ppm KW und im Ablauf bei rund 0,5 und 3,3 ppm KW, die zu relativ konstanten Wirkungsgraden von 64 bis 95 % führte. Die Filtrierbarkeit ergab einen guten Wert weit unter dem, der zur Reinjektion benötigt wurde.

Bei jedem Zyklus wurde mindestens eine Wasserprobe zur Bestimmung des Eisengehaltes genommen. Der Wirkungsgrad des abfiltrierten Eisens betrug anfangs oft einen Wert über 80 % und sank dann bis Ende des Versuchs auf 50 bis 60 %.

Tabelle 5: Wasserqualität von Zu- und Ablauf in den Zyklen 8 – 12

| Ölbeladung [ppm]                          | Zyklus 8  | Zyklus 9   | Zyklus 10 | Zyklus 11  | Zyklus 12  |
|---|-----------|------------|-----------|------------|------------|
| Zulauf                                    | 5,8 – 10  | 7,3 – 11,1 | 8,2 – 18  | 6,3 – 11,1 | 6,2 – 16,5 |
| Ablauf                                    | 1,2 – 2,6 | 0,8 – 1,5  | 0,6 – 2,5 | 0,5 – 3,3  | 1,1 – 2,6  |
| Wirkungsgrad [%]                          | 70 – 84   | 81 – 91    | 79 – 95   | 65 – 95    | 64 – 93    |
| WBF [ - ]<br>über 3 µm                    | -         | 0,17       | -         | -          | -          |
| Abfiltrierbare Stoffe<br>über 3 µm [mg/l] | -         | 0,5        | -         | -          | -          |
| Abfiltriertes Fe [%]                      | 88 → 57   | 80 → 63    | 60 → 65   | 87         | 96 → 54    |

In Abbildung 8 ist der schematische Verlauf des Zyklus 9 dargestellt, der sehr kontante Ergebnisse geliefert hatte und bei dem der Durchbruch nach 24 Stunden sehr schön zu erkennen ist.

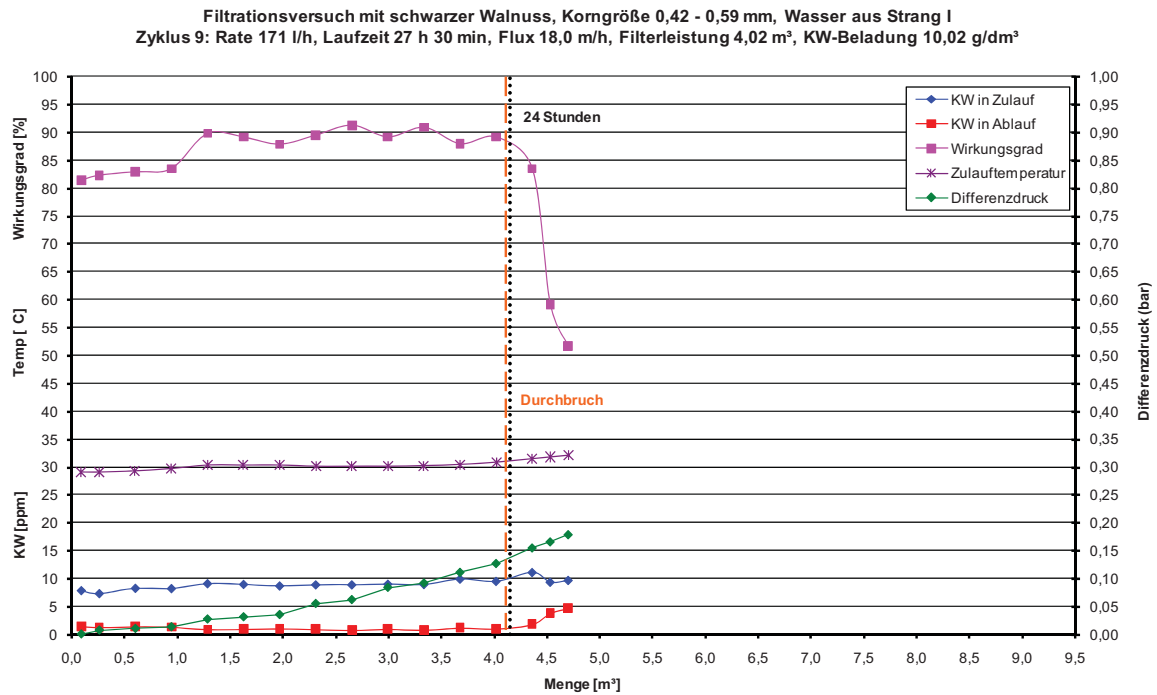


Abbildung 8: Schematischer Verlauf von Zyklus 9

In Zyklus 13 bis 15 wurde die Filtrationsgeschwindigkeit auf die in der Literatur empfohlenen 30 m/h erhöht, um zu sehen, ob diese für die Aufbereitung des Formationswassers einsetzbar ist.

Die Filterbetttiefe betrug ungefähr 35 cm und die Zulauftemperatur durchschnittlich 35 °C.

Leider stellte sich heraus, dass alle drei Versuche bereits nach 6,5 bis 7 Stunden abgebrochen werden mussten, weil der Wirkungsgrad der Entölung von Anfang an stetig sank, ohne dass es zu einem Durchbruch kam. D. h. die Geschwindigkeit war so hoch, dass die Öl- und Feststoffpartikel durch das Filterbett gedrückt wurden. Diese Schlussfolgerung kann sowohl durch die hohen Werte der Ölbelastungen vor und nach dem Filter, als auch durch die niedrigen Eisenwerte untermauert werden. Die Filterleistungen lagen ziemlich konstant bei 1,88 bis 2,1 m<sup>3</sup>, die KW-Beladungen der Nusschalengranulate bei 5,09 bis 8,64 g/dm<sup>3</sup> und die Differenzdrücke bei 0,140 und 0,156 bar.

Die genauen Daten der Wasserqualität sind in Tabelle 6 zusammengefasst. Wasserproben für die Bestimmung der Filtrierbarkeit wurden aufgrund der schlechten Ergebnisse keine genommen.

Tabelle 6: Wasserqualität von Zu- und Ablauf in den Zyklen 13 – 15

| Ölbelastung [ppm]    | Zyklus 13 | Zyklus 14 | Zyklus 15 |
|----------------------|-----------|-----------|-----------|
| Zulauf               | 21 – 31   | 21 – 29   | 9,7 – 13  |
| Ablauf               | 6 – 16    | 1,7 – 12  | 0,9 – 5,6 |
| Wirkungsgrad [%]     | 80 – 27   | 94 – 44   | 89 – 51   |
| Abfiltriertes Fe [%] | 41        | 55 – 46   | 81        |



In Abbildung 9 ist die stetige Abnahme des Wirkungsgrades der Entölung gut ersichtlich.

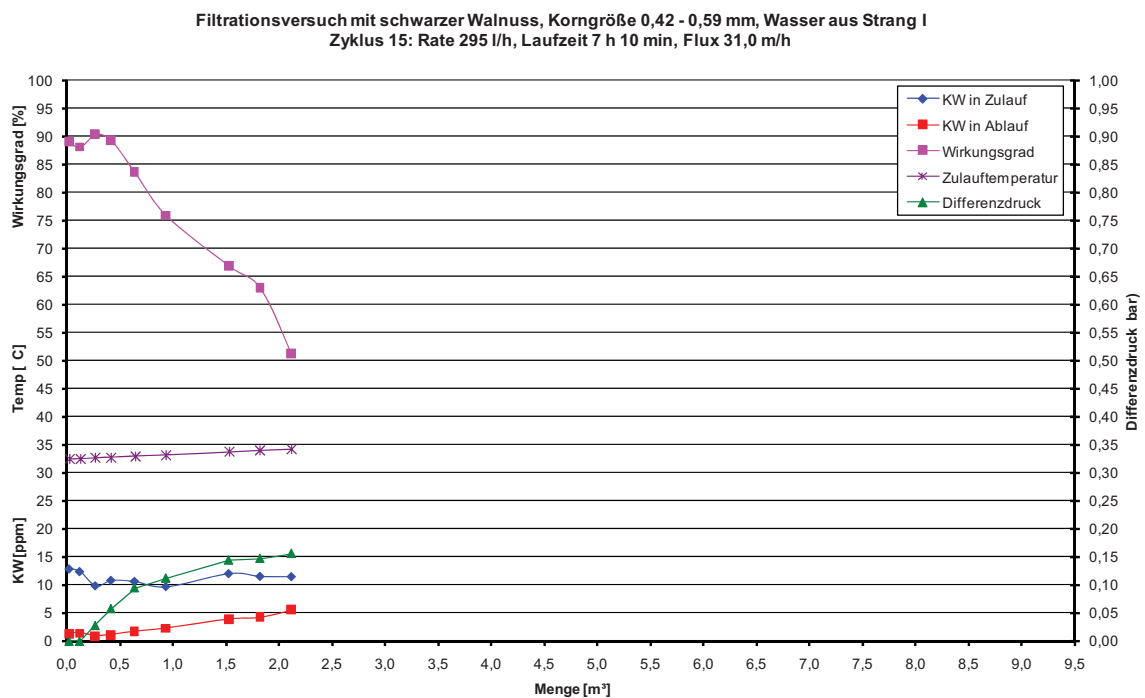


Abbildung 9: Schematischer Verlauf von Zyklus 15

## 4.2 Gewinnungsstation Matzen XII (Ma XII)

7 Wochen nach Beginn der Versuche auf der WFO „zog“ die Versuchsanlage Nusschalenfilter an den Standort Gewinnungsstation Matzen XII zur zweiten Versuchsanlage des Projektes „Flutanlage neu“ um. Als Zulauf für den Nusschalenfilter diente nun ein Teil des Ablaufstroms der Flotationsanlage (siehe Kap. 3.1.2).

### 4.2.1 Schwarze Walnuss (mesh 12/20)

In Zyklus 22 und 23 wurden die Versuche mit dem als Standard verkauften Granulat der schwarzen Walnuss mit der Korngröße von 0,84 – 1,68 mm (mesh 12/20) und dem hohen Durchsatz (flux  $\cong$  30 m/h) wiederholt, um zu untersuchen, ob die Aufbereitung dieses Wassers zu besseren Ergebnissen führt.

Die Durchflussmenge wurde bei beiden Zyklen auf 282 l/h eingestellt, was einer Fluxrate von 29,7 m/h entspricht. Die Filterbetttiefe betrug 40,0 bzw. 39,2 cm. Auch die Zulauftemperatur konnte mit rund 38 °C konstant gehalten werden.

Der Differenzdruck stieg bei beiden Zyklen gleich konstant, aber im Vergleich zu den Zyklen 16 – 18 stärker an. Begründet dürfte dies durch die Anwesenheit der Chemikalien und die höhere KW-Beladung im Zulauf sein. Absolut gesehen betragen die Differenzdrücke 0,159 und 0,125 bar.

Leider zeigte sich keine Verbesserung bezüglich der Ablaufqualität und beide Zyklen wurden nach 4,5 h Filterstandzeit abgebrochen.

Aufgrund der kurzen Filterstandzeiten, waren auch die Filterleistungen mit je 1,27 m<sup>3</sup> nicht gut. Die KW-Beladung des Nussschalengranulats lag mit 3,24 bzw. 1,97 g/dm<sup>3</sup> sehr niedrig, obwohl die Zulaufqualitäten hoch waren. Da auch die Ablaufqualitäten mit der Zeit immer schlechter wurden, kann mit diesen Versuchen bewiesen werden, dass ein Flux von 30 m/h eine zu hohe Filtrationsgeschwindigkeit ist und die Granulatzwischenräume bei der „grobkörnigen“ schwarzen Walnussschale zu groß sind. Beides führt dazu, dass die Öl- und Feststoffe durch das Filterbett gedrückt werden.

Um einen besseren Überblick über die Qualität des ablaufenden Wassers zu bekommen, wurde es am Ende des 22. Zyklus und zu Beginn des 23. Zyklus auf die Filtrierbarkeit getestet. Die Ergebnisse beider Zyklen waren sehr schlecht, wobei der WBF in Zyklus 23 besser war. Alle WBF's bestätigten allerdings, dass sich zu viele Öl- und Feststoffpartikel im Ablauf des Nussschalenfilters befanden.

Tabelle 7 enthält die genauen Daten die Qualität des Wassers betreffend.

Tabelle 7: Wasserqualität von Zu- und Ablauf in den Zyklen 22 – 23

| Ölbeladung [ppm]             | Zyklus 22 | Zyklus 23   |
|------------------------------|-----------|-------------|
| Zulauf                       | 17 – 25   | 14 – 11     |
| Ablauf                       | 1,1 – 16  | 3,2 – 7,3   |
| Wirkungsgrad [%]             | 95 – 21   | 77 – 36     |
| WBF [ - ]                    |           |             |
| über 8 µm                    | 3,88      | -           |
| über 3 µm                    | 4,27      | 3,11        |
| Kaskade über 8 und 3 µm      | -         | 2,71 → 0,95 |
| Abfiltrierbare Stoffe [mg/l] |           |             |
| über 8 µm                    | -         | -           |
| über 3 µm                    | -         | 2,4         |
| Kaskade über 8 und 3 µm      | -         | 2,5 → 0,0   |

Eisenproben wurden wegen der schlechten Ergebnisse keine genommen.

In Abbildung 10 ist die stetige Abnahme des Wirkungsgrades gut zu sehen, während die Ölbeladung im Zulauf annähernd konstant bleibt.

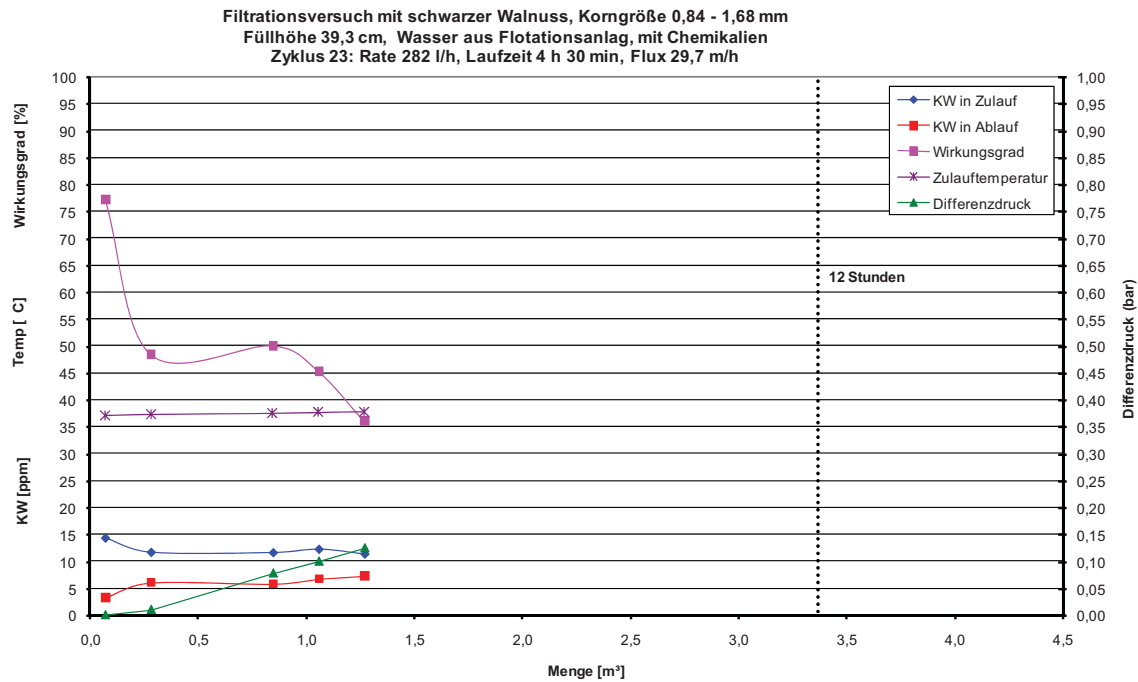


Abbildung 10: Schematischer Verlauf von Zyklus 23

#### 4.2.2 Mischung aus Schwarzer Walnuss (12/20) und Pekannuss (20/30)

Auch die Versuche mit der 1:1-Mischung aus dem Granulat der schwarzen Walnuss mit der Korngröße von 0,84 – 1,68 mm (mesh 12/20) und dem der Pekannusschale in der Korngröße 0,59 – 0,84 mm (mesh 20/30) wurden mit dem Wasser aus der Flotationsanlage wiederholt, um die Ergebnisse der WFO zu bestätigen.

Die Zyklen 24 und 25 wurden mit einem Flux von rund 30 m/h durchgeführt, die Zyklen 26 und 27 mit einer Fluxrate von 18,1 bzw. 17,4 m/h. Die Filterbetttiefe betrug für alle 4 Zyklen ca. 36 cm. Die Zulauftemperatur sank in Zyklus 24 von etwa 37,6 °C auf 32,4 °C in Zyklus 25, um in den nachfolgenden zwei Zyklen auf sehr hohe 41 °C zu steigen.

Der Zulauf beider Zyklen mit der hohen Fluxrate von 30 m/h enthielt relativ große Flocken Aluminiumhydroxid, die wahrscheinlich durch zu hohe Chemikalien-Dosiermengen in der Flotationsanlage entstanden. Die Flocken lagerten sich an der Oberfläche des Filters an und verblockten ihn, was zu einem starken Druckanstieg und zu einem vorzeitigen Abbruch der Versuche führte. So betrug der Differenzdruck nach 5 h 10 min. in Zyklus 24 und nach kurzen 4 h in Zyklus 25 1,245 bzw. 1,324 bar.

Um den Flockeneintrag zu vermindern, wurden die Zyklen 26 und 27 ohne Chemikalienzufuhr in der Flotation gefahren. Leider führte diese Maßnahme zu einem raschen Anstieg der Ölbeladung im Wasser. Aufgrund dessen auch diese beiden Zyklen bereits nach ungefähr 5,5 h abgebrochen wurden. Allerdings war der Differenzdruck mit nur 0,066 bar sehr gering.

Zur zusätzlichen Beurteilung der Wasserqualität und zum besseren Vergleich der Versuche, wurden sowohl in Zyklus 24 als auch in Zyklus 27 Wasserproben zur Bestimmung der Eisenabscheidung und der Filtrierbarkeit genommen.

Der Wirkungsgrad des abfiltrierten Eisens betrug in Zyklus 24 93 % und in Zyklus 27 43 %. Der hohe Wert in Zyklus 24 ergibt sich durch die Verblockung des Filters, die auch die kleinsten Feststoffpartikel zurückhielt. Und durch den extrem hohen Eintrag von Öl- und Feststoffpartikel in Zyklus 27, wurde ein Großteil der Partikel durch den Filter gedrückt, was den niedrigen Wert in diesem Versuch erklärt.

Die genauen Ergebnisse der Bestimmung der Wasserqualität sind der Tabelle 8 zu entnehmen.

Tabelle 8: Wasserqualität von Zu- und Ablauf in den Zyklen 24 – 27

| Ölbeladung [ppm]                          | Zyklus 24 | Zyklus 25    | Zyklus 26               | Zyklus 27 |
|---|-----------|--------------|-------------------------|-----------|
| Zulauf                                    | 2,7 – 4,8 | 2,2 – 4,0    | 21 – 36                 | 34 – 67   |
| Ablauf                                    | 0,7 – 1,9 | 0,9 – 2,2    | 7,3 – 20                | 11 – 57   |
| Wirkungsgrad [%]                          | 74 – 42   | 58 → 79 → 40 | 19 – 72<br>(schwankend) | 68 – 15   |
| WBF [- ]<br>über 3 µm                     | 1,19      | -            | -                       | 1,01      |
| Abfiltrierbare Stoffe [mg/l]<br>über 3 µm | 0,0       | -            | -                       | 1,3       |

Abbildung 11 zeigt den starken Druckanstieg durch den Flockeneintrag und wie sich der Wirkungsgrad kurzzeitig aufgrund der Verblockung verbessert.

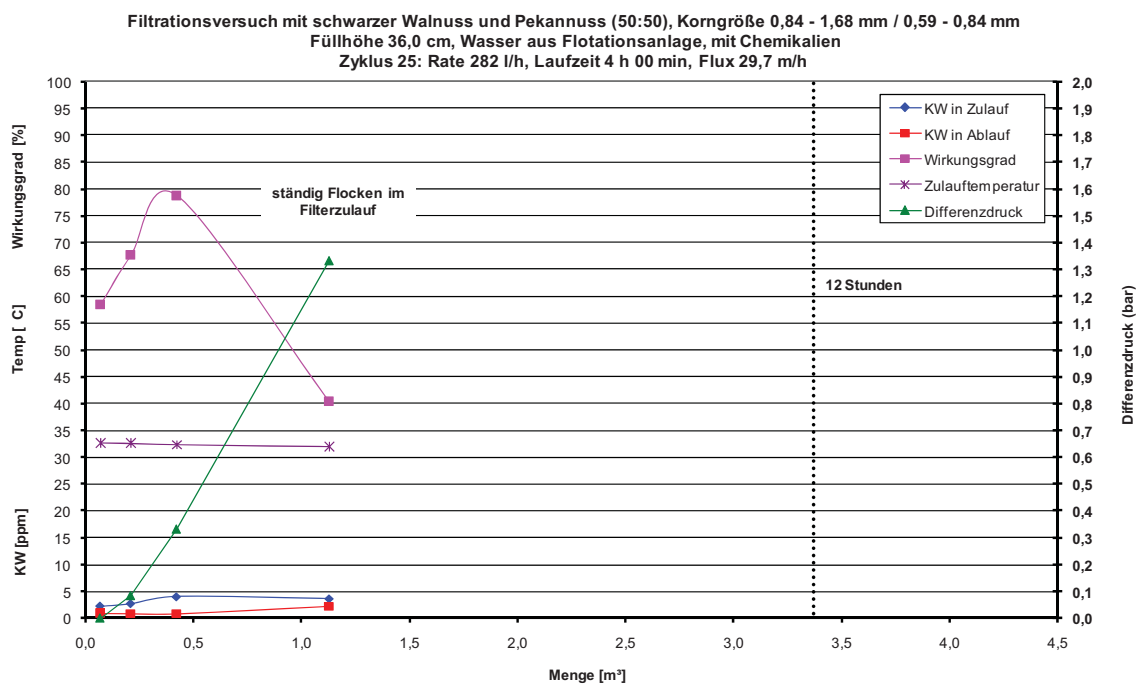


Abbildung 11: Schematischer Verlauf von Zyklus 25



In Abbildung 12 ist der Zusammenhang der Zu- und Ablaufqualität gut dargestellt, sowie die Abhängigkeit des daraus resultierenden Wirkungsgrades.

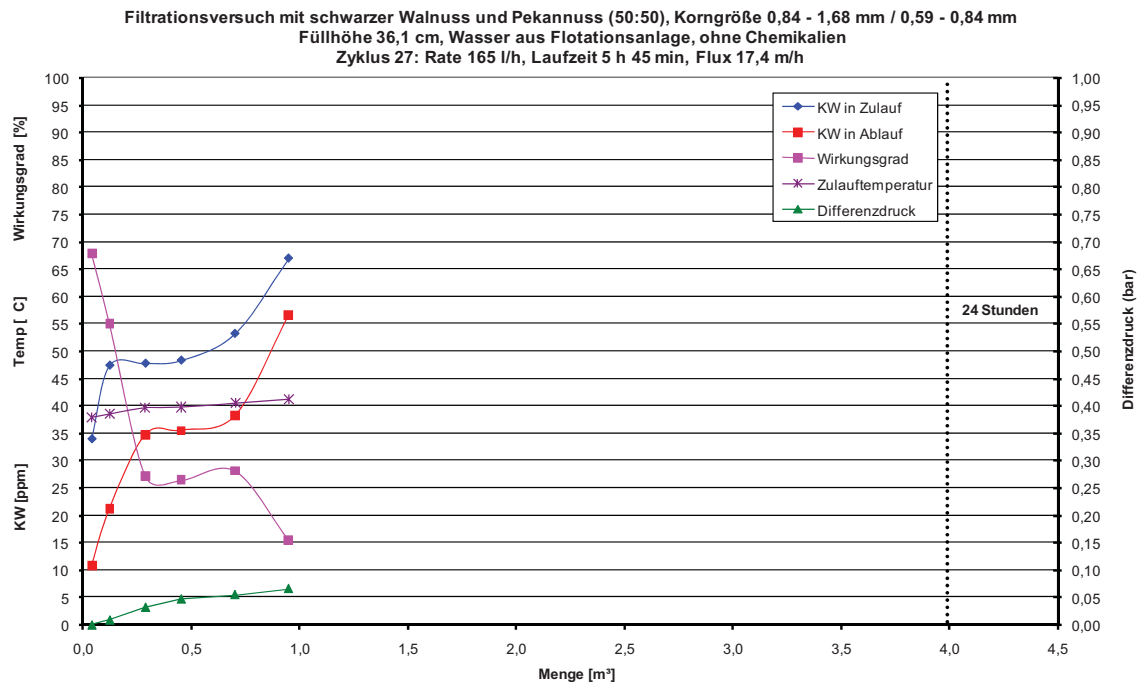


Abbildung 12: Schematischer Verlauf von Zyklus 27

### 4.2.3 Schwarze Walnuss (mesh 30/40)

Auch auf der Gewinnungsstation Matzen XII wurde das Granulat der schwarzen Walnuss mit der Korngröße 0,42 – 0,59 mm (mesh 30/40) getestet, weil dieses die besten Ergebnisse versprach. Die Versuche wurden mit drei verschiedenen Wasserzusammensetzungen durchgeführt, weil die Mischungsverhältnisse von A- und P-Öl-Wasser in der Flotationsanlage unterschiedlich eingestellt wurden.

Aufgrund fehlenden Personals konnten an diesem Standort Ma XII über Nacht keine Proben genommen werden. Das führte dazu, dass die KW-Beladung des Nusschalengranulats und manchmal auch den Verlauf des Wirkungsgrades der Entölung betreffend keine Aussagen getroffen werden konnten. Der Zeitpunkt des Durchbruchs konnte diesbezüglich ebenfalls nicht mehr bestimmt werden. Die Versuche wurden entweder manuell wegen schlechter Qualität abgebrochen oder automatisch durch die Sicherheitsabschaltung des Drucksensors vor dem Nusschalenfilter. Daher wird der Differenzdruck nicht mehr als vergleichender Betriebsparameter erwähnt.

#### 4.2.3.1 50:50-Mischung von A- und P-Öl-Wasser

Die Zyklen 28 bis 45 (ausgenommen Zyklus 43) wurden mit neuem, mit Tensid gewaschenen Granulat der schwarzen Walnuss in der Korngröße von 0,42 – 0,59 mm (mesh 30/40) und A- und P-Öl-Wasser aus der Flotationsanlage im Mischungsverhältnis 50:50 durchgeführt.

Die Durchflussmenge wurde auf ungefähr 170 l/h eingestellt, was Fluxraten zwischen 17,2 und 18,8 m/h ergab. Die Zulauftemperatur betrug durchschnittlich 35,5 °C und die Filterbetttiefe rund 36 bis 38 cm.

Die geforderte Filterstandzeit von 24 h wurde aus verschiedenen Gründen in keinem der in diesem Kapitel beschriebenen Versuche erreicht. Die Zyklen, die relativ gut verliefen, erreichten Filterstandzeiten zwischen 16 h 48 min. und 22 h 50 min. Zyklen, die Filterstandzeiten von nur 5 h 15 min. bis 11 h 8 min. erzielten, hatten meist mit dem Eintrag von Flocken (meist Aluminiumhydroxidflocken, an die mehr oder weniger Eisensulfid angelagert war) zu kämpfen. Die Filterleistungen lagen dementsprechend lediglich zwischen 0,92 und 3,93 m<sup>3</sup>.

Die Zulaufqualität des Wassers lag meistens zwischen 5 und 13 ppm KW. In den Zyklen 29 und 31 sank die KW-Beladung allerdings auf etwa 2,5 ppm bevor sie auf 24 ppm stieg. Und in Zyklus 38 betrug sie 20 bis 33 ppm KW. In Zyklus 28 stieg die Ölbeladung sogar auf rund 48 ppm, weil der Versuch ohne Chemikalienzusatz in der Flotationsanlage gefahren wurde. Dementsprechend hoch war auch die Ölbeladung des Ablaufs; sie lag zwischen 11 und 28 ppm KW. Und in Zyklus 45 verschlechterte sich die Ölkonzentration im Zulauf von 8,7 auf 43 ppm KW und im Ablauf von 4,1 auf 37 ppm KW, weil es durch im System befindliche Luft zu Eisenhydroxid-Ausfällungen kam. In den übrigen Zyklen betrug die KW-Beladung im Ablauf meist 0,8 bis 2,6 ppm. In manchen Fällen verschlechterte sich das Ergebnis wegen eines Durchbruchs oder Flockeneintrags.

Der Wirkungsgrad der Entölung lag, ausgehend von den 5 bis 13 ppm KW im Zulauf und den 0,8 bis 2,6 ppm KW im Ablauf, vor Durchbruch des Filterbettes über 70 %; meist jedoch zwischen 75 und 90 %.

Um die Qualität des aufbereiteten Wassers besser beurteilen zu können, wurden bei einigen Versuchen Wasserproben zur Bestimmung des Eisengehaltes und/oder der Filtrierbarkeit genommen.

Die Proben in Zyklus 28 ergaben sowohl beim Eisen als auch beim WBF aufgrund der hohen KW-Beladungen keine besonders guten Werte. Der Wirkungsgrad des abfiltrierten Eisens lag bei 69 % und der WBF bei einer Filtration über 3 µm-Filter bei 1,59 mit 0,9 mg/l abfiltrierbare Stoffe.

Der WBF über 3 µm-Filter verbesserte sich in Zyklus 29 auf einen Wert von 0,89 mit 0,1 mg/l abfiltrierbare Stoffe.

In Zyklus 36 betrug der WBF einer Filtration über 3 µm-Filter sehr gute 0,49, allerdings mit 3,0 mg/l abfiltrierbare Stoffe bedingt durch den Flockeneintrag.

Zyklus 42 aber ergab den besten WBF von < 0,1 bei einer Filtration über 3 µm-Filter und 0,0 mg/l abfiltrierbare Stoffe, weil das Filterbett durch den Einsatz des Rührwerks verdichtet worden war und dadurch vermehrt Feststoffpartikel abgetrennt wurden.

Der Wirkungsgrad des abfiltrierbaren Eisens betrug in Zyklus 44 lediglich 52 %. Der Grund dafür liegt wahrscheinlich darin, dass der Wirkungsgrad der Entölung nur bei 60 bis 70 % lag, weil die Ablaufkonzentration des Öls im Vergleich zum Zulauf relativ hoch war.





D. h. das Granulat konnte nicht genügend Ölpartikel adsorbieren. Bestätigt wurde diese Vermutung durch den Anstieg des WBF von 0,69 auf 1,04 bei einer Filtration über 3 µm-Filter und der Zunahme der abfiltrierbaren Stoffe von 0,6 mg/l auf 1,0 mg/l.

In Zyklus 45 sank der Wirkungsgrad des abfiltrierbaren Eisens sogar von 50 % auf 29 %, wodurch der Ausfall von Eisenhydroxid bestätigt werden konnte.

Schlechte Ergebnisse bezüglich der KW-Beladung des Wassers lieferten auch die durch den Sampler genommenen Proben. Da Formationswasser in den Zwischenräumen der Ventile zurückblieb, lagerten sich Öl- und Feststoffpartikel an und erhöhten so die KW-Konzentrationen erheblich. Aus diesem Grund wurden die Probensammler in Zu- und Ablauf in den nachfolgenden Versuchen nicht mehr verwendet.

Da durch den Flockeneintrag das Filterbett verblockte und den Differenzdruck stark erhöhte, wurde in Zyklus 29, 31 und 32 zwischengeschpült und in Zyklus 42 ein Rührer eingesetzt, um die Druckdifferenz zu minimieren.

Bei der Zwischenspülung wurde in Zyklus 29 und 31 erst das Filterbett für 2 bzw. 5 min. von unten angespült, um die Feststoffpartikel vom Granulat zu lösen und auszuspülen. Danach wurde das Filterbett mittels eines Impulses der Rückspülpumpe einmal aufgewirbelt (damit sich die Feststoffpartikel gut im Filterbett verteilen) und die Filtration sofort wieder gestartet. In Zyklus 32 wurde das Filterbett zuerst zum Lockern aufgewirbelt und dann zum Austragen der Flocken 10 min. von unten angespült.

Mithilfe des Rührwerks sollten die Flocken und Feststoffpartikel durch Unterrühren gleichmäßig im Filterbett verteilt werden und so die Druckdifferenz verringern. Dazu wurde das Rührwerk langsam einmal durch das gesamte Filterbett gedreht. Dieser Vorgang dauerte 5 min.

#### 4.2.3.2 Nur A-Öl-Wasser

Die Zyklen 46 und 47 wurden nur mit A-Öl-Wasser gefahren, weil sich herausgestellt hatte, dass in der Großanlage zukünftig nur mehr 2 bis 5 % P-Öl-Wasser im aufzubereitenden Formationswasser sein werden. Diese Versuche sollten zeigen was passiert, wenn der Anteil an P-Öl-Wasser noch geringer sein sollte.

Die Filtrationsgeschwindigkeit wurde anfangs auf 18 m/h eingestellt, in Zyklus 47 dann aber auf 16 m/h gesenkt, in der Hoffnung die im A-Öl-Wasser in großen Mengen auftretenden freien Öltröpfchen besser zu adsorbieren.

Da sich die frei vorkommenden Öltröpfchen schwerer abtrennen ließen, erzielten beide Versuche aufgrund der schlechten Wasserqualität keine guten Ergebnisse. Zyklus 46 erreichte trotz hoher Ölkonzentrationen im Zulauf und der stetig steigenden KW-Beladungen im Ablauf immerhin eine Filterstandzeit von 10 h 45 min. und eine Filterleistung von 1,84 m<sup>3</sup>. Zyklus 47 hingegen wurde bereits nach 3 h 15 min. und einer Filterleistung von lediglich 0,5 m<sup>3</sup> wegen der sehr schlechten Zu- und Ablaufqualität abgebrochen. Der Wirkungsgrad der Entölung lag von Anfang an unter 70 % und sank,



wie in Abbildung 13 gut zu sehen ist, im Laufe der Versuche ständig. Die detaillierten Daten werden in Tabelle 9 aufgelistet.

Tabelle 9: Wasserqualität von Zu- und Ablauf in den Zyklen 46 – 47

| Ölbeladung [ppm] | Zyklus 46 | Zyklus 47 |
|------------------|-----------|-----------|
| Zulauf           | 21 → 27   | 45 → 30   |
| Ablauf           | 7,4 → 28  | 22 → 16   |
| Wirkungsgrad [%] | 67 → (-3) | 53 → 45   |

Wasserproben zur Bestimmung des Eisengehaltes und der Filtrierbarkeit wurden aufgrund der sehr schlechten Wasserqualität nicht genommen.

Die Filterbetthöhe betrug 38,8 bzw. 38,0 cm und die Zulauftemperatur 28 bis 30 °C.

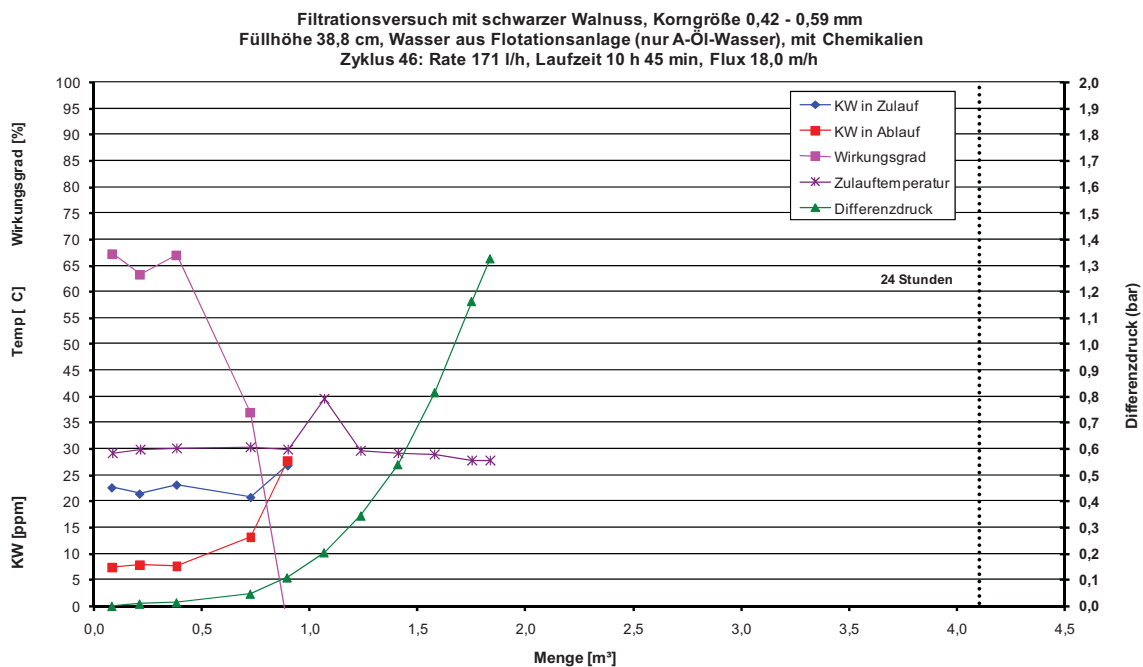


Abbildung 13: Schematischer Verlauf von Zyklus 46

Auch Zyklus 43 wurde nur mit A-Öl-Wasser durchgeführt, weil die Pumpe für das P-Öl-Wasser ausfiel. Dieser Versuch verlief ähnlich zu den Zyklen 46 und 47. Der Wirkungsgrad der Entölung sank ebenfalls von Anfang an, wobei Zu- und Ablaufqualität niedrigere Öl-Konzentrationswerte (4,1 – 17 ppm KW im Zulauf; 1,1 – 1,6 ppm KW im Ablauf) anzeigten, weil noch ein Rest P-Öl-Wasser im System war. Der Versuch wurde nach 5 h und einer Filterleistung von 1 m³ abgebrochen. Es wurden keine Wasserproben zur Bestimmung des Eisengehaltes oder WBF genommen.

Die Fluxrate in Zyklus 43 war auf 18,0 m/h eingestellt Die Filterbetttiefe betrug 39,6 cm und die Zulauftemperatur rund 36,5 °C.



### 4.2.3.3 95:5-Mischung von A- und P-Öl-Wasser

Die Versuchsanlage Flotation wurde nach Beendigung des Zyklus 47 auf ein Wasser-Mischungsverhältnis von 5 % P-Öl-Wasser und 95 % A-Öl-Wasser umgebaut, um die Versuche realistischer zu gestalten und die Wirkung der Entölung wieder zu verbessern.

Insgesamt wurden mit diesem Wasser-Mischungsverhältnis 35 Zyklen gefahren (Zyklus 48 bis 82). Da aber teilweise der Flotation andere Chemikalien zugesetzt wurden und das Granulat erneuert bzw. anders gewaschen und konditioniert wurde, werden die Ergebnisse der Versuche in Untergruppen aufgeteilt zusammengefasst und beschrieben.

#### Zyklen 48 - 62

Nach Zyklus 47 wurde außerdem das „alte“ beladene Granulat ausgespült und aufgefangen. Neues Granulat der schwarzen Walnuss mit der Korngröße 0,42 – 0,59 mm (mesh 30/40) wurde mit Tensid gewaschen und in die Filtersäule eingefüllt. Um noch eventuell verbliebenes Feinstmaterial auszuschwemmen, wurde das Granulat 6 min. unter mechanischer Belastung im Kreis gefahren und danach 4 min ausgespült (entgegen der Filtrationsrichtung). Die Filterbetttiefe betrug nach zusammenholen des Granulats in der Filtersäule 39,3 cm und pendelte sich nach den ersten Versuchen bei 34 bis 35 cm ein.

Die Durchflussmenge wurde auf ungefähr 150 l/h eingestellt, was Fluxraten zwischen 15,2 und 16,5 m/h ergab. Die Zulauftemperatur bewegte sich zwischen 26 und 30 °C.

Die Zyklen 48 und 49 werden noch als Konditionierungsphase angesehen, da die Adsorptionsfähigkeit des Granulats noch nicht ganz wiedergestellt war. Die Ablaufqualität lag in Zyklus 48 bei 5,3 bis 12 ppm KW, in Zyklus 49 bei 4,6 bis 8,1 ppm KW und der Wirkungsgrad der Entölung stetig sinkend unter 70 %. Erst in Zyklus 49 stieg der Wirkungsgrad leicht, weil die Ölkonzentration des Zulaufs von durchschnittlich 20 ppm auf knapp 50 ppm zunahm.

Um die gewünschte Filterstandzeit von 24 h trotz Verblockung durch Flockeneintrag und/oder zu hoher Ölkonzentrationen im Zulauf zumindest annähernd zu erreichen, wurde in den Zyklen 50 bis 54 ein Rührwerk zum Lockern und Durchmischen des Filterbettes eingesetzt. Vor Beginn der Versuche wurde das Rührwerk einmal durch das Filterbett gedreht, damit enthaltene Luft oder Gas entweichen kann und das Filterbett dichter gepackt wird. Nach einer gewissen Zeit bzw. wenn eine bestimmte Druckdifferenz (0,5 bis 1,0 bar) erreicht wurde, wurde der Rührer erneut einmal langsam durch das gesamte Filterbett gedreht. Auf diese Art wurde es noch einmal entlüftet und die meist als Filterkuchen angesammelten Flocken mit dem Granulat vermischt. Außerdem sank der Differenzdruck auf 0 bis 0,02 bar. Der Rührvorgang dauerte 3 min., verlängerte die Filterstandzeit aber nicht merklich. Besonders der Rührvorgang in Zyklus 54 zeigte, dass dieses Verfahren nicht zielführend war. Bei diesem Versuch wurde das Rührwerk nur in einer Ebene wenige Zentimeter unter der Granulatoberfläche gedreht, da auch in der Großanlage keine vollständige Durchmischung möglich sein würde. Dadurch wurde das Filterbett allerdings im Bereich unter den Rührerblättern stark verdichtet und es bildete



sich eine feste, kompakte Fläche, die den Differenzdruck stark erhöhte. Das Filtrationsergebnis blieb hingegen dasselbe.

Ein weiterer Grund dafür, warum die 24 h Filterstandzeit nicht erreicht werden konnte, lag wahrscheinlich auch darin, dass in der Nacht niemand anwesend war, der bei Erreichen des Differenzdruckes das Rührwerk in Betrieb nehmen hätte können, da die Gewinnungsstation und somit auch die Versuchsanlagen nicht durchgehend besetzt waren.

Im Großen und Ganzen sah die Wasserqualität gar nicht schlecht aus. Die Ölkonzentration im Zulauf betrug durchschnittlich 7 bis 16 ppm und die im Ablauf 1,2 bis 1,8 ppm, was zu einem guten Wirkungsgrad der Entölung von rund 88 % führte.

Die gewünschte Filterstandzeit wurde nur in Zyklus 51 erreicht (Abbruch nach 28 h und 45 min.). Interessanterweise war dieser Versuch allerdings der einzige mit der höchsten KW-Beladung in Zu- (12 bis 34 ppm) und Ablauf (3,3 bis 13) und dem niedrigsten Abscheidegrad (rund 60 %). Die anderen Zyklen lagen teilweise weit unter dem festgelegten Ziel. Zyklus 52 erreichte 8 h 15 min., Zyklus 53 12 h 20 min., Zyklus 54 11 h 48 min. und Zyklus 50 erzielte immerhin 19 h. Das ergab Filterleistungen zwischen 1,26 und 4,21 m<sup>3</sup>.

Abbildung 14 zeigt sehr gut wie stark die Druckdifferenz sowohl vor als auch nach dem Rührvorgang anstieg. Die Wasserqualität jedoch blieb konstant.

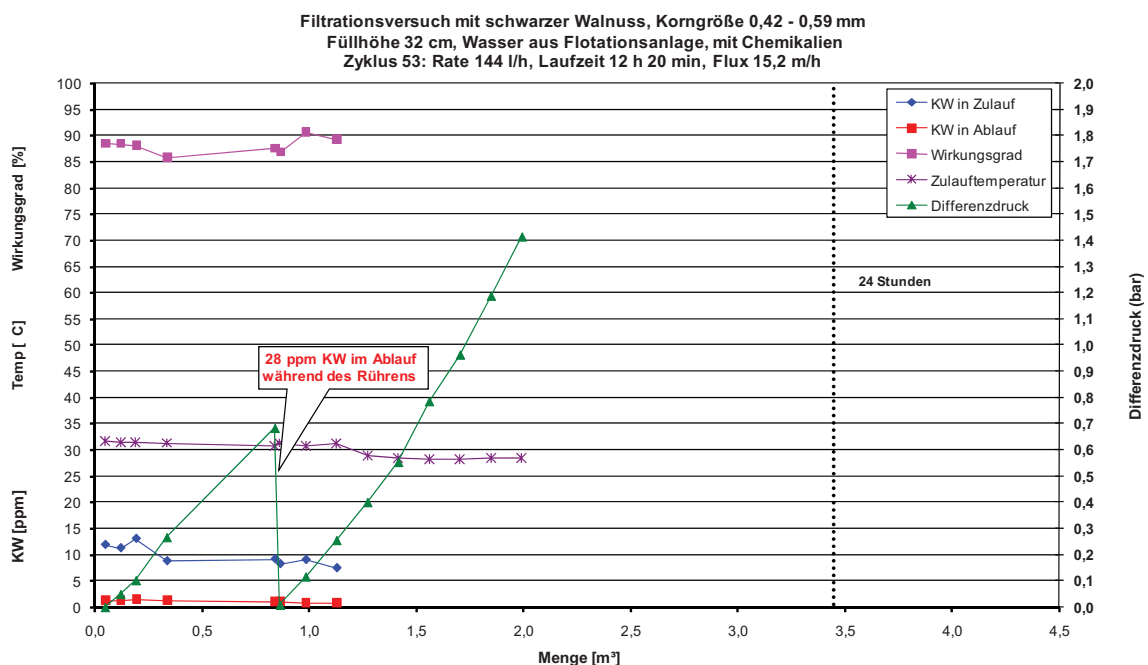


Abbildung 14: Schematischer Verlauf von Zyklus 53

Zyklus 55 wurde durchgeführt, um zu sehen wie lang ein Versuch ohne rühren oder zwischenspülen laufen kann, bis die maximale Druckdifferenz erreicht ist und die Sicherheitsabschaltung reagiert. Dies geschah nach 14 h 6 min. und einer Filterleistung



von 2,08 m<sup>3</sup>. Die KW-Beladung des Zulaufs belief sich dabei auf 6,3 bis 11 ppm und die des Ablaufs auf 0,9 bis 1,7 ppm, was einem Wirkungsgrad von 79 bis 90 % entsprach.

Da der Einsatz des Rührwerks die Filterstandzeit nicht verlängern konnte, wurde im nächsten Versuch erneut die „Zwischenspülung“ angewandt. Dabei wurde das Filterbett bei Erreichen einer Druckdifferenz von 0,9 bar von unten, also entgegen der Filtrationsrichtung, mit unverändertem Durchsatz angespült und für 30 s unter mechanischer Belastung (durch die Kreiselpumpe P4 der Rückspülung) im Kreis gefahren. Anschließend wurde das Granulat sofort in der Filtersäule zusammengeholt und die abgelösten Öl- und Feststoffpartikel aus dem System ausgetragen. Die Zwischenspülung dauerte insgesamt 9,5 min. Dadurch erreichte Zyklus 56 immerhin eine Filterstandzeit von 21 h 11 min. bevor die Maximum-Sicherheitsdruckabschaltung den Versuch abbrach. Die Filterleistung betrug zu diesem Zeitpunkt 2,87 m<sup>3</sup>. Obwohl die Ölkonzentration im Zulauf auf 10 bis 17 ppm KW gestiegen war, erbrachte der Filter gute Ablaufqualität von 1,9 bis 2,1 ppm KW. Der Wirkungsgrad der Entölung lag damit bei 86 bis 94 %. Durch erneutes Zwischenspülen nach einer Druckdifferenz von ungefähr 1 bar, hätte der Zyklus wahrscheinlich weiter verlängert und das Ergebnis verbessert werden können. Dies war aber wegen Personalmangels nicht möglich.

Im Vergleich zu Abbildung 14 ist in Abbildung 15 der verlangsamte Anstieg der Druckdifferenz ersichtlich. Auch die gute und vor allem konstante Wasserqualität ist gut zu erkennen.

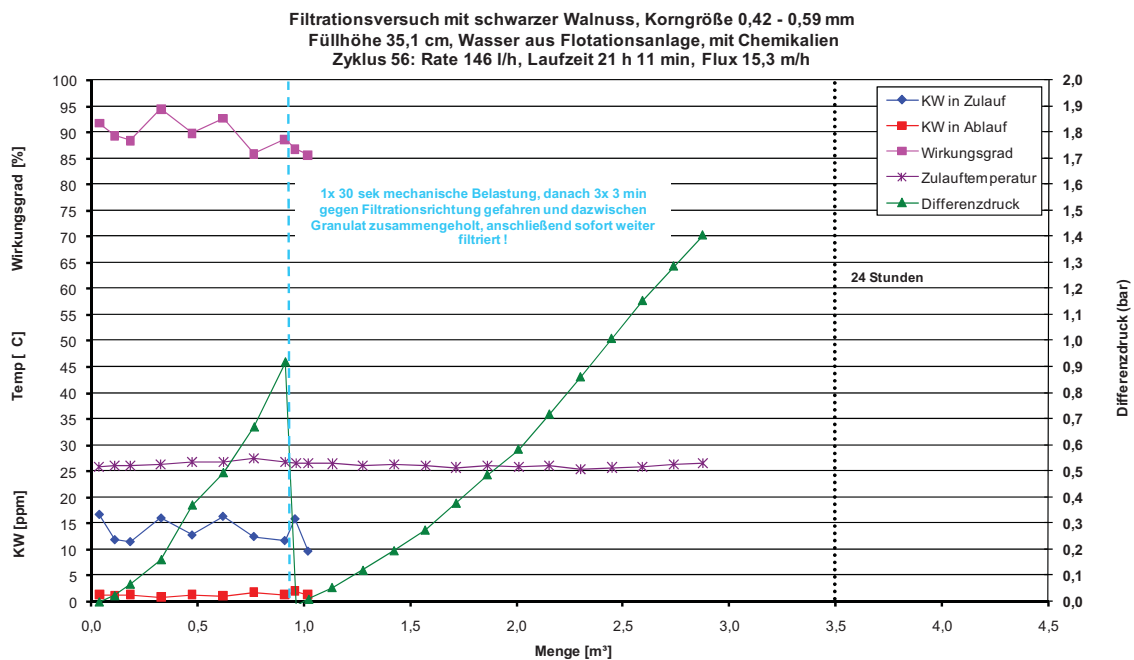


Abbildung 15: Schematischer Verlauf von Zyklus 56

Im Zyklus 57 stieg die KW-Beladung im Zulauf weiter auf über 20 ppm, was eine Ablaufqualität von bis zu 12 ppm KW verursachte und den Wirkungsgrad der Entölung von etwa 70 % auf 40 % verschlechterte. Des Weiteren war die Druckdifferenz bis zum Abend noch nicht hoch genug für eine sinnvolle Zwischenspülung, was dazu führte, dass



der Versuch bereits nach 10 h 50 min. und einer Filterleistung von 1,65 m<sup>3</sup> abgebrochen wurde.

In den Zyklen 58 bis 62 verschlechterte sich die Wasserqualität von Zu- und Ablauf zusehens, weil das in der Flotationsanlage zugesetzte Drewfloc (anionisches Polymer) nicht ausgereift war, wodurch sich nicht genügend Flocken ausbildeten, die abgetrennt werden konnten. Dadurch wiederum reagierten die überschüssigen Chemikalien PAX 18 (Polyaluminiumchlorid) und vor allem Sedifloc (kationisches Polymer) mit dem Nussschalengranulat, was zum Verlust der Adsorptionsfähigkeit führte.

Daraufhin wurde das Granulat ausgetauscht gegen das Granulat der schwarzen Walnuss mit der Korngröße 0,42 – 0,59 mm (mesh 30/40), das in den Zyklen 28 bis 47 verwendet worden war, weil in der Großanlage nicht ohne weiteres das Granulat erneuert werden kann. Mit diesem bereits vorbeladenen Granulat wurden die Zyklen 63 bis 75 durchgeführt, um herauszufinden, ob dieses weiterverwendet werden kann bzw. durch verschiedene Behandlungen so weit regeneriert und konditioniert werden kann, dass es wieder adsorptionsfähig wird. Auf die Durchführung und die Ergebnisse dieser Behandlungen wird in Kap. 4.3 genauer eingegangen.

#### Zyklen 63 - 74

Vor Start des ersten Zyklus wurde das Granulat für 16 min. rückgespült, um eventuell vorhandene Öl- oder Feststoffpartikel auszutragen und das Nussschalengranulat gut zu durchmischen. Nach Zusammenholen und Setzen des Filterbettes ergab sich eine Filterbetttiefe von 38,6 cm. Die Fluxraten beliefen sich weiterhin auf 15,3 bis 16,2 m/h (entspricht einem Durchsatz von ungefähr 150 l/h) und die Zulauftemperaturen auf 26 bis 29°C.

Schnell jedoch stellte sich heraus, dass die Öladsorptionsfähigkeit des Granulats entweder verloren oder noch nicht wiederhergestellt war. Die Ablaufqualität lag zwischen 6,3 und 13 ppm KW, obwohl die Qualität des Zulaufs lediglich 9,3 bis 19 ppm KW anzeigte. Der Wirkungsgrad der Entölung betrug daher nur 11 bis maximal 46 %, was dazu führte, dass das Granulat ausgeschwemmt und gewaschen wurde, in der Hoffnung es zu regenerieren.

Das Nussschalengranulat wurde wieder eingefüllt und kurz durchmischt, bevor ein neuer Zyklus gestartet wurde.

Die Zulaufqualität in Zyklus 66 sah mit einer Ölkonzentration von 13 bis 17 ppm weiterhin gut aus. Die Qualität des Ablaufs hatte sich allerdings nicht gebessert und betrug immer noch 4,6 bis 8,7 ppm KW, was einen Wirkungsgrad von 36 bis 69 % ergab (der Durchschnitt lag unter 50 %). Zusätzlich hatte das Wasser eine gelbliche Färbung, was wiederum auf Sauerstoff im System und damit eine Eisenhydroxid-Ausfällung hindeutete. Dies besserte sich zwar als die Fehlerquelle gefunden und behoben worden war, die Ablaufqualität aber nicht. Aufgrund der schlechten Wasserqualität wurde dieser Versuch trotz Zwischenspülung bereits nach 15 h 37 min. und einer Filterleistung von 2,34 m<sup>3</sup> abgebrochen.



Da die in Zyklus 56 durchgeführte Zwischenspülung zu lang gedauert hatte und somit zu viel Rückspülwasser angefallen war, wurde der Vorgang der Zwischenspülung optimiert. Die Zwischenspülung in Zyklus 66 (und den Zyklen danach) ging nun so vor sich, dass das Filterbett, sobald es von unten angeströmt wurde, für 30 s unter mechanischer Belastung durch die Kreiselpumpe der Rückspülung im Kreis gefahren wurde. Anschließend wurde das Granulat in der Filtersäule zusammengeholt. Die gelösten Öl- und Feststoffpartikel wurden dann 3 min. lang ausgespült, bevor die Filtration unverzüglich neu gestartet wurde. Dieser Vorgang dauerte insgesamt 4,5 min. und ergab ein annehmbares Volumen an Rückspülwasser von 1 – 2 %.

Die Wasserqualität verschlechterte sich in den nächsten zwei Versuchen weiter, da die KW-Beladung im Zulauf wegen aufgetretener Probleme in der Flotationsanlage zunahm. Auch diese Zyklen wurden vorzeitig abgebrochen. Nach Behebung dieser Probleme sank die Ölkonzentration im Zulauf des Zyklus 69 zwar wieder auf 7,2 bis 12 ppm, die Qualität des Ablaufs aber nicht. Der Wirkungsgrad der Entölung verschlechterte sich sogar auf lediglich 23 %. Die Konsequenz daraus war, das Granulat erneut auszuschwemmen und einer weiteren Behandlung zu unterziehen.

Die Ergebnisse der Zyklen 70 und 71 zeigten allerdings nach wieder Einfüllen des Granulats keinerlei Besserung.

Erst Zyklus 72 erbrachte gute Ergebnisse. Die Zulaufqualität sank nach der ersten Probenahme von 16 auf durchschnittlich 7,5 ppm KW und die Beladung des Ablaufs lag bei 0,7 bis 1,5 ppm KW. Der Wirkungsgrad der Entölung ergab so 84 bis 90 %. Der Differenzdruck aber stieg nach der Zwischenspülung noch stärker an, weil die eingetragenen Flocken eine Verblockung des Filters verursachten. Der Versuch erreichte deshalb nur eine Filterstandzeit von 8 h 25 min. und eine Filterleistung von 1,29 m<sup>3</sup>.

In Abbildung 16 ist der schematische Verlauf des Zyklus 72 grafisch dargestellt, der die gute Wasserqualität und den starken Anstieg des Differenzdrucks aufzeigt.

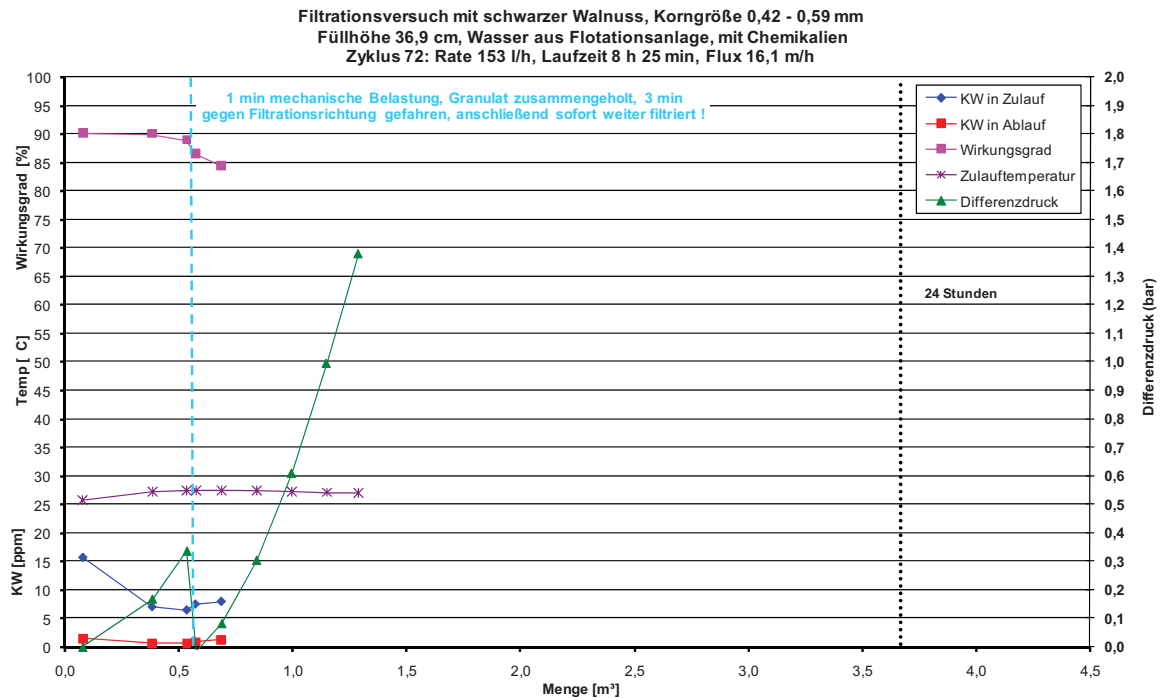


Abbildung 16: Schematischer Verlauf von Zyklus 72

Der erhöhte Flockeneintrag führte dazu, dass in den Zyklen 73 und 74 die KW-Beladungen sowohl im Zu- als auch im Ablauf stark anstiegen. Der Wirkungsgrad der Entölung sank dadurch rasch von 80 auf < 40 %.

### Zyklen 75 - 81

Um dem Flockeneintrag zu entgehen oder ihn wenigstens zu reduzieren, wurde die Flotationsanlage nach Beendigung des Zyklus 74 auf neue Chemikalien umgestellt. Statt des PAX 18 wurde nun ein anderes Sedifloc, ein weiteres kationisches Polymer, eingesetzt.

Der Zulauf enthielt zwar ganz feine Flocken, die sich aber gut im Filterbett verteilten und somit keinen starken Druckanstieg bewirkten. Und die Wasserqualität verbesserte sich in Zyklus 75 auf 12 bis 16 ppm KW. Der Wirkungsgrad der Entölung betrug allerdings nur 38 bis 59 %, weil die KW-Beladung des Ablaufs mit 5,4 bis 7,4 ppm sehr hoch war. Trotzdem wurde ohne zwischenspülen eine Filterstandzeit von 20,5 h erreicht.

Kurz vor Abbruch des Versuchs wurden noch Wasserproben im Ablauf zur Bestimmung des Eisengehaltes und der Filtrierbarkeit genommen. Der Eisengehalt lag in einem zufriedenstellenden Bereich. Der WBF bei der Filtration über 3 µm-Filter ergab 1,22 mit 0,3 mg/l abfiltrierbare Stoffe, was zwar nicht allzu gut, aber im Vergleich zu anderen Versuchen schon um einiges besser war.

Da die ÖladSORPTIONSFähigkeit des Granulats so schlecht war und neue Chemikalien in der Flotationsanlage zugesetzt wurden, wurde das Nussschalengranulat gegen neues und vorbehandeltes Granulat der schwarzen Walnuss mit der Korngröße 0,42 – 0,59 mm (mesh 30/40) ausgetauscht. Zur Vorbehandlung wurde das Granulat zuerst mit Sapogenat (einem Netzmittel) gewaschen und dann mit einem Liter Öl aus dem



Plattenseparator versetzt, um es zu konditionieren und die Öladsorptionsfähigkeit zu aktivieren. Anschließend wurde das überschüssige Öl mit Wasser abgewaschen. Nach Einfüllen des Granulats in die Filtersäule wurde es zum Ausspülen des restlichen Öls 25 min. unter mechanischer Belastung rückgespült. Auch der Zyklus 76 diente lediglich zum Ausschwemmen des verbliebenen Öls und zum Benetzen des Granulats mit dem aufzubereitenden Formationswassers. Daher wurden keine Proben genommen.

Die nachfolgenden Zyklen 77 bis 81 wurden konstant auf eine Durchflussmenge von 150 l/h eingestellt, was einer Fluxrate von 15,8 m/h entspricht. Die Filterbetttiefe betrug 36 bis 38 cm und die Zulauftemperatur 26 bis 28 °C.

Die Zulaufqualität der Zyklen 77 bis 79 lag, abgesehen von der ersten Probenahme in Zyklus 77, bei etwa 13 bis 20 ppm KW und die Qualität des Ablaufs meist bei 3 bis 8 ppm KW, was einen Wirkungsgrad der Entölung von 60 bis 80 % ergab. Ein Grund dafür, dass die KW-Beladung des Ablaufs so hoch war, könnte das in großer Menge vorkommende Eisensulfid sein. Es lagerte sich am Nussschalengranulat an und verhinderte so die vollständige Aufnahme der Öltröpfchen. Ein Anzeichen hierfür wiederum könnte der geringe Wirkungsgrad des abfiltrierten Eisens sein, der nur 26 bis 28 % betrug. Auch die für die Bestimmung der Filtrierbarkeit genommenen Wasserproben ergaben nicht besonders gute Werte. Der WBF einer Filtration über 3 µm-Filter betrug in Zyklus 77 1,36 mit 0,4 mg/l abfiltrierbare Stoffe und in Zyklus 78 1,18 mit 0,5 mg/l abfiltrierbare Stoffe, wobei die relativ große Menge abfiltrierbarer Stoffe hauptsächlich aus Eisensulfid bestand. Das eindeutig Positive an der neuen Chemikalienzusammensetzung war jedenfalls der geringere Anstieg der Druckdifferenz, da ohne zwischenspülen die gewünschten Filterstandzeiten von 24 h erreicht wurden.

Zyklus 80 zeigte, dass die Adsorptionsfähigkeit des Nussschalengranulats aktiviert war. Die Ölkonzentration im Zulauf war zwar mit 20 bis 27 ppm KW sehr hoch, erreichte jedoch im Ablauf nur 2,1 bis 3,6 ppm KW, was einen Öl-Abscheidegrad von 84 bis 90 % ergab. Gegen Ende des Versuchs stieg die KW-Beladung im Ablauf allerdings auf bis zu 11 ppm und der Wirkungsgrad der Entölung sank langsam auf 55 %.

Der Differenzdruck stieg in diesem Versuch ein wenig stärker an, weshalb einmal zwischengespült werden musste. Dennoch wurde der Zyklus erst nach 24 h Filterstandzeit und einer Filterleistung von 3,6 m<sup>3</sup> abgebrochen.

Ein weiteres Zeichen für die aktivierte Adsorptionsfähigkeit des Granulats war der zufriedenstellende Wert des Wirkungsgrades des abfiltrierten Eisens mit 78 %. Der WBF einer Filtration über 3 µm-Filter hatte sich ebenfalls verbessert und ergab nun 0,9 mit 0,3 mg/l abfiltrierbarer Stoffe.

Abbildung 17 zeigt den schematischen Verlauf von Zyklus 80, der mit dieser Chemikalienzusammensetzung die besten Ergebnisse erzielt hatte.



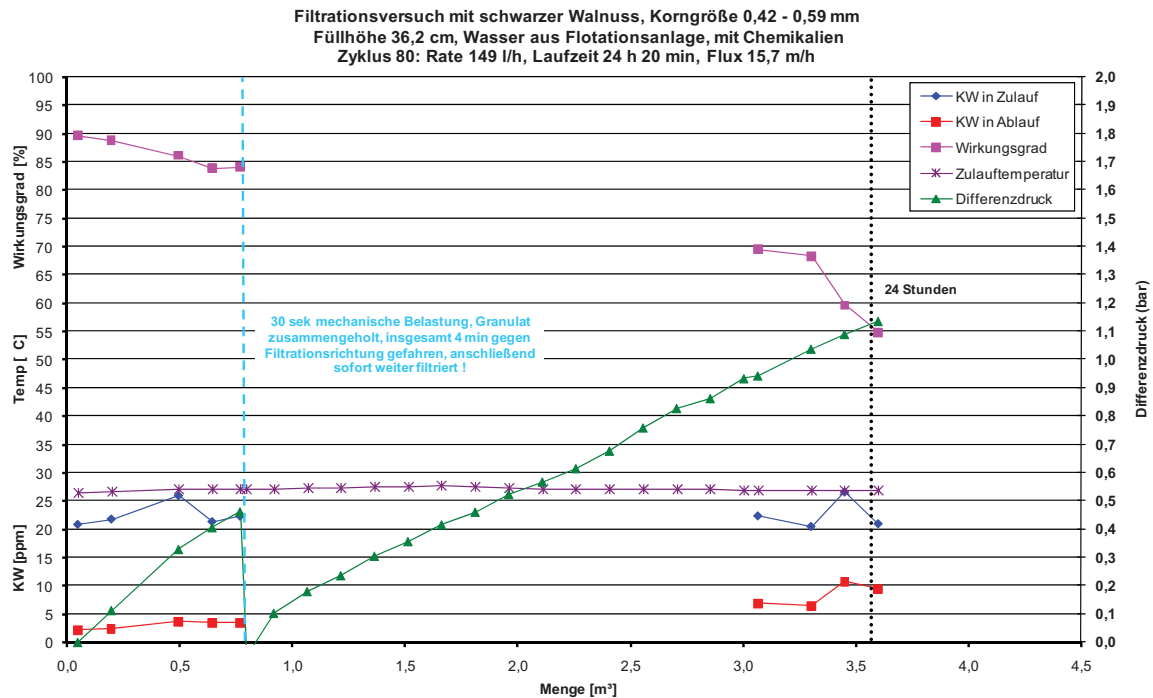


Abbildung 17: Schematischer Verlauf von Zyklus 80

Zyklus 81 wurde bereits 1,75 h nach Beginn wieder abgebrochen, um die Versuchsanlagen auf eine weitere Chemikalienumstellung vorzubereiten. Die in dieser kurzen Filterstandzeit genommenen Proben ergaben eine Zulaufqualität von 25 ppm KW, rund 4,6 ppm KW im Ablauf und einen Wirkungsgrad von 81 %. Der Wirkungsgrad des abfiltrierten Eisens sank wieder auf 47 % und der WBF über 3 µm-Filter stieg auf 1,19 mit 0,3 mg/l abfiltrierbare Stoffe. D. h. die Ergebnisse verschlechterten sich erneut.

### Zyklus 82

Anstatt des zuletzt zugesetzten weiteren Sediflocs wurde der Flotationsanlage in Zyklus 82 eine 1:1-Mischung von PAX 18 und Zirkoniumchlorid beigemischt. Da nur eine kleine Menge Zirkoniumchlorid vorhanden war, konnte bloß dieser eine Versuch durchgeführt werden.

Die Fluxrate wurde dazu auf 15,3 m/h (146 l/h) eingestellt. Die Filterbetttiefe betrug 35,8 cm und die Zulauftemperatur etwa 27 °C.

Anfangs wurde die in den Laborversuchen ermittelte Menge Chemikalien der Flotation zugeführt. Die KW-Beladung im Zulauf des Nusschalenfilters stieg allerdings von 32 auf 47 ppm und die Ablaufkonzentration bewegte sich zwischen 8,2 und 14 ppm KW, wodurch der Wirkungsgrad der Entölung Werte von 58 bis 79 % annahm. Auch der WBF einer Filtration über 3 µm-Filter ergab nur 2,06 mit 0,4 mg/l abfiltrierbare Stoffe. Der Wirkungsgrad des abfiltrierten Eisens hingegen erreichte 86 %.

Um die Ergebnisse zu verbessern, wurde nach knapp 4 h Filterstandzeit die zugeführte Chemikalienmenge in der Versuchsanlage Flotation verdoppelt. Die KW-Beladung des NSF-Zulaufs sank von 27 auf 13 ppm, während sich der Nusschalenfilter leider nicht so schnell erholte und eine Ablaufqualität von 6,2 bis 11 ppm KW ergab. Dadurch

verschlechterte sich auch der Wirkungsgrad der Entölung von 70 auf 20 %. Der Wirkungsgrad des abfiltrierten Eisens allerdings betrug weiterhin 79 % und der WBF einer Filtration über 3 µm-Filter erreichte sogar 0,82 mit einer Menge von abfiltrierbaren Stoffen < 0,1 mg/l.

Nach einer Filterstandzeit von 6 h 45 min und einer Filterleistung von 0,99 m<sup>3</sup> musste der Versuch abgebrochen werden, weil die vorhandene Menge Zirkoniumchlorid aufgebraucht war. Die KW-Beladung des Nusschalengranulats lag zu diesem Zeitpunkt bei 6,39 g/dm<sup>3</sup>. Die Druckdifferenz, die durch die hohe Ablaufqualität nach Erhöhung der Chemikalienmengen stärker anstieg als zuvor, erreichte 0,879 bar.

Abbildung 18 stellt den Verlauf des Zyklus 82 schematisch dar.

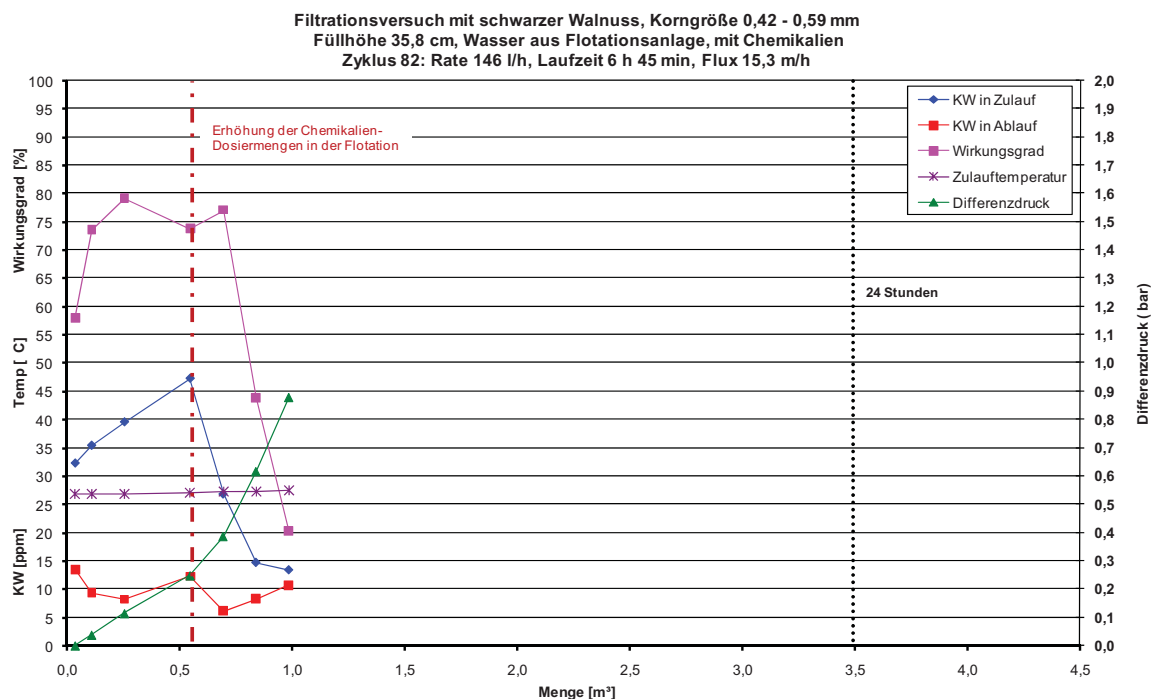


Abbildung 18: Schematischer Verlauf von Zyklus 82

### 4.3 Regeneration von gebrauchtem Granulat

Wie schon in Kap. 4.2.3.3 erwähnt wurde nach Beendigung des Zyklus 62 das Granulat, welches in den Zyklen 28 bis 47 verwendet worden war, in die Filtersäule gefüllt, weil in der Großanlage nicht ohne weiteres das Filtermaterial erneuert werden kann. Mit diesem bereits vorbeladenen Granulat wurden die Zyklen 63 bis 75 durchgeführt, um herauszufinden, ob dieses weiterverwendet werden kann bzw. durch verschiedene Behandlungen so weit regeneriert und konditioniert werden kann, dass es wieder adsorptionsfähig wird.

Nach Einfüllen des Granulats wurde dieses lediglich rückgespült, bevor ein weiterer Zyklus gestartet wurde.

Da der Wirkungsgrad der Entölung in den Zyklen 63 bis 65 aber sehr schlecht war, wurde das Granulat aus der Filtersäule gespült und mit Sapogenat gewaschen, in der Hoffnung

die Adsorptionsfähigkeit desselben wieder herzustellen. Diese Behandlung war allerdings nicht erfolgreich. Das Granulat behielt seine schwarze Färbung und im „Abwaschwasser“ befanden sich kaum Schmutzstoffe. Daraufhin wurde das Granulat mit einer ca. 10 prozentigen Salzsäure versetzt. Die Färbung des Nussschalengranulats änderte sich von schwarz auf braun, was darauf hindeutete, dass es gereinigt (oder zumindest vom Eisensulfid befreit) war. Abschließend wurde es noch solange mit Wasser gespült, bis das Granulat wieder pH-neutral war.

Das Nussschalengranulat wurde wieder in die Filtersäule gefüllt und vier weitere Versuche damit durchgeführt. Die Ablaufqualität verbesserte sich jedoch nicht. Noch immer gingen zu viele Öl- und Feststoffpartikel einfach durch den Filter hindurch.

So wurde nach Abbruch des Versuches 69 erneut das Granulat aus der Filtersäule gespült und aufgefangen. Es wurde mit 1l Öl aus dem Plattenseparator versetzt und gut durchmischt, um das Granulat dadurch zu konditionieren und die Öladsorptionsfähigkeit wieder herzustellen. Danach wurde das ölbenetzte Granulat mit Wasser gewaschen und wieder in die Filtersäule eingefüllt. Anschließend wurde es 25 min. unter mechanischer Belastung rückgespült, um das überschüssige Öl abzuwaschen. Das restliche Öl wurde in Zyklus 70 ausgeschwemmt.

In Zyklus 72 zeigte sich, dass die Behandlung funktioniert hatte. Der Wirkungsgrad der Entölung war wieder auf 84 bis 90 % gestiegen und die Ablaufqualität lag im gewünschten KW-Bereich von etwa 1 ppm. Allerdings verschlechterte sich die Zulaufqualität in den nächsten Zyklen, weil die Flotationsanlage mit Problemen zu kämpfen hatte. Bedingt durch die schlechten (und vor allem nicht konstanten) Ergebnisse wurde die Versuchsanlage auf andere Chemikalien umgestellt, was wiederum dazu führte, dass das Granulat im Nussschalenfilter erneut getauscht werden musste, um die Ergebnisse nicht zu verfälschen.

Da sich die Behandlung mit Sapogenat und Ölbenetzung erstmals als erfolgreich heraus gestellt hat, wurde das neue Granulat bereits vor dem ersten Einsatz mit Sapogenat gewaschen und mit 1l Öl aus dem Plattenseparator zur Konditionierung versetzt. Danach wurde es mit Wasser gewaschen und in der Filtersäule 25 min. unter mechanischer Belastung rückgespült, um das überschüssige Öl zu entfernen. Auch hier diente der erste Zyklus (Zyklus 76) mit dem neuen Granulat zum Ausschwemmen des restlichen Öls.

In den Zyklen 77 bis 81 wurde die gewünschte Ablaufqualität von 1 ppm allerdings nie erreicht. Ob es am Nussschalengranulat lag, kann nicht bestätigt werden, da das Wasser sehr viel Eisensulfid enthielt, welches das Ergebnis des Filters negativ beeinflussen kann, in dem es sich am Granulat anlagert und so die Adsorption von Öltröpfchen behindert. Weiters war die KW-Beladung im Zulauf relativ hoch, was die Ablaufqualität und das Verhalten des Nussschalenfilters ebenfalls negativ beeinflussen kann.

Zusammenfassend kann also gesagt werden, dass die Behandlung des Nussschalengranulats mit Sapogenat und Öl erfolgreich scheint, aber noch weiter untersucht werden muss.



## 5 Siebanalyse

Im Zuge der Versuchsreihen wurden Siebanalysen aller eingesetzten Nusschalengranulate durchgeführt. Mit der Untersuchung der unbehandelten, trockenen Granulate sollte gezeigt werden wie gut die tatsächliche Korngrößenverteilung mit der Angabe der Herstellerfirmen übereinstimmt. Weiters wurden mit und ohne Tensid behandelte Granulatproben analysiert, um die Menge an Granulat zu bestimmen, die bei der Konditionierung ausgewaschen wird. Anhand von Proben des Granulats der schwarzen Walnuss in der Korngröße 0,42 – 0,59 mm (mesh 30/40) konnte festgestellt werden, wie sich die Korngrößenverteilung nach einer gewissen Anzahl an Zyklen verändert. Und zu guter letzt wurde durch langes Rückspülen des Pekannusschalengranulats überprüft, welche Mengen und Korngrößen durch die mechanische Belastung verloren gehen.

### 5.1 Schwarze Walnuss (mesh 12/20)

Das Granulat der schwarzen Walnuss mit der Korngröße 0,84 – 1,68 mm wurde unbehandelt und gewaschen analysiert. Die unbehandelte Probe stammte direkt aus dem vom Hersteller gelieferten Sack und wurde ohne jegliche Vorbereitung untersucht. Dabei wurde ersichtlich, dass 97 % der Granulatmenge dem angegebenen Korngrößenspektrum entsprechen.

Die zweite untersuchte Probe enthielt mit Tensid gewaschenes Granulat der schwarzen Walnuss der Korngröße 0,84 – 1,68 mm, da diese Vorbereitung für jedes eingesetzte Granulat durchzuführen ist, um das Feinstmaterial zu entfernen, welches sonst im System zu Verstopfungen führt. Bei der Analyse dieser Granulatprobe zeigte sich, dass sich die Granulatmenge in der gewünschten Korngrößenklasse von 0,8 – 1,6 mm stark verkleinerte. Lediglich 21 % der gesamten Granulatmenge entsprachen der Herstellerangabe. Erstaunlicherweise waren die restlichen 79 % kleiner als 0,8 mm. Eine Möglichkeit warum sich anstatt des groben Anteils der Feinanteil erhöhte, könnte durch Agglomerat-Bildung des unbehandelten Granulats erklärt werden. Allerdings konnte dieses Phänomen aus Zeitgründen nicht mehr gelöst werden. Werden zukünftig weitere Versuche durchgeführt, wäre es sinnvoll die Siebanalyse dieses Granulats zu wiederholen.

Tabelle 10 und Abbildung 19 geben einen Überblick über die Ergebnisse der vorgenommenen Untersuchungen.

Tabelle 10: Zusammengefasstes Ergebnis der Siebanalyse des Granulats der schwarzen Walnuss mit der Korngröße 0,84 – 1,68 mm

| Korngröße<br>[mm] | Anteil des unbehandelten<br>Granulats [%] | Anteil des behandelten<br>Granulats [%] |
|-------------------|---|---|
| < 0,8             | 1,25                                      | 78,66                                   |
| 0,8 – 1,6         | 97,24                                     | 21,34                                   |
| > 1,6             | 1,51                                      | 0,00                                    |

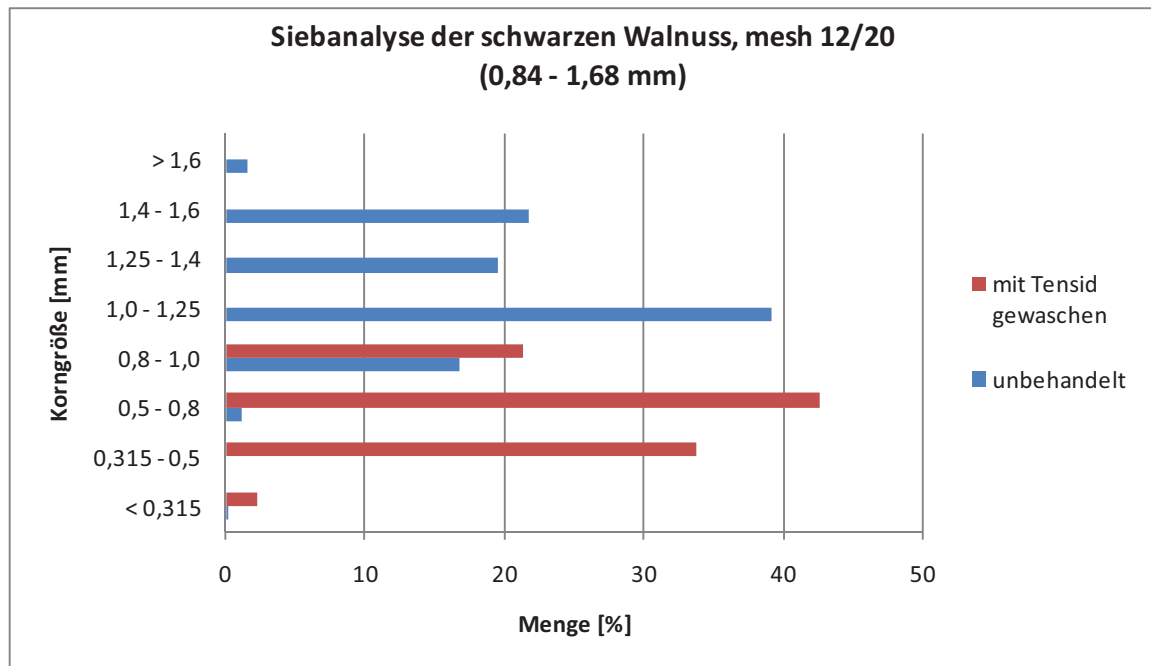


Abbildung 19: Ergebnis der Siebanalyse des Granulats der schwarzen Walnuss mit der Korngröße 0,84 – 1,68 mm

## 5.2 Schwarze Walnuss (mesh 30/40)

Beim Granulat der schwarzen Walnuss mit der Korngröße 0,42 – 0,59 mm wurde nicht nur die Korngrößenverteilung von unbehandelten und gewaschenen Proben untersucht, sondern auch die Veränderung der Korngrößen nach einer gewissen Beladungszeit. Dazu wurde bereits eingesetztes Granulat aus den Zyklen 1 – 15 verwendet.

Da die Maschenweiten der bei der Siebanalyse eingesetzten Siebe nicht genau mit den Kornklassen der Granulate übereinstimmen, können lediglich Aussagen über die Kornklassen kleiner 0,315 bzw. 0,5 mm und größer 0,63 mm getroffen werden.

Die Analyse des unbehandelten Granulats direkt aus dem Sack der Produktionsfirma ergab aber sogar bei einer erweiterten Kornklasse von 0,315 – 0,63 mm, dass nur 33 % der Granulatmenge innerhalb dieses Bereiches liegen. D. h. man kann davon ausgehen, dass nicht einmal ein Drittel des Granulats Korngrößen von 0,42 – 0,59 mm besitzt. Je ein Drittel des verbliebenen Granulats verteilte sich auf die Korngrößen < 0,315 mm und > 0,63 mm.

Interessant zu beobachten war, dass der Anteil des Granulats in der Kornklasse von 0,315 – 0,63 mm nach dem Waschen leicht und nach Durchführung einiger Filtrationsversuche sogar stark anstieg.

Nach dem Auswaschen des Feinstmaterials ohne Tensid befand sich ein gutes Drittel im vom Hersteller angegebenen Korngrößenspektrum. Die Granulatmenge > 0,63 mm stieg indes auf fast 65 %, während der Anteil < 0,315 mm auf 1 % sank, was bedeutet, dass sämtliches Feinstmaterial ausgewaschen worden war.

Wie schon zuvor angesprochen stieg die Menge des Granulats in den Kornklassen von 0,315 – 0,63 mm nach Durchführung der Zyklen 1 – 15 auf etwa 43 % an. Der Grund

dafür dürfte die Anhaftung von Eisensulfid an das Nussschalengranulat sein. Der Anteil des Granulats > 0,63 mm enthielt rund 58 %. Durch das mehrmalige Rückspülen seit dem Einfüllen des vorbehandelten Granulats in den Filter, war kein Granulat < 0,315 mm mehr vorhanden.

Tabelle 11 zeigt die genaue Verteilung der Granulatsmengen auf die untersuchten Kornklassen.

Tabelle 11: Zusammengefasstes Ergebnis der Siebanalyse des Granulats der schwarzen Walnuss mit der Korngröße von 0,42 – 0,59 mm

| Korngröße [mm] | Anteil des unbeh. Granulats [%] | Anteil des behandelten Granulats [%] | Anteil des beladenen Granulats [%] |
|----------------|---------------------------------|--------------------------------------|------------------------------------|
| < 0,315        | 34,52                           | 1,01                                 | 0,00                               |
| 0,315 – 0,5    | 20,75                           | 11,55                                | 14,26                              |
| 0,5 – 0,63     | 12,17                           | 22,85                                | 28,29                              |
| > 0,63         | 32,56                           | 64,59                                | 57,45                              |

Abbildung 20 stellt die Korngrößenverteilung des analysierten Nussschalengranulats grafisch dar.

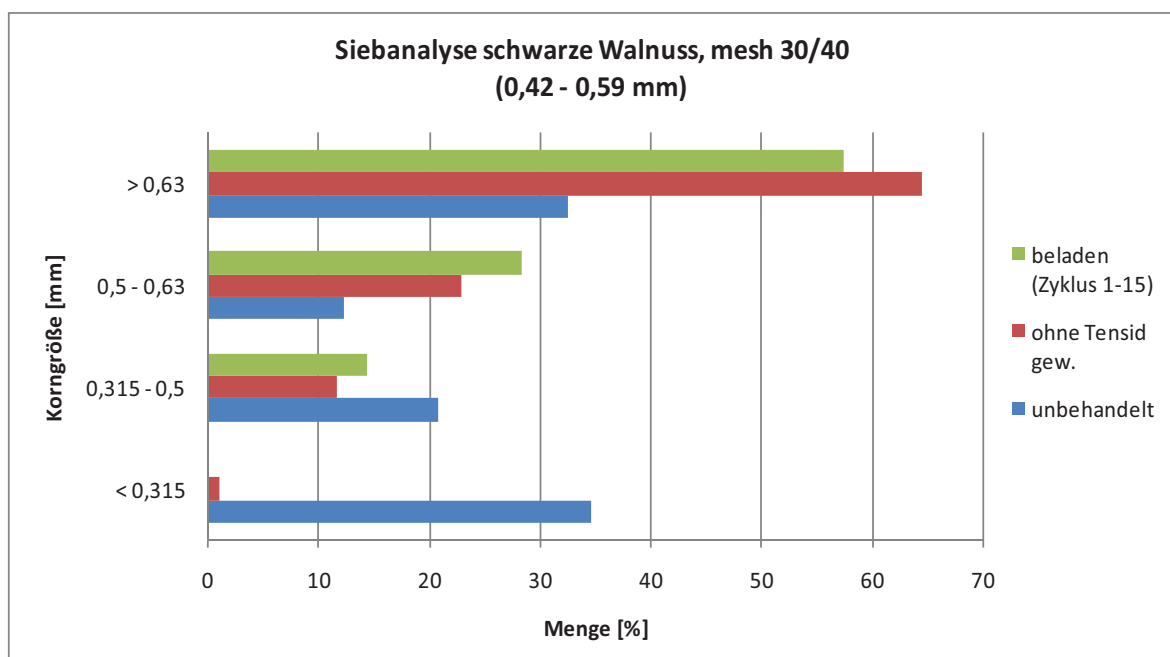


Abbildung 20: Ergebnis der Siebanalyse des Granulats der schwarzen Walnuss mit der Korngröße von 0,42 – 0,59 mm

### 5.3 Pekannuss (mesh 20/30)

Das 43 cm hohe Filterbett, bestehend aus dem Granulat der Pekannusschale in der Korngröße von 0,59 – 0,84 mm (mesh 20/30), wurde am 18. Juli 2008 am Standort Ma XII für 2 Stunden mit dem Wasser aus dem 1 m<sup>3</sup>-Tank unter mechanischer Belastung rückgespült, um zu untersuchen ob und wie sehr sich das Pekannusschalengranulat zerreibt. Dazu wurden alle 30 Minuten Granulatproben für eine Siebanalyse genommen.

Am Ende der mechanischen Belastung und dem Absetzen des Filterbettes war der Füllstand auf 37 cm gesunken, was bereits eine Zerkleinerung des Granulats verspricht.

Die Siebanalyse der genommenen Proben ergab eine Minimierung der Partikel < 0,8 mm um 7,6 %. Die Korngrößenklasse zwischen 0,5 und 0,8 mm nahm um 5,9 % zu, die Partikel kleiner 0,5 mm um 1,7 %. D. h. das Pekannusschalengranulat hat sich durch das Rückspülen zerrieben, wobei nicht bekannt ist welche Menge an Granulat ausgetragen wurde. Außerdem ist anzumerken, dass die Vorgabe des Herstellers betreffend die Korngröße des Granulats unzureichend ist, da der Anteil der Partikel > 0,8 mm unbehandelt bei 38 % und gewaschen (aber ohne Rückspülung) bei 48 % liegt. Im angegebenen Bereich von 0,59 – 0,84 mm ist lediglich eine Gesamtgranulatmenge von 56 bzw. 50 % anzufinden. Nach 120 min. Rückspülung verringerte sich die Menge > 0,8 mm wieder auf 40 %, während der Anteil im gewünschten Bereich von 0,5 - 0,8 mm erneut auf 56 % stieg (Steinbrugger A., c., 2008). In Tabelle 12 ist das Ergebnis der Siebanalyse kurz zusammengefasst.

Tabelle 12: Zusammengefasstes Ergebnis der Siebanalyse des Pekannusschalengranulats in der Korngröße 0,59 – 0,84 mm

| Korngröße [mm] | Anteil des unbeh. Granulats [%] | Anteil des beh. Granulats ohne RS [%] | Anteil nach 120 min. RS [%] |
|----------------|---------------------------------|---------------------------------------|-----------------------------|
| < 0,5          | 6,88                            | 1,95                                  | 3,68                        |
| 0,5 - 0,8      | 55,48                           | 50,07                                 | 55,99                       |
| > 0,8          | 37,64                           | 47,97                                 | 40,33                       |

In Abbildung 21 ist das Ergebnis aller analysierten Granulatproben der Pekannusschale dargestellt.

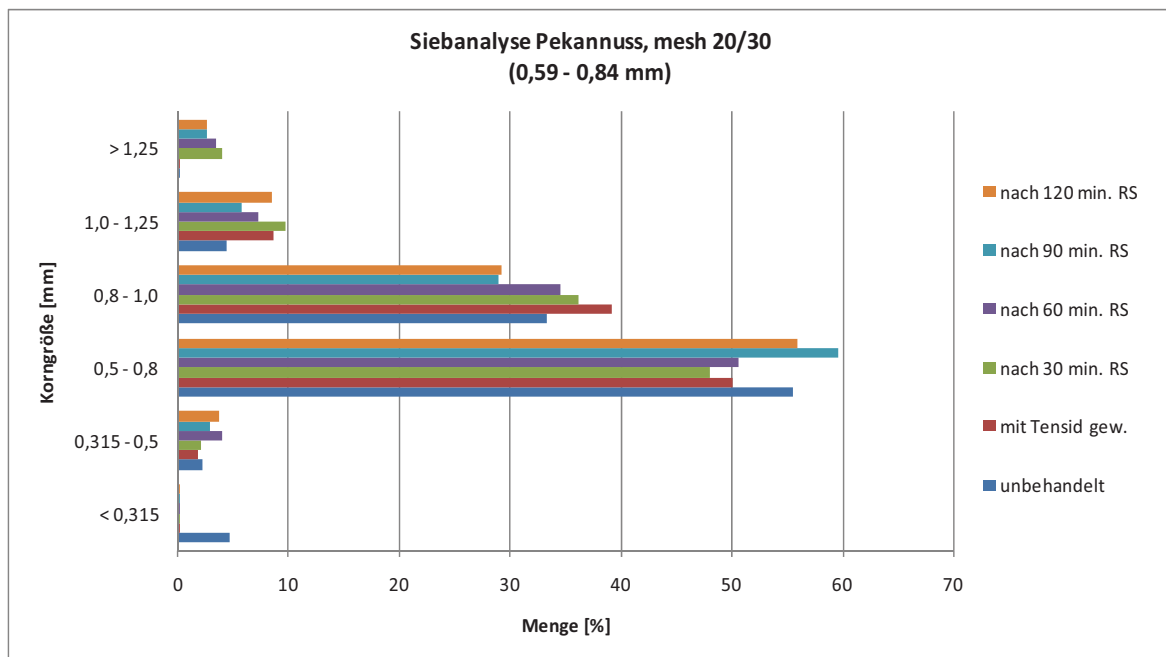


Abbildung 21: Ergebnis der Siebanalyse des Pekannusschalengranulats in der Korngröße 0,59 – 0,84 mm





## 6 Ergebnisse und Diskussion

Vor Beginn des Starts der Versuchsreihen wurden anhand der festgelegten Betriebsparameter und mithilfe der Erfahrungen aus der Literaturrecherche sowie den vorangegangenen Versuchen die Rahmenbedingungen festgelegt.

### Art und Korngröße des Nussschalengranulats

Zuallererst sollte die am besten geeignete Art und Korngröße des Nussschalengranulats bestimmt werden. Laut Literatur wird in so gut wie allen produzierten Nussschalenfiltern für eine Ölbelastung von  $< 75$  mg/l und eine Feststoffkonzentration von  $< 25$  mg/l im Wasser das Granulat der schwarzen Walnuss mit der Korngröße 0,84 – 1,68 mm (mesh 12/20) eingesetzt, weil sie sich experimentell als die Wirksamste herausgestellt hat. (Dalian Yooqi Environment Protection Co., Ltd., 2007; Veolia Water Solutions and Technologies, 2007)

Da aber die Öl- und Feststoffbelastung im hier untersuchten Formationswasser geringer ist und die Partikel etwas kleiner sind, wurden auch Versuche mit der kleineren Korngröße der schwarzen Walnuss bzw. mit einer Mischung aus der schwarzen Walnuss in der größeren Korngröße und Granulat einer etwas kleineren Pekannusschale durchgeführt, weil sich aufgrund der flacheren Partikel der Pekannusschale ein dichtes Filterbett bildet, welches auch zur Filtration sehr kleiner Schadstoffe eingesetzt wird. (Hensley C., 1989)

Kleinere Korngrößen bei Walnussschalen helfen zwar die erreichbare Wasserqualität zu sichern, können aber zu Problemen führen, wenn die Scherkräfte der Strömung und der Gefälleverlust zu schnell ansteigen. D. h. zur Gewährleistung der bestmöglichen Wasserqualität sollte eine dementsprechend große Korngröße gewählt werden. Allerdings wurde experimentell gezeigt, dass die Ölabscheiderate mit zunehmender Korngröße sinkt (Feng Li, et. al., 2003). Eine Möglichkeit der Kompensation dieser Probleme könnte die adäquate Steigerung der Filterbetttiefe sein. Grundsätzlich gilt je größer das Nussschalengranulat, desto tiefer das Filterbett. (Li Xiangyuan, et. al., 2005)

Bei der Durchführung der Versuche stellte sich heraus, dass das Granulat der schwarzen Walnuss mit der Korngröße 0,84 – 1,68 mm und auch die Mischung mit der Pekannusschale für das aufzubereitende Wasser sowohl auf der WFO als auch auf der Gewinnungsstation Ma XII nicht geeignet sind. Die Zwischenräume des Filterbettes sind anscheinend so groß, dass die Öl- und Feststoffpartikel durchgedrückt werden. Der Einsatz der schwarzen Walnuss mit der kleineren Korngröße von 0,42 – 0,59 mm hingegen erzielte bessere Ergebnisse. Die geforderten Ziele wurden allerdings erst erreicht als auch die Filtrationsgeschwindigkeit reduziert wurde (siehe Zyklen 8 – 12 und 28 – 82).

### Filtrationsgeschwindigkeit (Flux)

In der Literatur wird beispielsweise bei einer KW-Beladung von 100 ppm und einer Feststoffmenge von 50 ppm eine Fluxrate von ca. 33 m/h empfohlen. Wird anstatt der Mischung aus Pekannuss und schwarzer Walnuss ein Filterbett aus 100 % schwarzer Walnuss verwendet, sinkt die angegebene Fluxrate auf 32 m/h und bei 100 % englischer



Walnuss auf 31 m/h (Schulz J., 1993). Experimente der Industrie-Universität Harbin in China hingegen zeigten, dass die optimale Filtrationsgeschwindigkeit für Formationswasser mit einer Ölkonzentration von 100 – 120 mg/l und einer Trübung von 80 – 100 NTU beim Einsatz von Walnussschalengranulat mit der Korngröße 0,45 – 0,9 mm 10 m/h beträgt. Denn je höher die Filtrationsgeschwindigkeit ist, desto schneller sinkt der Wirkungsgrad der Entölung. (Feng Li, et. al., 2003)

Die auf der WFO und Ma XII durchgeführten Versuche mit dem Granulat der schwarzen Walnuss in der Korngröße 0,42 – 0,59 mm ergaben bei wesentlich geringeren Ölkonzentrationen im Formationswasser eine optimale Filtrationsgeschwindigkeit von 15 bis 16 m/h.

#### Filterbetttiefe

Die Filterbetttiefe betreffend wurden in der Literatur keine Angaben gefunden. In Anlehnung an die Bettiefen der Herstellerfirmen und die der Versuchsanlage der Firma Whittier Filtration (Veolia Water Solutions and Technologies, 2007), die auf der Gewinnungsstation Ma XII getestet worden war, wurde anfangs eine Filterbetttiefe von 33 cm angenommen, was dem dreifachen Innendurchmesser der Filtersäule entspricht. Im Laufe der Versuche ergab sich durch Ausprobieren eine Filterbetttiefe von 36 bis 38 cm. Bei Versuchen mit einer höheren Betttiefe war das entstandene Granulatvolumen so groß, dass die Rohrleitungen bei der Rückspülung verstopft wurden.

#### Ölkonzentration im Zulauf

Ein weiterer wichtiger Punkt betrifft die Ölkonzentration im Zulauf des Nussschalenfilters. Laut Literatur hängt die Abtrennung von Öl von der Art, der relativen Dichte und der Tropfengröße ab. D. h. der Nussschalenfilter kann schmutziges, schweres Öl leicht abtrennen, während sich leichte Öle nicht effektiv reinigen lassen. Außerdem sollte der Zulauf, wie schon zuvor erwähnt, für eine gute Filtrierleistung weniger als 75 ppm KW und weniger als 25 ppm Feststoffe enthalten. Kurzfristige Spitzenwerte von 200 ppm sind ebenfalls möglich ohne den Nussschalenfilter nachhaltig zu gefährden. (Dalian Yooqi Environment Protection Co., Ltd., 2007)

Bei den hier durchgeführten Versuchen stellte sich heraus, dass die gewünschte Wasserqualität von  $\leq 1$  ppm KW im Ablauf erreicht wurde, wenn die Ölkonzentration im Zulauf  $\leq 15$  ppm KW betrug. Kurzfristige Spitzen von bis zu 50 ppm KW gefährdeten die Leistungsfähigkeit des Filters. Leicht erhöhte Konzentrationswerte von 20 bis 30 ppm KW schädeten dem Granulat über einen Zeitraum von maximal 4 Stunden nicht (vgl. Zyklus 38 in Kap. 4.2.3.1; Steinbrugger A., d, 2008).

#### Filterstandzeit und Rückspülung bzw. Zwischenspülungen

Aufgrund des Chemikalieneinsatzes in der Flotationsanlage konnte die gewünschte Filterstandzeit von 24 Stunden nicht erreicht werden, weil der Differenzdruck durch die anwesenden Polymere stärker anstieg als bei den Versuchen auf der WFO. Die Polymere hafteten sich an die Oberfläche des Nussschalengranulats und erhöhten so den Filterwiderstand. Um den Differenzdruck wieder zu senken, wurde das Filterbett bei einem



Differenzdruck von 0,5 bis 1,0 bar zwischengespült. Dadurch wurde zusätzlich die Filterstandzeit verlängert. In der Literatur werden die 24 Stunden Filterstandzeit empfohlen, damit der Filter nicht zu stark belastet und der für die Rückspülung benötigte Wasserverbrauch verringert wird. Die Versuche zeigten, dass der Wasserverbrauch durch die Zwischenspülungen nicht erhöht, sondern die Rückspüldauer am Ende des Zyklus verkürzt wurde. Bezogen auf den Tagesdurchsatz wurden durchschnittlich 2 % des im Filter aufzubereitenden Wassers für die Rückspülung verwendet. Der in der Literatur angegebene Wert liegt bei 1 bis 5 % (Veolia Water Solutions and Technologies, 2007; AFIC, 1999). Auch in der Großanlage könnte die Filterstandzeit durch Zwischenspülungen nach 8 und 16 oder nach 12 Stunden auf 24 Stunden verlängert werden, wodurch nur einmal am Tag eine vollständige Rückspülung durchgeführt werden müsste. Dauer und Ablauf der Rück- und Zwischenspülungen wurden experimentell bestimmt (siehe Kap. 3.2.3 und 4.2.3.3 Zyklen 63 – 74) und sind ebenfalls auf die Großanlage anwendbar.

#### Chemikalieneinsatz in der Flotationsanlage

Wie in den zuletzt durchgeführten Zyklen zu sehen ist (siehe Kap. 4.2.3.3 Zyklen 75 – 81 und Zyklus 82), sollten noch andere Chemikalien in der Flotationsanlage getestet werden, weil diese einen Einfluss auf die Wasserqualität haben und somit auch auf die Leistungsfähigkeit des Nusschalensfilters und die Filtrierbarkeit des Wassers im Ablauf haben. Bei den verwendeten Chemikalien zeigten beispielsweise das PAX und die Mischung aus PAX und Zirkoniumchlorid die Filtrierbarkeit betreffend die besten Ergebnisse (vgl. Kap. 4.2.3.1 und 4.2.3.3 Zyklus 82). Im Zuge der vielen Versuche hat sich weiter herausgestellt, dass die Dosiermengen der Chemikalien sehr genau eingestellt werden müssen, um genügend Öl- und Feststoffpartikel abzutrennen ohne Chemikalienflocken zu produzieren, die dem Nusschalengranulat nachhaltig schaden. Erhöhter Polymerzusatz kann die Adsorptionsfähigkeit des Granulats beeinträchtigen und so zu einem Anstieg der Ölkonzentration im Ablauf verursachen (siehe Kap. 4.2.3.3 Zyklen 48 – 62). Mit diesem Problem beschäftigte sich ebenfalls ein Projektteam an der Industrie-Universität Harbin in China. Unter anderem wurde daraufhin dem aufzubereitenden Wasser basisches Aluminiumchlorid (PAC) statt Polyaluminiumchlorid (PAX) zugesetzt, wodurch sich deren Ergebnisse verbesserten. (Zhang Fengyn, et. al., 2007; Feng Li, et. al., 2003)

#### Regeneration von gebrauchtem Granulat

Da in der Großanlage das Nusschalengranulat nicht so einfach getauscht werden kann, wurden Versuche durchgeführt, um die durch z. B. Überdosierung der Chemikalien verlorene Öladsorptionsfähigkeit des Granulats wiederherzustellen. Wie in Kapitel 4.3 ausführlicher beschrieben, wurde dafür gebrauchtes Granulat erst mit Sapogenat gewaschen und anschließend mit 1l Öl aus dem Plattenseparator versetzt. Die Behandlung allein mit einem Tensid war nicht erfolgreich, allerdings zeigte zumindest die Benetzung mit Öl eine positive Wirkung. Weil aber nicht genügend Zeit zur Verfügung stand, konnte der Erfolg nicht bestätigt werden. Eine Überlegung wäre das Tensid bei der Behandlung von gebrauchtem Nusschalengranulat wegzulassen, da es die Benetzung



mit Wasser unterstützt und nicht die Affinität zu Öl. Das könnte ein Grund dafür sein, dass der Filter erst 2 bis 3 Zyklen brauchte bis die Adsorptionsfähigkeit gegeben war. Auch bei der Konditionierung von neuem Granulat vor dem ersten Versuchseinsatz ist es wahrscheinlich besser das Filtermaterial nur mit sauberem Wasser zu waschen (ohne Tensid) und es danach für eine bestimmte Zeit mit Öl zu versetzen. Wie diese Behandlung in der Großanlage zu bewerkstelligen ist, muss zusätzlich diskutiert werden. Da aber bei der Vorbereitung des Granulats sehr viel Staub und Feinstmaterial auszuwaschen ist, sollte die Konditionierung außerhalb des Filtrationssystems beispielsweise in Tanks oder Becken durchgeführt werden, in denen das Filtermedium mehrere Stunden mit relativ sauberem Wasser durchflutet werden kann. Das dabei entstandene Gemisch aus Wasser und Staub könnte über Siebe oder Filter geleitet werden, um das Feinstmaterial abzutrennen, bevor das Wasser im Kreis zurück geführt wird. Die Benetzung mit dem Öl, welches auch in der Großanlage im Plattenseparator abgezogen wird, könnte ebenfalls in externen Tanks durchgeführt werden.

In China wurden zu diesem Thema Experimente durchgeführt, bei denen bei der externen Rückspülung verschiedene Reinigungsmittel zugesetzt wurden, um das Nusschalengranulat vollständig zu regenerieren. Ausprobiert wurden oberflächenaktive Substanzen in verschiedenen Mischungsverhältnissen. Gemischt wurde Alkylbenzolsulfonat mit unterschiedlichen Teilen von Natriumhydroxid, Natriumkarbonat und Natriumtripolyphosphat, wobei letzteres in einem Mischungsverhältnis von 3:1 in einprozentiger Konzentration die besten Ergebnisse lieferte. (Huang Tinglin, et. al., 2003)

Der Einsatz von Salzsäure zur Reinigung des Granulats erwies sich als nicht zielführend, da das Granulat zwar dadurch von Eisensulfid befreit war, aber auch von seiner Adsorptionsfähigkeit.

#### Lebensdauer des Nusschalengranulats und Materialverlust

In Ermangelung ausreichend zur Verfügung stehender Zeit war es nicht möglich eine Lebensdauerbilanz des Nusschalengranulats aufzustellen. Die Versuche haben allerdings gezeigt, dass ein kleiner Teil des Granulats durch Abrieb und Zerschlagung im Laufe der Zeit verloren geht. Es ist also davon auszugehen, dass dieser Anteil regelmäßig mit neuem, konditioniertem Granulat aufzufüllen ist. Laut Literatur beträgt dieser Verlust pro Jahr 5 bis 7 % des eingesetzten Granulatvolumens (Veolia Water Solutions and Technologies, 2007; Dalian Yooqi Environment Protection Co., Ltd., 2007).

#### Ergebnis

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass der Einsatz eines Nusschalenfilters für die Aufbereitung von Formationswasser geeignet ist. Im Zuge dieser Arbeit konnten die Betriebsparameter für eine erfolgreiche Filtration festgelegt werden (siehe Tabelle 13). Allerdings sollte der Chemikalieneinsatz in der Flotationsanlage und zur Regeneration von gebrauchtem Nusschalengranulat noch optimiert werden.



Tabelle 13: optimierte Betriebsparameter einer Filtration

|                            |  |
|----------------------------|--|
| Art des Nussschalgranulat  | Schwarze Walnuss   |
| Korngröße                  | 0,42 – 0,59 mm (mesh 30/40)  |
| Filtrationsgeschwindigkeit | 15 – 16 m/h  |
| Filterbetttiefe            | 36 – 38 cm   |
| Ölkonzentration im Zulauf  | ≤ 15 mg/l  |
| Ölkonzentration im Ablauf  | ≤ 1 mg/l   |
| WBF                        | < 0,7  |
| Abfiltrierbare Stoffe      | 0,0 – 0,5 mg/l   |
| Filterstandzeit            | 24 h mit Zwischenspülungen   |
| Zwischenspülung            | 30 s mechanische Belastung → Granulat zusammenholen → 3 min. Ausspülen                             |
| Rückspülung                | (1 min. mechanische Belastung + 3 min. Ausspülen) wiederholen bis Filterbett gereinigt (ca. 7 mal) |
| Differenzdruck             | max. 1 bar   |

## 7 Zusammenfassung

Bei der Förderung von Erdöl fällt Formationswasser (salz- und schwermetallhaltiges Lagerstättenwasser) an, welches in einer Wasserflutanlage zur Reinjektion in untertägige Formationen aufbereitet wird. Im Zuge der Planung einer neuen Flutanlage im Südfeld der OMV AUT sollen auch neue Verfahren zur Aufbereitung von Formationswasser getestet werden. So werden zukünftig in der letzten Reinigungsstufe Nussschalensfilter die bisher verwendeten Kiesfilter ersetzen.

Ziel dieser Arbeit war es die optimalen Filtrationsbedingungen festzulegen, die zum Erreichen der gewünschten Wasserqualität im Ablauf notwendig sind. Um das aufbereitete Formationswasser reinjezieren zu können, sollte das Wasser einen Öl- und Feststoffgehalt von  $\leq 1$  mg/l (bzw. 1 ppm) enthalten und einen WBF von  $< 0,7$  erreichen.

Anfangs wurden zwei Nussschalengranulate in drei verschiedenen Korngrößen festgelegt, die aufgrund der vorangegangenen Versuche die bestmöglichen Ergebnisse versprachen. So einigte man sich auf das Granulat der schwarzen Walnuss, weil es am widerstandsfähigsten ist und die beste Oberflächencharakteristik aufweist. Einerseits wurde es in der Korngröße 0,84 – 1,68 mm (mesh 12/20) getestet, weil diese Größe in der Erdölindustrie vorwiegend eingesetzt wird. Andererseits wurde das Walnussgranulat in der Korngröße 0,42 – 0,59 mm (mesh 30/40) untersucht, weil früher auf der WFO durchgeführte Versuche gezeigt haben, dass es im Vergleich zum größeren Granulat bessere Ergebnisse erzielte. Das zweite ausgewählte Nussschalengranulat war das der Pekannuss in der Korngröße von 0,59 – 0,84 mm (mesh 20/30), welches 1:1 mit dem groben Granulat der schwarzen Walnuss gemischt wurde, um ein dichteres Filterbett zu bilden.

Die ersten Versuche wurden am Standort der Wasserflut Schönkirchen (WFO) durchgeführt, weil die Wasserqualität dort konstanten Bedingungen unterlag. Zeitgleich wurde eine zweite Versuchsanlage am Standort der Gewinnungsstation Matzen XII (Ma XII) getestet, die sich mit den Reinigungsschritten vor dem Nussschalensfilter beschäftigte und in Zukunft als Zulauf des Filters dienen sollte, weil das dort aufbereitete Wasser eher den Bedingungen der neuen Wasserflut entspricht. Sieben Wochen nach Beginn der Versuche auf der WFO wurde die gesamte Versuchsanlage Nussschalensfilter an den Standort Ma XII verlegt.

Schon bei den Versuchen auf der WFO stellte sich heraus, dass das Granulat der schwarzen Walnuss mit der Korngröße 0,42 – 0,59 mm (mesh 30/40) das einzige war, bei dem gute Ergebnisse erzielt werden konnten. Voraussetzung für das Erreichen der gewünschten Ziele war aber die Reduzierung der Fluxrate auf 15 – 16 m/h (entspricht ca. einem Durchsatz von 150 l/h). Eine höhere Filtrationsgeschwindigkeit führte dazu, dass die Öl- und Feststoffpartikel durch das Filterbett gedrückt wurden und so das Ergebnis erheblich verschlechterte. Außerdem sollte die KW-Beladung des Zulaufs  $\leq 15$  ppm (max. 20 ppm) betragen, um den geforderten Öl- und Feststoffgehalt von  $\leq 1$  ppm im Ablauf zu erreichen. Innerhalb dieses Rahmens entfaltete der Nussschalensfilter allerdings seine volle Leistungsfähigkeit und es wurden Abscheidegrade von 75 bis 95 % erzielt.



Diese Ergebnisse wurden durch die auf der Gewinnungsstation Ma XII durchgeführten Versuche bestätigt. Der einzige Unterschied zu den Versuchen auf der WFO bestand darin, dass die gewünschte Filterstandzeit von 24 h auf der Gewinnungsstation Ma XII mittels Zwischenspülungen erreicht werden konnte. Die Chemikalien hatten auch Auswirkungen auf die Filtrierbarkeit des Wassers. Durch gutes Einstellen der Dosiermengen konnte ein WBF < 0,7 mit einer Menge an abfiltrierbaren Stoffen < 1 mg/l erzielt werden.

Die Umstellungen der Chemikalien gegen Ende der Versuche zeigten, dass die Ergebnisse durch Optimierung des Chemikalieneinsatzes in der Flotationsanlage weiter verbessert werden könnten.

Da in der Literatur bezüglich der optimalen Filterbetthöhe keine konkreten Angaben gemacht wurden, wurde für den Nusschalenfilter eine Filterbetttiefe von 33 cm angenommen, was dem Dreifachen des Innendurchmessers der Filtersäule entspricht. Im Laufe der Zeit wurde eine Filterbetttiefe von 36 bis 38 cm festgelegt. Versuche mit einer höheren Betttiefe ergaben, dass das dadurch entstandene Granulatvolumen zu groß war für eine erfolgreiche Rückspülung, da die Leitungen durch den hohen Granulatanteil verstopft wurden.

Wie schon in Kap. 3.2.3 beschreiben, konnten Ablauf und Dauer sowohl der Rückspülung als auch der Zwischenspülungen optimiert werden. Die Rückspülung bestand aus zwei Schritten (Abrieb und Kollision des Granulats mithilfe einer Kreiselpumpe und das Ausspülen der abgelösten Öl- und Feststoffpartikel), die solange abwechselnd durchgeführt wurden, bis das Filterbett gereinigt war. Bei der Zwischenspülung fanden diese zwei Schritte nur je einmal statt, da dieser Vorgang lediglich dem Auflockern des Filterbettes diente. Die Zwischenspülung dauerte insgesamt 4,5 min. und benötigte etwa 1 bis 2 % der verbrauchten Wassermenge. Die Dauer der Rückspülung verkürzte sich dadurch von 40 bis 45 min. auf 20 bis 30 min., was zu einer Reduktion der benötigten Wassermenge auf 2,5 bis 4 % führte. Umgerechnet auf den Tagesdurchsatz entspricht der Wasserverbrauch bei der Rückspülung durchschnittlich 2 %, welcher mit den in der Literatur angegebenen Werten von 1 bis 5 % (Veolia Water Solutions and Technologies, 2007; AFIC, 1999) übereinstimmt. Der Verlauf der Rückspül- und Zwischenspülvorgänge sind in dieser Art zukünftig auch in der Großanlage durchführbar.

Bezüglich der Konditionierung des Granulats vor Beginn der Filtration und der Regeneration von gebrauchtem Nusschalengranulat sollten noch Versuche zur Optimierung durchgeführt werden, da die ausprobierten Vorgangsweisen nicht den gewünschten Effekt erbrachten. Auch die Lebensdauer des Granulats betreffend kann keine Aussage getroffen werden, weil die dafür notwendige Zeit nicht gegeben war. Es ist aber davon auszugehen, dass ein gewisser Anteil an Granulat aufzufüllen sein wird, da eine geringe Menge an Filtermaterial durch Abrieb verloren geht. Laut Literatur beträgt dieser Verlust etwa 5 bis 7 % pro Jahr (Veolia Water Solutions and Technologies, 2007; Dalian Yooqi Environment Protection Co., Ltd., 2007).

Abschließend kann gesagt werden, dass es möglich war die Betriebsparameter für den Einsatz eines Nusschalenfilters bei der Aufbereitung von Formationswasser festzulegen.



## 8 Verzeichnisse

### 8.1 Literatur

AFIC – Absolute Filtration Industries Corporation (1999): *Hydroflow™ Nut Shell Filter*; <http://www.walnutshellfilter.com/hydroflow.html>, abgefragt am 14.09.2007

BP Austria AG (2007): *Der Rohstoff Erdöl*; <http://www.bphandel.at/modules.php?name=Content&pa=showpage&pid=84&SESS=a4aeb6211419b28e9caa192fc26a41f>, abgefragt am 22.01.2009

Dalian Yooqi Environment Protection Equipment Co., Ltd. (2007): *External cleaning nutshell filter*. Firmenbroschüre

DEV – Deutsches Einheitsverfahren (1981): *Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H), Bestimmung von Kohlenwasserstoffen (H 18)*. DIN 38 409 Teil 18 zur Bestimmung von Kohlenwasserstoffen; Deutschland

Erdölvereinigung Schweiz: *Erdölförderung*; <http://www.erdoel-vereinigung.ch/de/oilfacts/erdoelangebot/foerdertechnologien/erdoelfoerderung.aspx>, abgefragt am 22.01.2009

Feng Li, Shi Yang, Chen Wenbing, Lü Bingnan (2003): *Study on removal of oil and turbidity by smashed shell filtration*. In: *Journal for Safety and Environment* 3 (4): p. 35-37; China

GLR Solutions Ltd. (2007): *The SABIAN™ Line of Black Walnut Shell Filters*. Firmenbroschüre

Hensley C. (1989): *Filter Media for Filter Systems*. United States Patent, Patentnummer: 4,826,609, Patentdatum: 02.05.1989; USA

Huang Tinglin, Song Wiewing, Zhao Jianwei (2003): *Regeneration of contaminated walnut as filtrating medium in oily wastewater treatment*. In: *Journal of Xi'an University of Archeology & Technology (Natural Science Edition)* 35 (3): p. 238-242; China

Janka C. (2007): *Verfahrensauswahl zur Aufbereitung von Erdölbegleitwasser zur Reinjektion*. Diplomarbeit; Wien

Krammer G., ORF.at - News (2008): *OMV bringt alte Anlagen wieder in Schuss*; [http://www.orf.at/080513-24992/?href=http%3A%2F%2Fwww.orf.at%2F080513-24992%2F24993txt\\_story.html](http://www.orf.at/080513-24992/?href=http%3A%2F%2Fwww.orf.at%2F080513-24992%2F24993txt_story.html), abgefragt am 22.01.2009

Li Xiangyuan, Shao Changxin, Wan Shiqing, Zhang Chuanjiang, Song Bo (2005): *Influence of grain size of walnut shell filter material on oilfield waste water filtering*. In: *China Petroleum Machinery* 33 (7): p. 23-25, p. 40; China





Merck KGaA (2001): *Crack Set 10C*. Arbeitsanweisung Spectroquant Crack Set – 114688; Deutschland

Merck KGaA (2008): *Eisen-Test*. Arbeitsanweisung Spectroquant Eisen-Test – 11476; Deutschland

OMV AG (2009): *Alles über Erdöl & Erdgas*; Kapitel: *Erdöl und Erdgas – Entstehung, Suche & Förderung – Fördern*; [http://www.omv.at/portal/01/at/cxml/04\\_Sj9SPykssy0xPLMnMz0vM0Y\\_Qj4o3i\\_c1sPRw8ww1CnU0MTLwNvW0dzc21w9KSdUvyHZUBADx7mxxp](http://www.omv.at/portal/01/at/cxml/04_Sj9SPykssy0xPLMnMz0vM0Y_Qj4o3i_c1sPRw8ww1CnU0MTLwNvW0dzc21w9KSdUvyHZUBADx7mxxp), abgefragt am 22.01.2009

OMV LEP (2006): *Filtrierbarkeit von Wässern*. Interne Ölanalysen; Arbeitsanweisung AA D CHE 430; Wien

Petresco International Inc. (2003): *Hydromation® Deep Bed Nut Shell Filters – High throughput nut shell filters for purification of oily process water and industrial wastewater*. Firmenbroschüre

Ramler E. (2008): *Erprobung eines Nussschalenfilters zur Aufbereitung von Erdölproduktionswasser*. Diplomarbeit; Wels

Schulz J. (1993): *Nutshell filter technology*. WEMCO Div., ENVIROTECH EIMCO PROCESS Equip. Co., *Advances in Filtration and Separation Technology*, 7 (System approach to separation and filtration process equipment), Paper no. D5.2, p. 17pp; USA

Siemens Water Technologies (2005): *Auto-Shell™ Filter: Walnut Shell Filtration*. Firmenbroschüre

Steinbrugger A., a (2008): *Monatsbericht für Mai*. Statusreport; Wien

Steinbrugger A., b (2008): *Monatsbericht für Juni*. Statusreport; Wien

Steinbrugger A., c (2008): *Monatsbericht für Juli*. Statusreport; Wien

Steinbrugger A., d (2008): *Monatsbericht für August*. Statusreport; Wien

Steinbrugger A., e (2008): *Monatsbericht für September*. Statusreport; Wien

Steinbrugger A., f (2008): *Monatsbericht für Oktober*. Statusreport; Wien

Steinbrugger A., g (2008): *Monatsbericht für November*. Statusreport; Wien

Steinbrugger A., h (2008): *Monatsbericht für Dezember*. Statusreport; Wien

Veolia Water Solutions and Technologies (2007): *Power Clean® Systems Nutshell Filters*. Firmenbroschüre



Zhang Fengyu, Jiang Anxi, Zhang Lei, Yan Bo, Li Fen (2007): *Development of low-pressure and steady-flow walnut shell filter and application in oil field wastewater treatment*. In: Modern Chemical Industry 27 (1): p. 53-56; China

Zhang Ruicheng, Xue Jiahui, Gu Yuhong, Liu Kaiwen (2007): *Study on design parameter of walnut shell filter*. China Petroleum Machinery 29 (7): p. 33-34; China

## 8.2 Abkürzungsverzeichnis

|               |                                |
|---------------|--------------------------------|
| °C            | Grad Celsius                   |
| %             | Prozent                        |
| $\eta$        | Wirkungsgrad                   |
| $\mu\text{m}$ | Mikrometer                     |
| A-Öl          | Asphaltenhaltiges Öl           |
| cm            | Zentimeter                     |
| $\text{dm}^3$ | Kubikdezimeter                 |
| Fe            | Eisen                          |
| g             | Gramm                          |
| h             | Stunde                         |
| kg            | Kilogramm                      |
| KW            | Kohlenwasserstoff              |
| l             | Liter                          |
| $\text{m}^2$  | Quadratmeter                   |
| $\text{m}^3$  | Kubikmeter                     |
| Ma XII        | Gewinnungsstation Matzen XII   |
| mg            | Milligramm                     |
| min.          | Minute                         |
| ml            | Milliliter                     |
| mm            | Millimeter                     |
| NSF           | Nussschalenfilter              |
| P             | Pumpe                          |
| PAX           | Polyaluminiumchlorid           |
| P-Öl          | Paraffinhaltiges Öl            |
| ppm           | parts per Million              |
| p.s.i.        | pound per square inch          |
| R&I           | Rohrleitungen und Instrumente  |
| s             | Sekunde                        |
| WBF           | Water Blocking Factor          |
| WFO           | Wasserflut Ost in Schönkirchen |



### 8.3 Formeln

|   |    |
|---|----|
| Formel 1: Wirkungsgrad der Entölung .....                   | 16 |
| Formel 2: Fluxrate .....                                    | 17 |
| Formel 3: das durchgesetzte Filtratvolumen .....            | 19 |
| Formel 4: das Filtratvolumen abgeleitet nach der Zeit ..... | 19 |
| Formel 5: Bildung von unlöslichem Eisensulfid .....         | 20 |
| Formel 6: Bildung von Eisen(III)hydroxid .....              | 20 |
| Formel 7: Bildung von Eisen(III)hydroxid .....              | 20 |

### 8.4 Tabellen

|  |    |
|--|----|
| Tabelle 1: Gegenüberstellung der Reinigungsstufen des Aufbereitungsprozesses in der bestehenden und der geplanten Wasserflutanlage ..... | 4  |
| Tabelle 2: Auswahl der Nussschalengranulate .....  | 22 |
| Tabelle 3: Wasserqualität von Zu- und Ablauf in den Zyklen 16 – 18 .....   | 23 |
| Tabelle 4: Wasserqualität von Zu- und Ablauf in den Zyklen 19 – 21 .....   | 25 |
| Tabelle 5: Wasserqualität von Zu- und Ablauf in den Zyklen 8 – 12 .....  | 27 |
| Tabelle 6: Wasserqualität von Zu- und Ablauf in den Zyklen 13 – 15 .....   | 28 |
| Tabelle 7: Wasserqualität von Zu- und Ablauf in den Zyklen 22 – 23 .....   | 30 |
| Tabelle 8: Wasserqualität von Zu- und Ablauf in den Zyklen 24 – 27 .....   | 32 |
| Tabelle 9: Wasserqualität von Zu- und Ablauf in den Zyklen 46 – 47 .....   | 36 |
| Tabelle 10: Zusammengefasstes Ergebnis der Siebanalyse des Granulats der schwarzen Walnuss mit der Korngröße 0,84 – 1,68 mm .....        | 47 |
| Tabelle 11: Zusammengefasstes Ergebnis der Siebanalyse des Granulats der schwarzen Walnuss mit der Korngröße von 0,42 – 0,59 mm .....    | 49 |
| Tabelle 12: Zusammengefasstes Ergebnis der Siebanalyse des Pekannussschalengranulats in der Korngröße 0,59 – 0,84 mm .....               | 50 |
| Tabelle 13: optimierte Betriebsparameter einer Filtration .....  | 55 |



## 8.5 Abbildungen

|   |    |
|---|----|
| Abbildung 1: Förderung einer Erdöllagerstätte (Quelle: www.energiewirtschaft.net) .....                                 | 3  |
| Abbildung 2: R&I Fließbildes der Versuchsanlage Nussschalenfilter auf der Wasserflut<br>Schönkirchen – Teil 1 .....     | 11 |
| Abbildung 3: R&I Fließbild der Versuchsanlage Nussschalenfilter auf der Wasserflut<br>Schönkirchen – Teil 2 .....       | 12 |
| Abbildung 4: R&I Fließbild der Versuchsanlage Nussschalenfilter auf der<br>Gewinnungsstation Matzen XII .....           | 14 |
| Abbildung 5: Nussschalenfilter .....  | 15 |
| Abbildung 6: Schematische Darstellung von Zyklus 17 .....   | 24 |
| Abbildung 7: Schematischer Verlauf von Zyklus 21 .....  | 26 |
| Abbildung 8: Schematischer Verlauf von Zyklus 9 .....   | 28 |
| Abbildung 9: Schematischer Verlauf von Zyklus 15 .....  | 29 |
| Abbildung 10: Schematischer Verlauf von Zyklus 23 .....   | 31 |
| Abbildung 11: Schematischer Verlauf von Zyklus 25 .....   | 32 |
| Abbildung 12: Schematischer Verlauf von Zyklus 27 .....   | 33 |
| Abbildung 13: Schematischer Verlauf von Zyklus 46 .....   | 36 |
| Abbildung 14: Schematischer Verlauf von Zyklus 53 .....   | 38 |
| Abbildung 15: Schematischer Verlauf von Zyklus 56 .....   | 39 |
| Abbildung 16: Schematischer Verlauf von Zyklus 72 .....   | 42 |
| Abbildung 17: Schematischer Verlauf von Zyklus 80 .....   | 44 |
| Abbildung 18: Schematischer Verlauf von Zyklus 82 .....   | 45 |
| Abbildung 19: Ergebnis der Siebanalyse des Granulats der schwarzen Walnuss mit der<br>Korngröße 0,84 – 1,68 mm.....     | 48 |
| Abbildung 20: Ergebnis der Siebanalyse des Granulats der schwarzen Walnuss mit der<br>Korngröße von 0,42 – 0,59 mm..... | 49 |
| Abbildung 21: Ergebnis der Siebanalyse des Pekannussschalengranulats in der<br>Korngröße 0,59 – 0,84 mm.....            | 50 |

# Anhang

## Anlagenteilliste für die Abbildungen 2 und 3

| Kurzzeichen | Bezeichnung Anlagenteil | Stelle, an dem sich Anlagenteil befindet                                | Beschreibung  |
|-------------|-------------------------|---|---|
| V0          | Kugelhahn (1/2")        | in Zulaufleitung von Strang I außerhalb der Containerwand               | Absperrung des Zulaufs von Strang I in Versuchscontainer                                  |
| V1          | Kugelhahn (1/2")        | zwischen Kompressor und Zulaufleitung von Strang I                      | Absperrung des Zulaufs der Druckluft von K1 zur Entleerung der Zulaufleitung von Strang I |
| V2          | Kugelhahn (3/4")        | vor Kreiselpumpe P1   | Zulauf von Strang I zu Kreiselpumpe P1  |
| V3          | Kugelhahn (1/2")        | nach Kreiselpumpe P1  | Probenahmestelle 1 (PN I)   |
| V7          | Kugelhahn (1")          | aus Behälter A - vorne  | Ölüberlauf von Behälter A   |
| V9          | Kugelhahn (3/4")        | Behälter A unten  | Auslauf von Behälter A  |
| V9A         | Kugelhahn (3/4")        | Behälter A unten  | Auslauf direkt bei Behälter A   |
| V10         | Kugelhahn (3/4")        | in Rohrleitung zwischen Behälter A und Schneckenpumpe P3                | Ansaugung der Schneckenpumpe P3 aus Behälter A  |
| V12         | Kugelhahn (3/4")        | in Rohrleitung zwischen Behälter B und Schneckenpumpe P3                | Ansaugung der Schneckenpumpe P3 aus Behälter B  |
| V14         | Kugelhahn (3/4")        | Behälter B unten  | Auslauf von Behälter B  |
| V14A        | Kugelhahn (3/4")        | Behälter B unten  | Auslauf direkt bei Behälter B   |
| V15         | Kugelhahn (1")          | aus Behälter B - vorne  | Ölüberlauf Behälter B   |
| V16         | Kugelhahn (3/4")        | über Schneckenpumpe P3  | Zulauf zur Schneckenpumpe P3 bei Förderung von Wasser im Kreis                            |
| V17         | Kugelhahn (1/2")        | unter Schaltschrank, zwischen V35 und M1                                | Probenahmestelle 2 (PN II)  |
| V18         | Kugelhahn (1/2")        | Zwischen V19 und V20  | Früher: N <sub>2</sub> -Zufuhr zu NSF   |
| V19         | Kugelhahn (3/4")        | rechts vom Schaltschrank, zwischen T1 und V20                           | Absperrung oberer Zulauf aus Behälter zu NSF  |
| V20         | Kugelhahn (3/4")        | rechts vom Schaltschrank, nach V19                                      | Absperrung oberer Zulauf aus Behälter (und von N <sub>2</sub> ) zu NSF                    |
| V21         | Kugelhahn (3/4")        | zwischen Überdrucksicherung (ÜS) und NSF                                | Absperrung unterer Zulauf aus Behälter zu NSF   |
| V22         | Kugelhahn (3/4")        | unter NSF   | Absperrung Auslass NSF oder unterer Zulauf zu NSF   |
| V23         | Kugelhahn (3/4")        | nach NSF, rechts unten  | Absperrung Förderung in Schacht nach NSF  |
| V24         | Kugelhahn (1/2")        | zwischen NSF und Rückspülpumpe P4                                       | Entlüftung vor Rückspülpumpe P4   |
| V25         | Nadelventil (3/4")      | zwischen p2 und Probenahmestelle 3                                      | Regulierung des Gegendrucks auf NSF   |
| V26         | Kugelhahn (1/2")        | vom NSF aus rechts unten  | Probenahmestelle 3 (PN III)   |
| V27         | Kugelhahn (3/4")        | nach Probenahmestelle 3   | Absperrung Ablauf in den Kanal (oben und unten am NSF => für PN III)                      |
| V28         | Kugelhahn (3/4")        | unter den beiden Behältern A und B in der Mitte                         | Auslauf von Behälter A und/oder B   |
| V31         | Kugelhahn (3/4")        | rechts von Behälter B, vor Schneckenpumpe P3                            | Anschlussstelle für Wasser  |
| V32         | Kugelhahn (1/2")        | über NSF  | Entlüftungsleitung aus NSF  |
| V33         | Kugelhahn (3/4")        | rechts von Behälter B, unter V31  | Zulauf aus den Behältern zu Schneckenpumpe P3   |
| V35         | Kugelhahn (3/4")        | zwischen Schneckenpumpe P3 und Probenahmestelle 2 (unter Schaltschrank) | Absperrung Rohrleitung zwischen Schneckenpumpe P3 und NSF                                 |
| V36         | Kugelhahn (1")          | links am Boden des NSF  | Probenahmestelle 4 (PN IV) für Granulatentnahme   |
| V37         | Kugelhahn (3/4")        | in Rückspüleleitung rechts vom NSF unten                                | Probenahmestelle 5 (PN V) für Granulatentnahme während Rückspülung                        |
| V38         | Kugelhahn (1")          | nach Durchflussmessung FQI 3 der Rückspülpumpe P4                       | Absperrung Rückspüleleitung   |
| V39         | Kugelhahn (3/4")        | in Rohrleitung der Rückspülung oben nach dem Rückspülsieb               | Ablauf aus Rückspüleleitung oben rechts vom Rückspülsieb                                  |

|            |                                    |   |   |
|------------|------------------------------------|---|---|
| V40        | Kugelhahn (3/4")                   | rechts vom Rückspülsieb                                     | Regelung Rückspülwasserabzug  |
| V41        | Kugelhahn (1")                     | nach Rückspülsieb, in Rückspüleleitung rechts vom NSF unten | Absperrung nach Rückspülsieb  |
| V42        | Kugelhahn (3/4")                   | rechts unten im Rückspülsieb weg                            | Probenahmestelle 6 (PN VI) für Rückspül-wasserentnahme oder Auslitern   |
| V43        | Kugelhahn (1/2")                   | bei Probenahmestelle 3                                      | Anschluss für Förderung von Wasser im Kreis   |
| V45        | Kugelhahn (1/2")                   | vom NSF aus rechts unten                                    | Probenahmestelle 7 (PN VII)   |
| V46        | Kugelhahn (3/4")                   | Zwischen P1 und Behälter C                                  | Absperrung vor Absetztank bzw. nach Befüllpumpe P1  |
| V47        | Kugelhahn (3/4")                   | Zwischen Behälter C und Behälter A                          | Absperrung nach Absetztank  |
| V48        | Kugelhahn (3/4")                   | Über V25  | Bypass für V25 während der Rückspülung  |
| V49        | Kugelhahn (1/2")                   | Rechts unten neben NSF in der Rückspüleleitung              | Zum Granulat zusammenholen  |
| P1         | Kreiselpumpe                       | zwischen Strang I und Absetzbehälter                        | Kreiselpumpe zur Förderung von ölbeladenem Wasser von Strang I in Behälter A und/oder B   |
| P1A        | Ein-/Ausschalter Kreiselpumpe P1   | an Wand hinter Kompressor K1                                | Ein-/Ausschalter für Kreiselpumpe P1  |
| P3         | Schneckenpumpe                     | zwischen Absetzbehälter und NSF                             | Schneckenpumpe zur Förderung des abgesetzten ölbeladenen Wassers aus den Behältern in den NSF (max. 1100 l/h)   |
| P3A        | Ein-/Ausschalter Schneckenpumpe P3 | am Schaltschrank  | Ein-/Ausschalter für Schneckenpumpe P3 (Handbetrieb)  |
| P4         | Kreiselpumpe                       | nach NSF, rechts oben                                       | Kreiselpumpe für die Rückspülung des NSF  |
| P4A        | Ein-/Ausschalter Schneckenpumpe P4 | unter P4  | Ein-/Ausschalter für Rückspülpumpe P4   |
| Behälter A | Absetzbehälter A                   | Behälter hinten im Container                                | Absetzbehälter mit Fassungsvermögen von 1000 Litern   |
| Behälter B | Absetzbehälter B                   | Behälter vor Behälter A im Container                        | Absetzbehälter mit Fassungsvermögen von 1000 Litern   |
| Behälter C | Absetzbehälter C                   | Behälter außerhalb des Containers                           | Absetzbehälter mit Fassungsvermögen von 5000 Litern   |
| M1         | Manometer 1                        | unter Schaltschrank, zwischen V17 und p1                    | Manometer 1 für den Druck in der Rohrleitung vor dem NSF (Anzeige von 0 bis 2,5 bar)  |
| p1         | Druckmessung 1                     | unter Schaltschrank, zwischen M1 und T1                     | Druckmessung für den Druck in der Rohrleitung vor dem NSF (Analog 2 an der Schaltschrankanzeige)  |
| p2         | Druckmessung 2                     | in der Ablaufrohrleitung nach dem NSF, zwischen V23 und M2  | Druckmessung für den Druck in der unteren Rohrleitung nach dem NSF (Analog 3 an der Schaltschrankanzeige)   |
| T1         | Temperaturmessung 1                | rechts unter Schaltschrank, nach p1                         | Temperaturmessung in der Rohrleitung vor dem NSF (Analog 4 an der Schaltschrankanzeige)   |
| US1        | Überdrucksicherung                 | in der unteren Zulaufleitung zum NSF, nach T1 vor V21       | Überdrucksicherung in der Rohrleitung vor dem NSF (1,5 bar min; 2,3 bar max)  |
| NSF        | Nussschalenfilter                  | mittig zwischen den Behältern und den Gasflaschen           | Nussschalenfilter für Filtration von ölbeladenem Formationswasser aus der Erdölproduktion   |
| RSS        | Rückspülsieb                       | rechts vom Nussschalenfilter                                | Rückspülsieb für die Trennung von Granulat (zurück in den NSF) und Schmutzwasser (wird abgezogen in den Kanal oder zur Probenahmestelle 6)                            |
| FQI 2      | Durchflussmesser Schneckenpumpe P3 | nach Schneckenpumpe P3                                      | Durchflussmessung nach der Schneckenpumpe P3 (Analog 1 an der Schaltschrankanzeige)   |
| FQI 3      | Durchflussmesser Schneckenpumpe P4 | nach Rückspülpumpe P4                                       | Durchflussmessung nach der Rückspülpumpe P4 (Analog 5 an der Schaltschrankanzeige)  |
| K1         | Kompressor 1                       | ganz hinten rechts im Container                             | Kompressor für die Druckluftspülung des Zulaufrohres von der Kreiselpumpe P1 zur Entnahmestelle beim Strang I (ist betriebsbereit, es braucht nur V1 geöffnet werden) |

## Anlagenteilliste für Abbildung 4

| Kurzzeichen | Bezeichnung Anlagenteil | Stelle, an dem sich Anlagenteil befindet                                | Beschreibung   |
|-------------|-------------------------|---|--|
| V16         | Kugelhahn (3/4")        | über Schneckenpumpe P3  | Zulauf zur Schneckenpumpe P3 bei Förderung von Wasser im Kreis       |
| V17         | Kugelhahn (1/2")        | unter Schaltschrank, zwischen V35 und M1                                | Probenahmestelle 2 (PN II)   |
| V18         | Kugelhahn (1/2")        | Zwischen V19 und V20  | Früher: N <sub>2</sub> -Zufuhr zu NSF                                |
| V19         | Kugelhahn (3/4")        | rechts vom Schaltschrank, zwischen T1 und V20                           | Absperrung oberer Zulauf von P3 zu NSF                               |
| V20         | Kugelhahn (3/4")        | rechts vom Schaltschrank, nach V19                                      | Absperrung oberer Zulauf P3 (und N <sub>2</sub> ) zu NSF             |
| V21         | Kugelhahn (3/4")        | zwischen Überdrucksicherung (ÜS) und NSF                                | Absperrung unterer Zulauf von P3 zu NSF                              |
| V22         | Kugelhahn (3/4")        | unter NSF   | Absperrung Auslass NSF oder unterer Zulauf zu NSF                    |
| V24         | Kugelhahn (1/2")        | zwischen NSF und Rückspülpumpe P4                                       | Entlüftung vor Rückspülpumpe P4                                      |
| V25         | Nadelventil (3/4")      | zwischen p2 und Probenahmestelle 3                                      | Regulierung des Gegendrucks auf NSF                                  |
| V26         | Kugelhahn (1/2")        | vom NSF aus rechts unten  | Probenahmestelle 3 (PN III)  |
| V27         | Kugelhahn (3/4")        | nach Probenahmestelle 3   | Absperrung Ablauf zum Kanal (oben und unten am NSF => für PN III)    |
| V31         | Kugelhahn (3/4")        | vor Schneckenpumpe P3   | Anschlussstelle für Wasser   |
| V32         | Kugelhahn (1/2")        | über NSF  | Entlüftungsleitung aus NSF   |
| V33         | Kugelhahn (3/4")        | unter V31   | Zulauf zu Schneckenpumpe P3  |
| V35         | Kugelhahn (3/4")        | zwischen Schneckenpumpe P3 und Probenahmestelle 2 (unter Schaltschrank) | Absperrung Rohrleitung zwischen Schneckenpumpe P3 und NSF            |
| V36         | Kugelhahn (1")          | links am Boden des NSF  | Probenahmestelle 4 (PN IV) für Granulatentnahme                      |
| V37         | Kugelhahn (3/4")        | in Rückspüleleitung rechts vom NSF unten                                | Probenahmestelle 5 (PN V) für Granulatentnahme während Rückspülung   |
| V38         | Kugelhahn (1")          | nach Durchflussmessung FQI 3 der Rückspülpumpe P4                       | Absperrung Rückspüleleitung  |
| V39         | Kugelhahn (3/4")        | in Rohrleitung der Rückspülung oben nach dem Rückspülsieb               | Ablauf aus Rückspüleleitung oben rechts vom Rückspülsieb             |
| V40         | Kugelhahn (3/4")        | rechts vom Rückspülsieb   | Regelung Rückspülwasserabzug   |
| V41         | Kugelhahn (1")          | nach Rückspülsieb, in Rückspüleleitung rechts vom NSF unten             | Absperrung nach Rückspülsieb   |
| V42         | Kugelhahn (3/4")        | rechts unten im Rückspülsieb weg  | Probenahmestelle 6 (PN VI) für Rückspülwasserentnahme oder Auslitern |
| V43         | Kugelhahn (1/2")        | bei Probenahmestelle 3  | Anschluss für Förderung von Wasser im Kreis                          |
| V45         | Kugelhahn (1/2")        | vom NSF aus rechts unten  | Probenahmestelle 7 (PN VII)  |
| V48         | Kugelhahn (3/4")        | Über V25  | Bypass für V25 während der Rückspülung                               |
| V49         | Kugelhahn (1/2")        | Rechts unten neben NSF in der Rückspüleleitung                          | Zum Granulat zusammenholen   |
| V50         | Kugelhahn (3/4")        | Zwischen FQI2 und V35   | Absperrung zum Probensamplern im Zulauf                              |
| V51         | Kugelhahn (1/2")        | In der Zuleitung zum Sampler  | Absperrung der Probensamplern-Zuleitung                              |
| V52         | Kugelhahn (1/2")        | In der Ableitung vom Sampler  | Absperrung der Probensamplern-Ableitung                              |
| V53         | Magnetventil (1/2")     | 1.Abzweigung im Sampler   | Probenahmestelle Nr. 12 im Sampler                                   |
| V54         | Nadelventil (1/2")      | 1.Abzweigung im Sampler   | Probenahmestelle Nr. 12 im Sampler                                   |
| V55         | Magnetventil (1/2")     | 2.Abzweigung im Sampler   | Probenahmestelle Nr. 11 im Sampler                                   |
| V56         | Nadelventil (1/2")      | 2.Abzweigung im Sampler   | Probenahmestelle Nr. 11 im Sampler                                   |
| V57         | Magnetventil (1/2")     | 3.Abzweigung im Sampler   | Probenahmestelle Nr. 10 im Sampler                                   |
| V58         | Nadelventil (1/2")      | 3.Abzweigung im Sampler   | Probenahmestelle Nr. 10 im Sampler                                   |
| V59         | Magnetventil (1/2")     | 4.Abzweigung im Sampler   | Probenahmestelle Nr. 9 im Sampler                                    |
| V60         | Nadelventil (1/2")      | 4.Abzweigung im Sampler   | Probenahmestelle Nr. 9 im Sampler                                    |
| V61         | Magnetventil (1/2")     | 5.Abzweigung im Sampler   | Probenahmestelle Nr. 8 im Sampler                                    |
| V62         | Nadelventil (1/2")      | 5.Abzweigung im Sampler   | Probenahmestelle Nr. 8 im Sampler                                    |
| V63         | Magnetventil (1/2")     | 6.Abzweigung im Sampler   | Probenahmestelle Nr. 7 im Sampler                                    |

|       |                                    |  |  |
|-------|------------------------------------|--|--|
| V64   | Nadelventil (1/2")                 | 6.Abzweigung im Sampler  | Probenahmestelle Nr. 7 im Sampler  |
| V65   | Kugelhahn (1/2")                   | In der Zuleitung zum Sampler                                   | Absperrung der Probensamler-Zuleitung  |
| V66   | Kugelhahn (1/2")                   | In der Ableitung vom Sampler                                   | Absperrung der Probensamler-Ableitung  |
| V67   | Nadelventil (1/2")                 | 6.Abzweigung im Sampler  | Probenahmestelle Nr. 6 im Sampler  |
| V68   | Magnetventil (1/2")                | 6.Abzweigung im Sampler  | Probenahmestelle Nr. 6 im Sampler  |
| V69   | Nadelventil (1/2")                 | 5.Abzweigung im Sampler  | Probenahmestelle Nr. 5 im Sampler  |
| V70   | Magnetventil (1/2")                | 5.Abzweigung im Sampler  | Probenahmestelle Nr. 5 im Sampler  |
| V71   | Nadelventil (1/2")                 | 4.Abzweigung im Sampler  | Probenahmestelle Nr. 4 im Sampler  |
| V72   | Magnetventil (1/2")                | 4.Abzweigung im Sampler  | Probenahmestelle Nr. 4 im Sampler  |
| V73   | Nadelventil (1/2")                 | 3.Abzweigung im Sampler  | Probenahmestelle Nr. 3 im Sampler  |
| V74   | Magnetventil (1/2")                | 3.Abzweigung im Sampler  | Probenahmestelle Nr. 3 im Sampler  |
| V75   | Nadelventil (1/2")                 | 2.Abzweigung im Sampler  | Probenahmestelle Nr. 2 im Sampler  |
| V76   | Magnetventil (1/2")                | 2.Abzweigung im Sampler  | Probenahmestelle Nr. 2 im Sampler  |
| V77   | Nadelventil (1/2")                 | 1.Abzweigung im Sampler  | Probenahmestelle Nr. 1 im Sampler  |
| V78   | Magnetventil (1/2")                | 1.Abzweigung im Sampler  | Probenahmestelle Nr. 1 im Sampler  |
| V79   | Kugelhahn (3/4")                   | Nach NSF, vor V45  | Absperrung zum Probensamler im Ablauf  |
| V80   | Nadelventil                        | In Zulaufleitung zu NSF, nach der Entnahme des Teilstroms      | Regelt die Menge des Zulaufstromes zum NSF   |
| V81   | Pneumatisches Ventil               | Nach V80 in Zulaufleitung                                      | Regelt den Zulaufstrom   |
| P3    | Schneckenpumpe                     | zwischen V81 und NSF   | Schneckenpumpe zur Förderung des Zulaufstromes in den NSF (max. 1100 l/h)  |
| P3A   | Ein-/Ausschalter Schneckenpumpe P3 | am Schaltschrank   | Ein-/Ausschalter für Schneckenpumpe P3 (Hand-/Autobetrieb)   |
| P4    | Kreiselpumpe                       | nach NSF, rechts oben  | Kreiselpumpe für die Rückspülung des NSF   |
| P4A   | Ein-/Ausschalter Schneckenpumpe P4 | unter P4   | Ein-/Ausschalter für Rückspülpumpe P4  |
| M1    | Manometer 1                        | unter Schaltschrank, zwischen V17 und p1                       | Manometer 1 für den Druck in der Rohrleitung vor dem NSF (Anzeige von 0 bis 2,5 bar)   |
| p1    | Druckmessung 1                     | unter Schaltschrank, zwischen M1 und T1                        | Druckmessung für den Druck in der Rohrleitung vor dem NSF (Analog 2 an der Schaltschrankanzeige)   |
| p2    | Druckmessung 2                     | in der Ablaufrohrleitung nach dem NSF, zwischen V45 und Bypass | Druckmessung für den Druck in der unteren Rohrleitung nach dem NSF (Analog 3 an der Schaltschrankanzeige)                                  |
| T1    | Temperaturmessung 1                | rechts unter Schaltschrank, nach p1                            | Temperaturmessung in der Rohrleitung vor dem NSF (Analog 4 an der Schaltschrankanzeige)  |
| US1   | Überdrucksicherung                 | in der unteren Zulaufleitung zum NSF, nach T1 vor V21          | Überdrucksicherung in der Rohrleitung vor dem NSF (1,5 bar min; 2,3 bar max)   |
| NSF   | Nussschalenfilter                  | mittig zwischen P3 und RSS                                     | Nussschalenfilter für Filtration von ölbeladenem Formationswasser aus der Erdölproduktion  |
| RSS   | Rückspülsieb                       | rechts vom Nussschalenfilter                                   | Rückspülsieb für die Trennung von Granulat (zurück in den NSF) und Schmutzwasser (wird abgezogen in den Kanal oder zur Probenahmestelle 6) |
| FQI 2 | Durchflussmesser Schneckenpumpe P3 | nach Schneckenpumpe P3   | Durchflussmessung nach der Schneckenpumpe P3 (Analog 1 an der Schaltschrankanzeige)  |
| FQI 3 | Durchflussmesser Schneckenpumpe P4 | nach Rückspülpumpe P4  | Durchflussmessung nach der Rückspülpumpe P4 (Analog 5 an der Schaltschrankanzeige)   |
| K1    | Kompressor 1                       | ganz hinten rechts im Container                                | Kompressor für die Steuerung des pneumatischen Ventils   |