



## Abschlussbericht

**„Ökologische und ökonomische Bilanzierung eines innovativen, energieeffizienten Verfahrens (MET-Technologie = Mikrowelleninduzierte Emulsions-Trennung) zur Trennung von Öl-Wasser-Gemischen in einem mittelständigen Entsorgungsbetrieb“**

Projekt-AZ 38123/01

Projektzeit: 01.08.2023 – 31.01.2024

**Verfasser:**

GiveTech uG (haftungsbeschränkt)

Kellerhalde 20

89081 Ulm

**In Zusammenarbeit mit:**

SRH Hochschule Heidelberg

School of Engineering and Architecture

Ludwig-Guttman-Straße 6

69123 Heidelberg

gefördert durch





## **Abstract**

Die Behandlung von ölhaltigen Industrieabwässern stellt eine signifikante ökologische und ökonomische Herausforderung dar, die es zu bewältigen gilt. Aquatische Ökosysteme können durch diese Abwässer geschädigt werden, zudem sind mit hohen Behandlungskosten zu rechnen. Die Firma GiveTech UG hat eine innovative Methodik entwickelt, welche auf der Verwendung von Mikrowellenenergie zur Separation von Öl-Wasser-Emulsionen basiert. Dabei wird Leitungswasser mit Mikrowellenstrahlung behandelt, um anschließend das behandelte Wasser sukzessive der zu trennenden Emulsion zuzuführen. Die ersten Tests des mikrowelleninduzierten Emulsionstrennungsgeräts (MET), welche bei einem Abfallentsorgungsunternehmen durchgeführt wurden, resultierten in Abscheideraten von bis zu 90 %. Dieser Wert übersteigt deutlich die in der Industrie geforderten 80 % (Wolfram, 2005).

Ziel dieses Projektes war es, die Trennleistung der MET-Geräte durch den Vergleich physikalischer und chemischer Parameter insbesondere des Wasser- und Ölgehaltes sowie der pH-Wert, Leitfähigkeit, Salzgehalt, TDS-Gehalt und der Temperatur in behandelten und Kontrollproben im Zeitverlauf zu bewerten. Zusätzlich wurde der Energieverbrauch des MET-Verfahrens ermittelt, um einen Vergleich mit den derzeit marktüblichen Ölabscheidetechniken zu ermöglichen.

In allen vier Experimenten konnte das erwartete Verhalten bei der Phasentrennung durch die Parameter Salzgehalt und Leitfähigkeit bestätigt werden. In drei von vier Versuchen zeigten sich signifikante Unterschiede im Öl-/Wassergehalt zwischen dem mit MET behandelten Behälter und dem Kontrollbehälter. Diese signifikanten Veränderungen bedürfen weiterer Untersuchungen in größerem Maßstab.

## Inhaltsverzeichnis

I. Einleitung.....	1
II. Zielsetzung.....	3
III. Material und Methoden .....	3
3.1. Emulsion .....	3
3.2. Versuchsaufbau.....	4
3.3. Analytik .....	6
3.4. Versuche .....	8
3.4.1. Erster Versuch .....	8
3.4.2. Zweiter Versuch .....	9
3.4.3. Dritter Versuch .....	9
3.4.4. Vierter Versuch .....	10
3.5. Statistische Auswertung der Laborversuche.....	10
3.6. Berechnung des Energieverbrauches.....	10
IV. Ergebnisse.....	11
4.1. Ökologische Aspekte .....	11
4.1.1 Leitungswasser .....	11
4.1.2 Erster Versuch .....	11
4.1.3 Zweiter Versuch .....	13
4.1.4 Dritter Versuch .....	15
4.1.5 Vierter Versuch .....	16
4.2. Ökonomische Aspekte .....	18
V. Diskussion.....	19
VI. Schlussfolgerungen und Empfehlungen .....	20
VII. Reference.....	22
Anhang .....	24

## **Abbildungsverzeichnis**

Abbildung 1. Ablaufschema der Behandlung mit dem MET-Gerät .....	4
Abbildung 2. Behälter-Heizungs-Schema .....	5
Abbildung 3. MET-Gerät .....	5
Abbildung 4. Etikettierung von Probennahmenflaschen.....	6
Abbildung 5. Darstellung der verwendeten Multimeter und der verschiedenen Elektroden.....	6
Abbildung 6. Verhalten des Leitfähigkeitsparameters im ersten Versuch.....	12
Abbildung 7. Wassergehalt der oberen Proben des ersten Versuchs. ....	13
Abbildung 8. Verhalten des Leitfähigkeitsparameters im zweiten Versuch. ....	13
Abbildung 9. Wassergehalt der oberen Proben des zweiten Versuchs. ....	14
Abbildung 10. Wassergehalt der oberen Proben des dritten Versuchs.....	16
Abbildung 11. Verhalten des Leitfähigkeitsparameters des vierten Versuchs.....	17
Abbildung 12. Wassergehalt der oberen Proben des vierten Versuchs. ....	18

## **Tabellenverzeichnis**

Tabelle 1. Ergebnisse der physikalischen Parameter des Leitungswassers. ....	11
Tabelle 2. Berechnung des Energieverbrauchs aller verwendeten Elektrogeräte für eine MET-Behandlung. ....	18

## I. Einleitung

Eine Emulsion ist eine Mischung aus zwei ineinander nicht löslichen Flüssigkeiten, wobei die eine Flüssigkeit in Form feinsten Tröpfchen (disperse Phase) in der anderen Flüssigkeit (Dispersionsmittel) dispergiert ist. Bei Mineralöl-Wasser-Mischungen muss man zwei Emulsionsformen unterscheiden: Öl-in-Wasser- und Wasser-in-Öl-Emulsionen. Um die Beständigkeit von Emulsionen zu erhöhen oder überhaupt ihre Ausbildung zu ermöglichen, setzt man Emulgatoren (z. B. Natrium-Alkylsulfonat, Fettsäureethylester etc.) zu, die sich an den Grenzflächen der Tröpfchen anlagern und ein Koagulieren der Tröpfchen verhindern (Martens, 2011).

Öl-in-Wasser-Emulsionen werden in großer Menge in der metallverarbeitenden Industrie eingesetzt. Kühlschmierstoffe dienen der Kühlung und Schmierung beim Bohren, Drehen, Fräsen und Schleifen. Galvanische Beschichtungsverfahren werden zum Korrosionsschutz und zur Veredlung von Metalloberflächen verwendet. Wasser ist auch ein Prozessmedium als Lösungsmittel für Metallsalze. Auch bei Reinigungs- und Vorbehandlungsprozessen entstehen Öl-, Salz- und tensidhaltige Abwässer (Isenburg, 2008). Eine weitere Quelle, aus der große Mengen ölhaltigen Wassers stammen, ist die Förderung, der Transport und die Verarbeitung von Erdöl (Gidarakos, 1989).

Die Ableitung von ölhaltigem Abwasser ohne ordnungsgemäße Behandlung kann den biologischen Sauerstoffbedarf (BSB) und den chemischen Sauerstoffbedarf (CSB) von Gewässern erhöhen, die Sonneneinstrahlung in das Wasser durch die Bildung einer Schicht auf der Wasseroberfläche reduzieren und somit das aquatische Ökosystem stören. Daher ist die Behandlung von ölhaltigem Abwasser entscheidend, um seine schädlichen Auswirkungen auf die Umwelt und den Menschen zu reduzieren (Abuhasel, Kchaou, Alquraish, Munusamy, & Jeng, 2021).

Je nach anfallender Menge stellt sich die Frage, ob eine Entsorgung und damit deren Aufarbeitung in einer externen Emulsionsspaltanlage oder eine interne Behandlung des Abwassers kostengünstiger ist. Bei diesen Überlegungen (Ministerium für Umwelt, Klima und Energiewirtschaft Baden-Württemberg, 2015) sollte man auch andere anfallende organisch belastete, wässrige Medien oder Abwässer mit einbeziehen (z.B. Reinigungsemulsionen, Gleitschleifabwässer). Aus heutiger Sicht empfehlen sich Behandlungsverfahren, bei denen sowohl eine ölhaltige als auch eine wasserhaltige Phase in verwertbarer oder einleitfähiger Qualität entstehen. Diese Bedingungen werden durch Membranverfahren (Ultrafiltration/Umkehrosmose), thermische Verdampfung mit Wärmepumpensystemen und Brüdenverdichtungsverfahren, oder durch die Spaltung mittels organischer Chemikalien erfüllt (Ministerium für Umwelt, Klima und Energiewirtschaft Baden-Württemberg, 2015); (Isenburg, 2008).

Im Allgemeinen lassen sich drei Gruppen von Methoden zur Spaltung von Emulsionen unterscheiden: physikalische, chemische und biologische. Diese Methoden beschleunigen den Prozess der Verdünnung des Grenzflächenfilms, indem sie die Stärke des Films verringern, der die dispergierten Tröpfchen einkapselt. Dadurch reißt der Film und die Tröpfchen können zusammenfließen. Die Wirksamkeit dieser

Methoden lässt sich daran ablesen, wie gut sie die Stabilität der Emulsion verringern können, bis sich die beiden Phasen trennen.

Chemische Methoden stellen heute die am weitesten verbreiteten Verfahren zur Spaltung von Emulsionen dar. Sie ermöglichen eine schnelle Trennung der Emulsion und eine optimale Anpassung der Emulgatorzusammensetzung an die spezifische Emulsion (Kovaleva, et al., 2021). Heutzutage werden kohlenstoffbasierte Nanomaterialien wie magnetisches Graphenoxid, reduziertes Graphenoxid (rGO) und Polyvinylalkohol-gepfropftes Kohlenstoffschwarz als Demulgiermittel eingesetzt, wobei eine Ölentfernungsleistung von mehr als 99% innerhalb von weniger als 30 Minuten berichtet wird. Die Hauptnachteile der chemischen Methode sind die Bildung von Nebenprodukten, Sekundärverschmutzung und die Entstehung recht hoher Kosten (Martens, 2011). Außerdem sind chemische Verfahren in der Praxis nicht immer wirksam und erfordern eine spezielle, individuelle Auswahl ihrer Zusammensetzung und Konzentration für Emulsionen aus bestimmten Lagerstättenrohölen.

Mikrowellenbestrahlung könnte zur Trennung von Öl und Wasser in Abwasser aufgrund zweier unmittelbarer Mechanismen eingesetzt werden: Der erste Mechanismus ist der schnelle Anstieg der Öltropfen-Temperatur aufgrund von molekularer Reibung und Rotation, was zu einer Verringerung der Emulsionsviskosität führt und somit den äußeren Film des Tropfens bricht. Der zweite Mechanismus ist die molekulare Rotation, die aufgrund der Neuordnung elektrischer Ladungen um Wassermoleküle Zetapotential neutralisiert, was zu einer Bewegung von Ionen um die Tropfen führt. Ein Vorteil dieser Methode ist, dass keine Chemikalien eingesetzt werden, was eine sekundäre Behandlung zur Entfernung dieser Chemikalien überflüssig macht. Diese Methode ist somit umweltfreundlich (Abuhasel, Kchaou, Alquraish, Munusamy, & Jeng, 2021).

In den letzten Jahren hat die Mikrowellentechnologie aufgrund ihrer Effizienz bei der Beschleunigung chemischer Reaktionen an Popularität gewonnen. Der Wirkungsmechanismus der dielektrischen Mikrowellenerwärmung im Hinblick auf die Beschleunigung chemischer Reaktionen ist jedoch noch umstritten. Einige Autoren (Binner, et al., 2014; Fortuny, et al., 2007; Martínez-Palou, et al., 2013) führen eine Beschleunigung von Reaktionen und Prozessen unter dielektrischer Mikrowellenerwärmung auf das als „spezifischer Mikrowelleneffekt“ bekannte Phänomen zurück. Dieser wird als nichtthermischer Effekt von Mikrowellen angesehen und im Allgemeinen mit der selektiven Absorption von Energie durch polare Moleküle in Verbindung gebracht. Eine andere Hypothese besagt, dass der Mikrowelleneffekt rein thermisch ist. Auf jeden Fall gibt es viele Anwendungen für diese Art von Technologie zu entdecken.

Im Jahr 2008 wurde das MET (Mikrowelleninduzierte Emulsions-Trennung) -Trennverfahren und das entsprechende MET-Gerät mit dem Europapatent (Patent Nr. 1663436) geschützt. In der Folge wurden erste offizielle Testreihen durchgeführt, unter anderem im Rahmen einer Diplomarbeit (2005) sowie notariell überwachte Testungen bei einem mittelständischen Entsorgungsbetrieb (2009). Im Rahmen der Diplomarbeit aus dem Jahr 2005 wurden Testungen der Emulsionstrennung mit drei unterschiedlichen pH-Werten des Wassers, zwei unterschiedlichen Temperaturen und zwei unterschiedlichen Ölkonzentrationen in der Emulsion durchgeführt. Die Studie lieferte wertvolle erste Befunde und zeigte

etwa eine Trennrate von bis zu 90 % Abbau des Öls im Wasser. In der industriellen Anwendung der Öl-Wasser-Trennungen werden bereits Trennraten ab 80 % als erfolgreich eingestuft.

Während des Tests im Jahr 2009 wurden 6.000 Liter einer Bohr-Schneidemulsion aus der Metallbearbeitung mit dem MET-Gerät behandelt. Im Rahmen der Testung konnte eine optimale Betriebstemperatur von 60 °C ermittelt werden, bei der eine Trennrate von 96 % erzielt wurde.

Das hier skizzierte Projekt knüpft an die aktuelle Forschungsdiskussion an und zielt darauf ab, mit der Testung des MET-Geräts einen Beitrag zur Schließung dieser Forschungslücke und zur Weiterentwicklung energiesparender verfahrenstechnischer Möglichkeiten zur mikro-welleninduzierten Emulsionsspaltung zu leisten.

## **II. Zielsetzung**

Das Ziel des Projekts besteht darin, die Trennleistung sowie die Energieeffizienz des MET-Verfahrens zu beurteilen.

Hierzu sollten unterschiedliche Vergleichsversuche mit dem MET-Verfahren im Technikumsmaßstab durchgeführt werden. Der Fokus lag auf der Emulsionstrennung, jedoch wurden zusätzlich auch eine Reihe physikalisch-chemischer Parameter wie pH-Wert, Temperatur und Leitfähigkeit, mit untersucht.

Der Energieverbrauch des Verfahrens soll mit anderen Verfahren zur Emulsionsabscheidung verglichen und im Hinblick auf Energieeffizienz bewertet werden.

## **III. Material und Methoden**

### **3.1. Emulsion**

Das Emulsionsmaterial wurde von der Firma F.K.M. Buster Altöl- und Reststoff-Entsorgung GmbH in Mannheim bezogen. Das Unternehmen erhält Abfälle aus diversen Einzelanlieferungen von Kunden unterschiedlicher Branchen, wobei der Fokus auf Werkstätten und Metallbearbeitungsbetrieben liegt.

Die Wasseraufbereitung erfolgt durch Emulsionsspaltung, die durch eine Vielzahl von Verfahren möglich wird. Die F.K.M. Buster Altöl- und Reststoff-Entsorgung GmbH hat eine Verdampfungsanlage, die vor allem für Mischemulsionen mit unterschiedlichen Tensiden verwendet wird.

- Vorbehandlung: Zunächst durchläuft der Abfall eine Vorbehandlung, um größere Feststoffe zu entfernen und Emulsionen aufzubrechen, was eine anschließende Trennung erleichtert.
- Verdampfungsprozess: Die Verdampfungsanlage erhitzt die Emulsion. Diese Hitze bewirkt, dass flüchtige Bestandteile verdampfen, wodurch Substanzen wie Wasser und flüchtige organische Verbindungen von den öligen Bestandteilen getrennt werden.

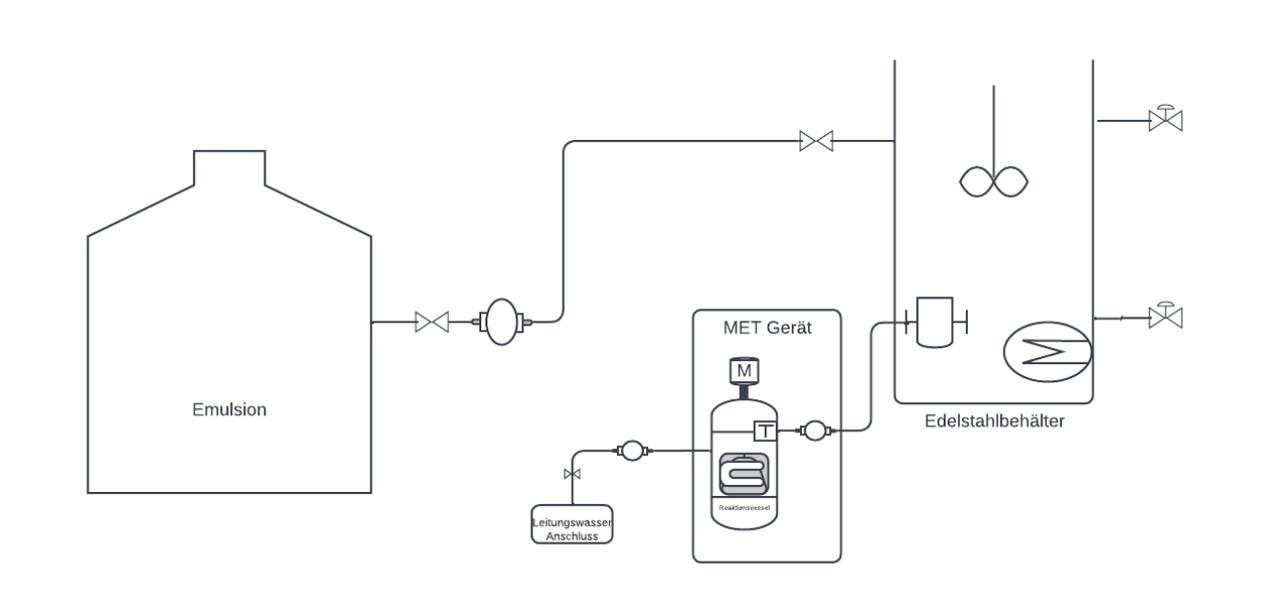
- Phasentrennung: Durch den Verdampfungsprozess und möglicherweise zusätzliche Trennmechanismen wie Dampfkompensation oder Zentrifugation werden die verschiedenen Phasen der Emulsion aktiv voneinander getrennt. Dies ermöglicht es, das Öl von anderen Bestandteilen wie Wasser oder Feststoffen zu separieren.
- Emissionsbehandlung: Während der Verdampfung können gasförmige Emissionen entstehen, die behandelt werden müssen, um Umweltauflagen zu erfüllen. Die Anlage verwendet geeignete Emissionskontrollsysteme, um diese Emissionen wirksam zu managen und zu entsorgen.

Mit diesem Prozess werden zwei Rückstände produziert: flüssige und konzentrierte Emulsionsabfälle. Die genaue Zusammensetzung des flüssigen emulgierten Stoffes (Mineralölgehalt von maximal 5%) und Konzentrate (Mineralölgehalt über 50%) des Abfalls ist im Anhang aufgeführt.

Die Emulsionen wurden für die Versuche in IBC-Container ins Technikum der SRH-Hochschule transportiert und nach der Verprobung wieder zurück zur F.K.M. Buster Altöl- und Reststoff-Entsorgung GmbH gebracht.

### 3.2. Versuchsaufbau

Bevor die Emulsion aus dem IBC-Container für die Versuche in die beiden Edelstahlbehälter (T1 und T2) umgefüllt wurde, wurde sie im Container mit einem Rührwerk der Marke DayPlus homogenisiert.



**Abbildung 1.** Ablaufschema der Behandlung mit dem MET-Gerät

Danach wurden beiden Versuchsbehälter mit einem Fassungsvermögen von 200 Litern bis zu maximal 75 % gefüllt. Zur Identifizierung der Proben wurden die Behälter mit einer eigenen Nummer versehen.

Anschließend wurde der Edelstahltauchheizkörper mit einer Eintauchtiefe von 78 cm und einer Heizfläche von ca. 30 x 20 cm in den gefüllten Behälter eingesetzt. Der Heizer wurde an den Temperaturregler angeschlossen, um die Emulsion auf der gewünschten Temperatur halten. Zudem wurde er an einen Energiezähler angeschlossen, um den Energieverbrauch der Heizung zu ermitteln.



**Abbildung 2.** Behälter-Heizungs-Schema

Die Temperatur wurde regelmäßig kontrolliert, anschließend wurde die Emulsion ca. eine Minute lang gerührt, um eine gleichmäßige Erwärmung zu erreichen. Die gewünschte Temperatur für den Versuch betrug mindestens 60 °C (Hirasaki, et al., 2010), (Peng, 2019), (Gavrielatos, Mohan, & Shoham, 2022). Sobald diese Temperatur erreicht wurde, wurde die Behandlung mit dem MET-Gerät durchgeführt.

- **MET-Gerät**

Das MET (Mikrowelleninduzierte Emulsions-Trennung) Gerät hat ungefähr folgende Abmessungen: Höhe 100 cm, Breite 60 cm und Tiefe 25 cm. Das Gewicht beträgt 50 kg.

Das Gerät hat ein Außengehäuse aus Metall. Im Inneren befindet sich als Kernelement ein flaschenförmiges Anregungsgefäß aus Glas (Spezialglasgefäß), das am Boden nach innen gewölbt ist. In dieser Wölbung befindet sich ein Magnetron, das mit einer Spannung von 5000 V versorgt wird und eine Frequenz von 2,45 GHz hat.

Für den Betrieb wird ein 230V / 10A Stromanschluss benötigt. Wenn das MET-Gerät eingeschaltet wird, beginnt sich das Glasgefäß mit Leitungswasser zu füllen. Wenn die Sensoren einen ausreichenden Wasserstand anzeigen, erzeugt das Magnetron Mikrowellen. Im Glasgefäß kommt es zu einer Erhitzungsreaktion, bei der der nun behandelte Wasserdampf nach oben steigt und durch eine Metalllanze strömt, die in den Behälter mit der zu behandelnde Emulsion eingeführt wird. Mit Hilfe der Füllstandsensoren wird der Wasserstand im Erregerglasgefäß immer wieder eingestellt.



**Abbildung 3.** MET-Gerät

Um das Volumen der Emulsion im Edelstahlbehälter zu behandeln, benötigt das MET-Gerät etwa 20 Liter Leitungswasser. Die Magnetron-Betriebsintervalle sind sekundengenau getaktet und haben eine Gesamtdauer von etwa 45 Minuten pro Behandlung. Die Steuerung erfolgt intern durch eine spezielle Siemens Software.

Nach der MET-Behandlung des Behälters T1, wird die gleiche Menge Leitungswasser in den Kontrollbehälter (T2) gegeben, um ein ähnliches Volumen oder eine ähnliche Verdünnung zu erhalten.

### 3.3. Analytik

Gereinigte 500-ml-Probenahmegefäße wurden verwendet. Die Flaschen wurden mit der Nummer des Edelstahlbehälters und dem Zeitpunkt der Probenahme beschriftet. Die Stichproben wurden gekennzeichnet, um Kreuzkontaminationen zu vermeiden. Nach Abschluss der Behandlung beider Versuchsbehälter, unabhängig davon, ob das MET-Verfahren verwendet wurde oder nicht, wurden aus jedem Behälter Proben aus beiden Phasen entnommen: Der im Behälter oberen (Top) und der im Behälter unteren (Bottom) Phase.



**Abbildung 4.** Etikettierung von Probenahmegefäßen

Die Probenahmen waren in einem festgelegter Stundenrhythmus geplant. Die zu Beginn des Versuchs genommene Probe gilt als Rohprobe (Raw).

In jedem Versuch wurden zwei MET-Behandlungen im T1-Behälter durchgeführt. Die zweite Behandlung fand bei den ersten beiden Versuchen eine Woche später statt, während sie bei den Versuchen 3 und 4 am darauffolgenden Tag durchgeführt wurde.

Für die physikalische Analyse der Emulsionen wurde ein Voltcraft-Multimeter, Modell KBM 700 mit verschiedenen Elektroden verwendet.

Während des Projekts besitzt jeder Behälter ein eigenes, vorher gekennzeichnetes Multimeter.



**Abbildung 5.** Darstellung der verwendeten Multimeter und der verschiedenen Elektroden.

Folgende Parameter, Messbereiche und Genauigkeit wurden festgelegt:

- pH-Wert: -2 bis +16 pH  $\pm 0,01$  + 1 Ziffer
- Temperatur ( $^{\circ}\text{C}$ ): 0 – 110  $\pm 0,2$  + 1 Ziffer

- Leitfähigkeit  $\pm 2$  % FS:

- 0 bis 199,9  $\mu\text{S}/\text{cm}$
- 200 bis 1999  $\mu\text{S}/\text{cm}$
- 2 bis 19,99  $\text{mS}/\text{cm}$
- 20 bis 100  $\text{mS}/\text{cm}$

- Salzgehalt  $\pm 2$  % FS:

- 0,0 bis 99,9 ppm
- 100 bis 999 ppm
- 1,00 bis 9,99 ppt
- 10,0 bis 50,0 ppt

- Gesamte gelöste Feststoffe  $\pm 2$  % FS:

- 0,0 bis 131,9 ppm
- 132 bis 1319 ppm
- 1,32 bis 13,19 ppt
- 13,2 bis 66,7 ppt

- **Messung**

Die korrekte Durchführung von Messungen erfordert eine standardisierte Vorgehensweise, um genaue und reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten. Vor Beginn der Messung war stets sicherzustellen, dass die entsprechende Messsonde korrekt an das Messgerät angeschlossen war. Nach dem Anschluss der Messsonde wurde die Schutzkappe entfernt und die Sonde gründlich mit destilliertem Wasser gespült, um eventuelle Verunreinigungen zu entfernen. Anschließend wurde sie sorgfältig getrocknet, um sicherzustellen, dass keine Feuchtigkeit die Messergebnisse beeinflusste.

Das Messgerät wurde eingeschaltet und die gewünschte Betriebsart durch Aktivieren der entsprechenden Option im Menü des LC-Displays ausgewählt. Die Sonde wurde dann vorsichtig in die zu untersuchende Flüssigkeit eingetaucht, wobei darauf geachtet wurde, dass die Spitze ca. 2-3 cm eintauchte. Durch leichtes Hin- und Herbewegen der Sonde wurden Luftblasen von der Oberfläche entfernt, um eine genaue Messung zu gewährleisten. Es war zu beachten, dass es einige Zeit dauern konnte, bis sich der Messwert stabilisierte.

Bei bestimmten Betriebsarten wurde die Maßeinheit automatisch auf der Grundlage der gemessenen Werte ausgewählt. Wenn der Messwert außerhalb des Messbereichs des Geräts lag, wurde eine Fehlermeldung auf dem LC-Display angezeigt, um den Benutzer darauf aufmerksam zu machen. Nach der Messung wurde die Sonde nochmals gründlich mit destilliertem Wasser von Rückständen gereinigt und

anschließend mit der Schutzkappe geschützt, um Beschädigungen zu vermeiden und die Lebensdauer der Sonde zu verlängern.

Die Analyse des Wassergehalts wurde durch das Labor von FKM Buster durchgeführt. Die Bestimmung des Wassergehalts wurde gemäß DIN 51777 „*Mineralölerzeugnisse - Bestimmung des Wassergehaltes durch Titration nach Karl Fischer*“ mittels Karl-Fischer-Titration durchgeführt. Die Wassergehalte sind typischerweise +/- 3 % vom Messwert, mindestens +/- 1 % absolut.

Die vollständige Tabelle mit allen Daten zu den oben genannten Parametern ist im Anhang zu finden.

### 3.4. Versuche

Nachfolgend wird der Ablauf jedes Versuchs mit der Art der behandelten Emulsion beschrieben.

Zunächst wurden die elektrischen Anschlüsse einer Prüfung unterzogen, um deren Funktionsfähigkeit zu gewährleisten. Diesbezüglich sei angemerkt, dass die betreffenden Geräte mit dem Energieverbrauchszähler verbunden waren. Im Anschluss erfolgt die Entnahme der RAW-Probe aus dem oberen und unteren Teil der Versuchsbehälter.

#### 3.4.1. Erster Versuch

Die erste Versuchsphase begann am 26. Oktober 2023. Die untersuchte Emulsion hatte einen Mineralölanteil von 7,0 %, einen Wasseranteil von 73,5 %, eine Dichte von 1,0642 t/m<sup>3</sup> und eine dynamische Viskosität von 10,5 mPa/s.

Der Erhitzungsprozess wurde fortgesetzt. Die Startzeit wurde notiert. Nach einer Dauer von etwa 45 Minuten erfolgte ein erstes Umrühren der Emulsion, um die Homogenität der Temperaturanzeige zu überprüfen. Im Anschluss erfolgte eine Überprüfung der Temperatur. Nach einer weiteren Stunde wurde der Behälter erneut geschüttelt, um die Temperatur zu überprüfen. Sollte die Temperatur nicht den gewünschten Wert (60 °C) erreicht haben, wurde das Erhitzen fortgesetzt. War hingegen die gewünschte Temperatur bereits erreicht, wurde die MET-Behandlung begonnen. Die Endzeit der Aufwärmphase wurde notiert.

Vor dem Einschalten wurde das MET-Gerät an den Energieverbrauchszähler angeschlossen. Gleichzeitig wurde ein Eimer mit 20 Litern Wasser aus dem Leitungsnetz gefüllt und eine physikalische und chemische Analyse durchgeführt. Die Anfangs- und Endzeit der MET-Behandlung wurde dokumentiert. Nach Abschluss der MET-Behandlung von Behälter 1 wurde die verbrauchte Wassermenge gemessen und die gleiche Wassermenge direkt in Behälter 2 (Kontrolle) eingeleitet.

Die Proben wurden zu verschiedenen Zeitpunkten nach der Behandlung aus den oberen und unteren Teilen der beiden Behälter entnommen.

Die zweite Phase des ersten Versuchs begann am 2. November. Sie begann mit der RAW-Probenahme, gefolgt von der Wärmebehandlung. Nach Abschluss der Wärmebehandlung wurde Behälter 1 erneut mit dem MET-Gerät behandelt. Anschließend wurde der Wasserverbrauch für die MET-Behandlung gemessen und die gleiche Menge Wasser direkt in Behälter 2 gegeben. Der gleiche Stichprobenrhythmus wie in der ersten Phase wurde auch in der zweiten Phase angewandt.

#### *3.4.2. Zweiter Versuch*

Die erste Phase begann am 23. November 2023. Die untersuchte Emulsion hatte einen Mineralölanteil von 4,2 %, einen Wasseranteil von 80 %, eine Dichte von 1,0164 t/m<sup>3</sup> und eine dynamische Viskosität von 8,86 mPa/s.

Der Erhitzungsprozess wurde fortgesetzt und die Startzeit wurde notiert. Während des Prozesses wurde gerührt, um eine gleichmäßige Erwärmung zu erreichen. Sobald die gewünschte Temperatur erreicht war, wurde die Endzeit der Aufwärmphase notiert. Anschließend wurde die MET-Behandlung in Behälter 1 durchgeführt.

Das MET-Gerät wurde an den Energieverbrauchszähler angeschlossen. Ein Eimer mit 20 Litern Leitungswasser wurde gefüllt. Die Anfangs- und Endzeit der MET-Behandlung wurde dokumentiert. Nach Abschluss der MET-Behandlung von Behälter 1 wurde die verbrauchte Wassermenge gezählt und die gleiche Wassermenge direkt in Behälter 2 (Kontrolle) eingeleitet. Die Proben wurden zu verschiedenen Zeitpunkten nach der Behandlung an den oberen und unteren Teilen der beiden Behälter entnommen.

Die zweite Phase des ersten Versuchs begann am 30. November. Die RAW-Probe wurde vor dem Aufwärmen entnommen. Nach Abschluss der Wärmebehandlung wurde Behälter 1 erneut mit dem MET-Gerät behandelt. Anschließend wurde der Wasserverbrauch für die MET-Behandlung gemessen und die gleiche Menge Wasser direkt in Behälter 2 gegeben. Der gleiche Stichprobenrhythmus wie in der ersten Phase wurde auch in der zweiten Phase angewandt.

#### *3.4.3. Dritter Versuch*

Die untersuchte Emulsion hatte einen Wasseranteil von ca. 40 % und einen Heizwert  $H_u$  weniger als 12.000 J/g. In der ersten Phase, welche am 14. Dezember 2023 begann, wurde das gleiche Verfahren wie bei den vorangehenden Versuchen beibehalten. Die Proben wurden zu verschiedenen Zeitpunkten nach der Behandlung aus dem oberen und unteren Teil der beiden Behälter entnommen.

Bei diesem Versuch begann die zweite Phase am Tag 15. Dezember. Nach einer 21-stündigen Post-MET-Pause wurde der Erhitzungsprozess eingeleitet, um die zweite Behandlung 24 Stunden nach der ersten Behandlung durchzuführen. Der gleiche Stichprobenrhythmus wie in der ersten Phase wurde auch in der zweiten Phase angewandt.

#### 3.4.4. *Vierter Versuch*

Im Rahmen dieses Experiments wurde das gleiche Verfahren wie im dritten Versuch durchgeführt, da die gleiche Emulsion zum Einsatz kam. Die erste Phase begann am 11. Januar 2024, gefolgt von der zweiten Phase am nächsten Tag.

### 3.5. Statistische Auswertung der Laborversuche

Zentral für diese Untersuchung war es, die Auswirkungen einer MET-Behandlung zu prüfen. Entsprechend wurden statistische Testverfahren genutzt, die Abweichungen analysieren. Konkret wurden Mann-Whitney-U-Tests verwendet, da diese (im Gegensatz zu Student-t-Tests) keine Normalverteilung der Proben voraussetzen. Normalverteilung konnte jeweils nach Kolmogorov-Smirnov zu einem Signifikanzniveau von  $p < 0.05$  ausgeschlossen werden.

Geprüft wurde jeweils die Nullhypothese  $H_0$ , dass sich die MET-behandelte Probe nicht von der Kontrollprobe unterschied. Ab einem Signifikanzniveau von  $p = 0.05$  wurde diese Nullhypothese verworfen und die Alternativhypothese  $H_1$  (die MET-Probe unterscheidet sich von der Kontrollprobe) angenommen.

### 3.6. Berechnung des Energieverbrauches

Zur Messung des Energieverbrauchs wurde ein Energiemessgerät angeschafft, welches die Menge an elektrischer Energie berechnet, die einem Stromkreis in einem bestimmten Zeitintervall zugeführt wird. Die Einheit für Energie ist Joule (J), obwohl häufig auch die Wattstunde (Wh) verwendet wird. Die kommerzielle Einheit für verbrauchte Energie wird in Kilowattstunden ausgedrückt.

Der modernste Ansatz zur Messung von Energie wird von volldigitalen Energiezählern geboten. Diese Zähler verarbeiten zunächst Spannungs- und Stromsignale. Eine breite Palette an digitaler Signalverarbeitung kann auf Energiedaten angewendet werden, da der Datenbus die Wellenformen von Spannung und Strom in digitaler Form bereitstellt. Die Abtastgeräte sind prozessorgesteuert. Die Ergebnisse dieser Berechnungen können entweder an andere Systeme weitergeleitet oder angezeigt werden. Das Gerät ist mit einem digitalen Signalprozessor ausgestattet, der in der Lage ist, komplexe Signal- und Energiemessparameter zeitbasiert auszuwerten (Babuta, Gupta, Kumur, & Ganguli, 2021).

Das Energiemessgerät von der Marke BALDR wurde erworben, um die Energie der in den Experimenten verwendeten Geräte zu messen.

Die technischen Daten sind wie folgt:

- Betriebsspannung: 100-250Vac, 50/60Hz

- Betriebsstrom: MAX 16A
- Wattbereich: 0-3680W
- Leistungsfaktor: 0,0-1,0
- Schutzklasse: IP20 (nur für Innenräume)

Jedes elektrische Gerät wird einzeln an den Zähler angeschlossen, um den Energieverbrauch zu ermitteln.

## IV. Ergebnisse

### 4.1 Ökologische Aspekte

Im Folgenden werden alle Ergebnisse der durchgeführten Analysen berichtet. Dabei wird das Verhalten des Wassergehalts für die Versuche 1-3 nur für den oberen Teil der Proben dargestellt. Die unteren Proben wurden ebenfalls gemessen und zeigen ein Verhalten, das umgekehrt proportional zu dem der oberen Proben steht.

#### 4.1.1 Leitungswasser

Die Tabelle 1 zeigt die Ergebnisse der Qualitätsuntersuchungen des Leitungswassers der SRH Hochschule Heidelberg.

**Tabelle 1.** Ergebnisse der physikalischen Parameter des Leitungswassers.

Parameter	Werte	Einheit
Temperatur	21,4	°C
pH	7,8	
Leitfähigkeit	742	µS/cm
Gelösten Feststoffe	424	ppm
Salzgehalt	304	ppm

Jetzt werden die Ergebnisse der 4 durchgeführten Versuche dargestellt. Die vollständigen Ergebnisse befinden sich im Anhang.

#### 4.1.2 Erster Versuch

In der ersten Phase des Versuchs dauerte die MET-Behandlung 45 Minuten und verbrauchte 19,5 Liter Wasser. Bei der zweiten MET-Behandlung wurden 19 Liter Wasser verbraucht.

- *Leitfähigkeit*

Der Parameter verzeichnete im oberen Teil von Behälter 1 (der mit dem MET-Gerät behandelt wurde) einen Rückgang von 21,37 mS/cm auf 0,12 mS/cm innerhalb eines Zeitraums von 96 Stunden. Dieses Verhalten wiederholte sich bei einer erneuten Behandlung in der zweiten Phase des Experiments. Der Leitfähigkeitswert begann bei 20,05 mS/cm und endete 96 Stunden nach der Nachbehandlung bei 2,97 mS/cm. Der obere Teil von Behälter 2 (Kontrollprobe) wies ebenfalls einen Rückgang von etwa 7 %

gegenüber dem Ausgangswert (21,37 mS/cm) auf. In beide Behälter konnte eine komplementäre Entwicklung der Werte des unteren Teils im Vergleich zu dem oberen Teil beobachtet werden.

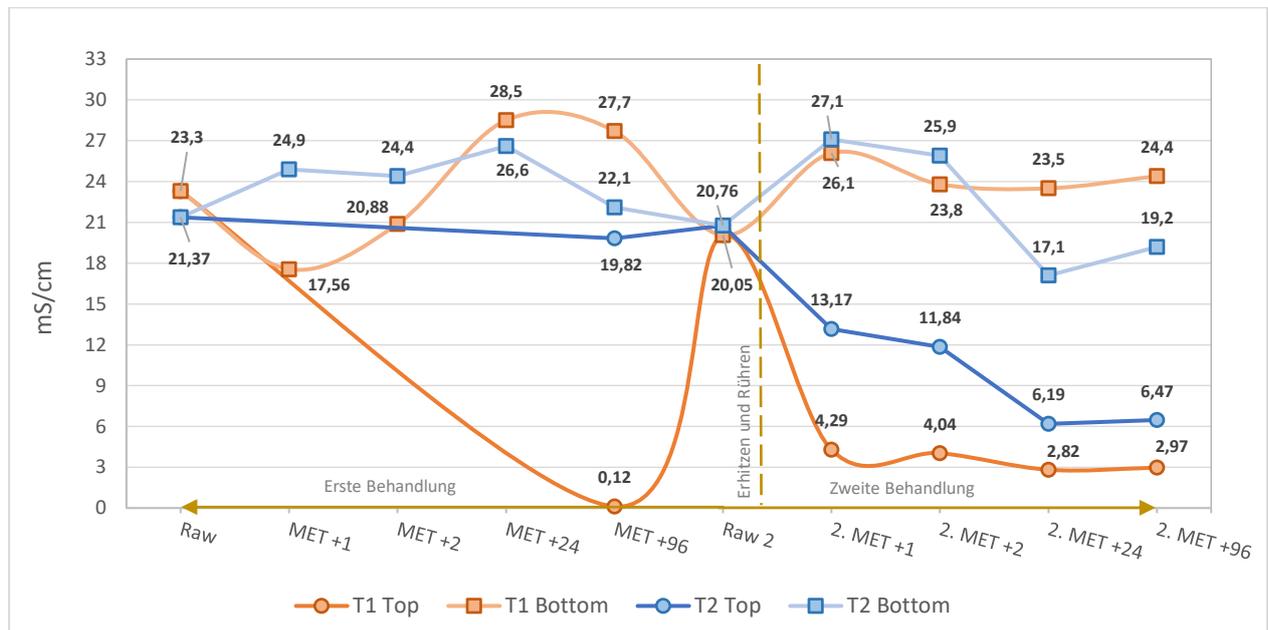


Abbildung 6. Verhalten des Leitfähigkeitsparameters im ersten Versuch

- *pH*

In den Behältern wurden die *pH*-Werte überwiegend im neutralen Bereich (6,3 bis 7,67) gehalten, ohne dass es zu nennenswerten Ausbrüchen oder Veränderungen kam.

- *Gelöste Feststoffe*

Für den Parameter der *gesamten gelösten Feststoffe* wurde während des gesamten Experiments beobachtet, dass die Werte des unteren Teils aufgrund einer möglichen natürlichen Setzung im Laufe der Zeit einen Anstieg ihrer Werte zeigen. Im oberen Teil weist Behälter 1 einen Rückgang von etwa 90 % gegenüber seinem Ausgangswert auf, während Behälter 2 (Kontrolle) nur etwa 69 % erreichte.

- *Salzgehalt*

Beim *Salzgehalt* zeigten beide Behälter insgesamt einen rückläufigen Trend.

- *Wassergehalt*

Der Wassergehalt in beide Behälter betrug anfänglich mehr als 90 %. Nach 24 Stunden wurde in beide Behälter ein Rückgang von 40 % (T2) bzw. 50 % (T1) festgestellt. Im zweiten Teil des Versuchs wurde jedoch in T1 ein deutlicher Rückgang verzeichnet, wie aus Abbildung 7 hervorgeht. Es sei darauf verwiesen, dass die Anzahl der Werte, die für die statistische Auswertung herangezogen werden können, in diesem Versuch nicht ausreichend war, um statistische Testverfahren durchführen zu können.

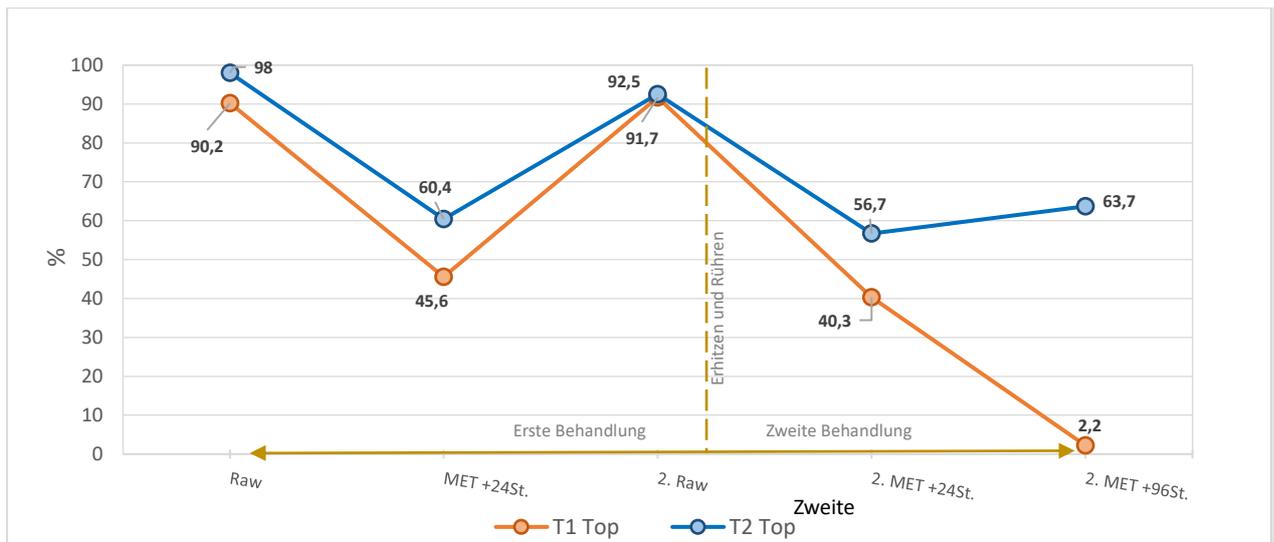


Abbildung 7. Wassergehalt der oberen Proben des ersten Versuchs.

#### 4.1.3 Zweiter Versuch

In der ersten Phase des Versuchs dauerte die MET-Behandlung 45 Minuten und verbrauchte 17 Liter Wasser. Die zweite Phase des Experiments fand eine Woche nach der ersten statt, hatte auch eine Dauer von etwa 45 Minuten und einen Wasserverbrauch von 18,5 Litern.

- Leitfähigkeit

Das Verhalten des Parameters für Behälter 1 (zweimal mit dem MET-Gerät behandelt) zeigt im Allgemeinen eine Abnahme um etwa 50 % seines Anfangswerts. Allerdings ist zu beobachten, dass Behälter 2 während des Experiments eine gewisse Instabilität aufweist und am Ende einen leichten Anstieg seines Anfangswerts um 3 % zeigt.

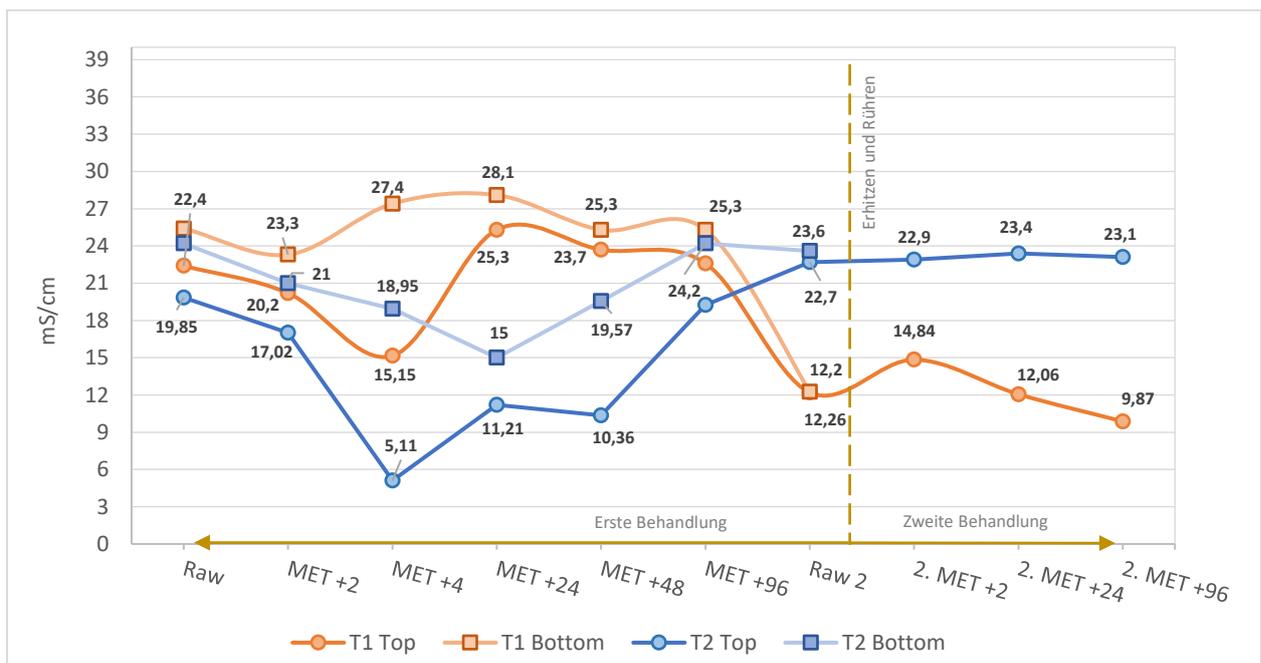


Abbildung 8. Verhalten des Leitfähigkeitsparameters im zweiten Versuch.

- *pH*

In den Behältern wurden die pH-Werte ohne nennenswerte Ausbrüche oder Veränderungen überwiegend im neutralen Bereich (6,84 bis 7,71) gehalten.

- *Gelöste Feststoffe*

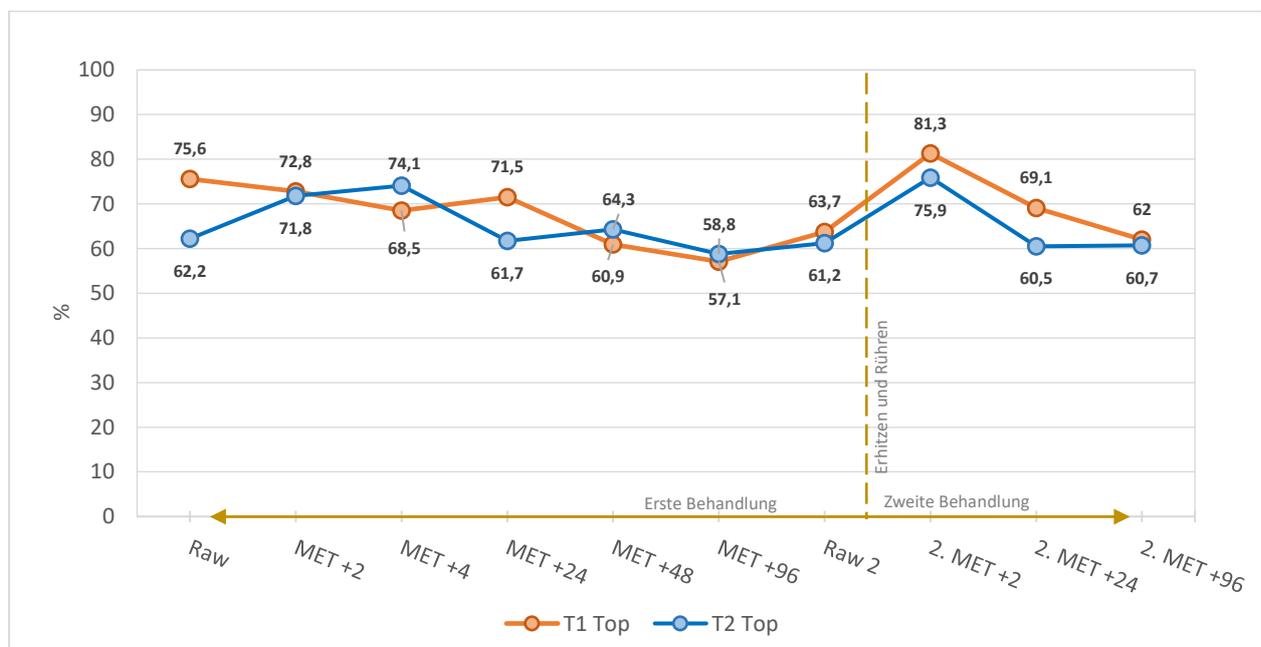
Die Parameter zeigten eine gewisse Instabilität in beide Behälter während der beiden Phasen des gesamten Versuchs. Am Ende des gesamten Experiments erreichte der obere Teil von T1 jedoch einen Wert von 6,57 ppm, was 50 % seines Anfangswerts entspricht, und T2 erreichte 15,3 ppm, 15 % mehr im Vergleich zu seinem RAW-wert.

- *Salzgehalt*

Die Salinitätswerte für den oberen Teil von T1 begannen bei 13,5 ppt und lagen nach der zweiten Behandlung nach 96 Stunden bei 5,72 ppt. Die Werte für den oberen Teil von T2 begannen bei 12,01 ppt und endeten bei 14,2 ppt.

- *Wassergehalt*

Während der ersten Phase des Experiments war eine Instabilität zu beobachten. Beide Behälter zeigten während der 96-stündigen Proberperiode Schwankungen im Wassergehalt. In der zweiten Phase des Experiments verhalten sich beide Behälter ähnlich und nehmen ab. Die statistische Analyse ergibt, dass der U-Wert für die oberen Daten der beiden Behälters einen Wert von 3,5 aufweist. Die Analyse der Abweichungen von den jeweiligen Raw-Werte belegt, dass die MET-Behandlung zu einer signifikanten Verringerung des Wassergehalts geführt hat.



**Abbildung 9.** Wassergehalt der oberen Proben des zweiten Versuchs.

#### 4.1.4 Dritter Versuch

In der ersten Phase des Versuchs dauerte die MET-Behandlung 45 Minuten und verbrauchte 18 Liter Wasser. Die zweite Phase des Experiments fand am nächsten Tag statt, hatte auch eine Dauer von etwa 45 Minuten und einen Wasserverbrauch von 17,5 Litern.

- *Leitfähigkeit*

Die Leitfähigkeitswerte der untere Teil der Behälter 1 und 2 nahmen nach der ersten MET-Behandlung um 25 % bzw. 50 % ab. Bei der zweiten MET-Behandlung zeigten beide Behälter einen ähnlichen Anstieg von ca. 7 %. Der obere Teil des Behälters zeigt ebenfalls ein abnehmendes Verhalten. In der ersten Phase des Versuchs beginnt der Rückgang für beide Behälter 2 Stunden nach der Behandlung von Behälter 1. In der zweiten Phase des Versuchs sinkt der Prozentsatz in beide Behälter um 22 % für T1 und 12 % für T2.

- *pH*

Während der Versuche wurde der pH-Wert zwischen 8,3 und 8,7 gehalten, das bedeutet eine Probe mit leicht basischem Charakter.

- *Gelöste Feststoffe*

In der ersten Phase des Versuchs konnte nach einer Behandlungsdauer von zwei Stunden in Behälter 1 eine Abnahme der Werte in den oberen Teilen beobachtet werden. In der zweiten Phase des Versuchs wurde eine Abnahme des Prozentwerts in beiden Behältern um 22 % in Behälter 1 und 11 % in Behälter 2 beobachtet.

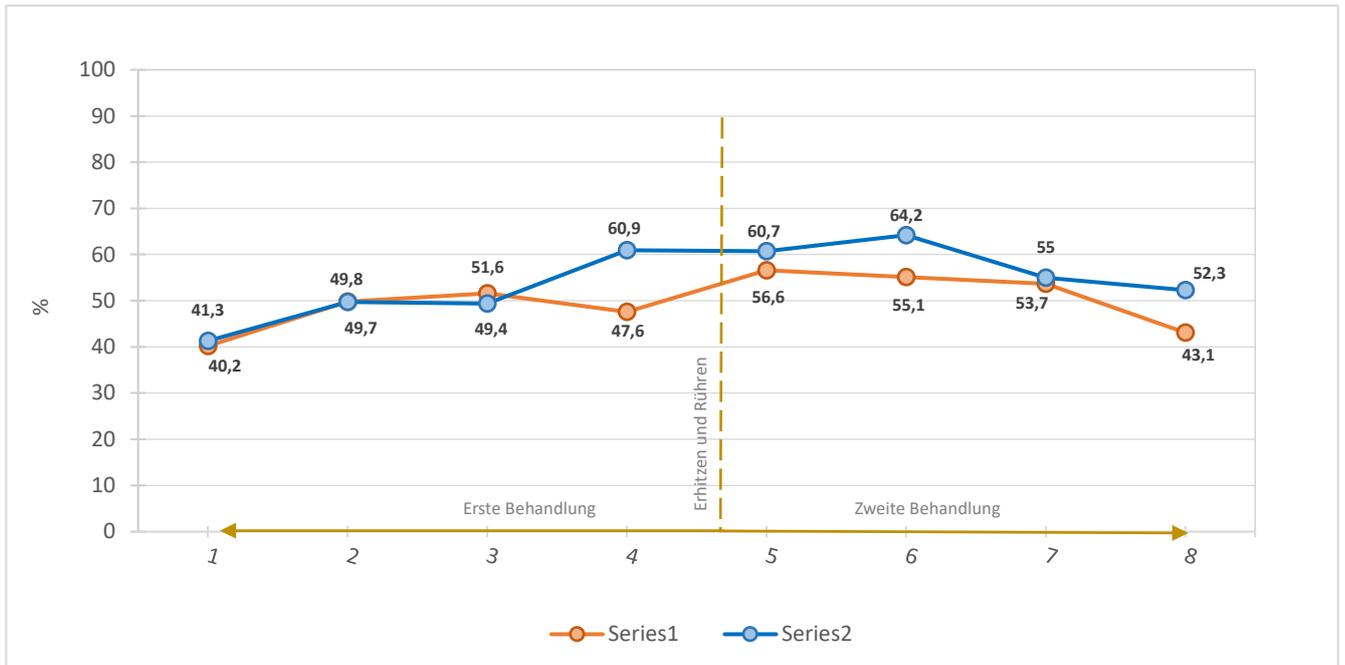
Das Verhalten der untere Teil zeigte ebenfalls eine Abnahme der Werte, jedoch wurde in der zweiten Phase des Versuchs ein geringer Anstieg beobachtet.

- *Salzgehalt*

Die oberen Teile beider Behälter zeigten nach 2 Stunden der MET-Behandlung in Behälter 1 ein abnehmendes Verhalten. Die zweite Phase des Versuchs, der eine zweite MET-Behandlung von Behälter 1 beinhaltet, führte zu einer Absenkung der Werte von 24,5 ppm nach 19,2 ppm für Behälter 1 und von 24,9 ppm nach 22,1 ppm für Behälter 2. Das Verhalten der untere Teil zeigte ebenfalls eine Abnahme der Werte, aber in der zweiten Phase des Versuchs zeigten sie einen kleinen Anstieg.

- *Wassergehalt*

Das Verhalten der obere Teil der beiden Behälter zeigt zunächst eine ähnliche Tendenz. Nach einer vierstündigen MET-Behandlung zeigt sich jedoch, dass das Verhalten von Behälter 1 weiter abnimmt, während es in Behälter 2 weiter zunimmt. In der zweiten Phase des Experiments ist bei beiden eine Abnahme zu verzeichnen. Die statistische Analyse ergibt, dass der U-Wert für die oberen Daten der beiden Behälter einen Wert von 1,5 aufweist. Die Analyse der Abweichungen von den jeweiligen Raw-Werten belegt, dass die MET-Behandlung zu einer signifikanten Verringerung des Wassergehalts geführt hat.



**Abbildung 10.** Wassergehalt der oberen Proben des dritten Versuchs.

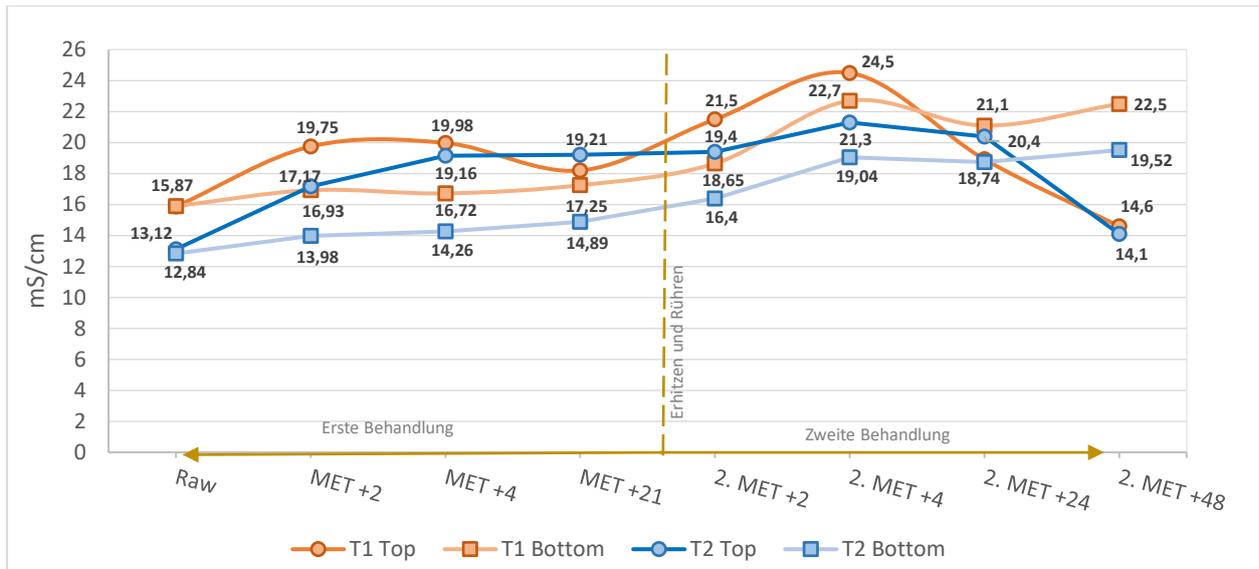
#### 4.1.5 Vierter Versuch

Es wurde dieselbe Emulsion wie in Versuch 3 verwendet und auch die Probenahmen.

In der ersten Phase des Versuchs dauerte die MET-Behandlung 45 Minuten und verbrauchte 19 Liter Wasser. Die zweite Phase des Experiments fand am nächsten Tag statt, hatte auch eine Dauer von etwa 45 Minuten und einen Wasserverbrauch von 15 Litern. T2 war nicht MET-behandelt.

- *Leitfähigkeit*

In der ersten Phase des Versuchs zeigen beide Behälter bis 4 Stunden nach der Behandlung ein ansteigendes Verhalten in Bezug auf Leitfähigkeit. In der Probe, die nach 21 Stunden entnommen wurde, zeigt T1 einen leichten Rückgang und T2 einen deutlichen Anstieg. In der zweiten Phase des Versuchs beginnt der Rückgang nach der 4-Stunden-Probe. Am Ende des gesamten Versuchs ist eine Abnahme in T1 und eine Zunahme in T2 zu verzeichnen.



**Abbildung 11.** Verhalten des Leitfähigkeitsparameters des vierten Versuchs.

- *pH*

Während der Versuche wurde der pH-Wert zwischen 8,42 und 8,79 gehalten, das bedeutet eine Probe mit leicht basisch Inhalt.

- *Gelöste Feststoffe*

In der ersten Phase des Versuchs zeigten die Werte des oberen Teils nach 2 Stunden Behandlung einen Abfall. T2 hingegen zeigte weiterhin ein ansteigendes Verhalten. In der zweiten Phase des Versuchs begann die Abnahme für beide Behälter nach der 4-stündigen Behandlung. Am Ende begannen die Werte mit 10,52 ppm und endeten mit 9,7 ppm für T1 und für T2 begannen sie mit 8,69 ppm und endeten mit 9,3 ppm.

- *Salzgehalt*

Alle Salinitätswerte in den Behältern steigen nach der Behandlung an. Nach 4 Stunden beginnt der T1-Wert leicht zu sinken, während der T2-Wert leicht ansteigt. In der zweiten Phase ist nach 4 Stunden bei beiden Behältern eine Abnahme der oberen Proben zu beobachten.

- *Wassergehalt*

Der Wassergehalt wurde in beiden Tankteilen (oben und unten) untersucht. Beide zeigten ein komplementäres Demulgierverhalten. Die Werte der unteren Phase zeigte der statistische Test eine signifikante Abnahme des Wassergehalts.

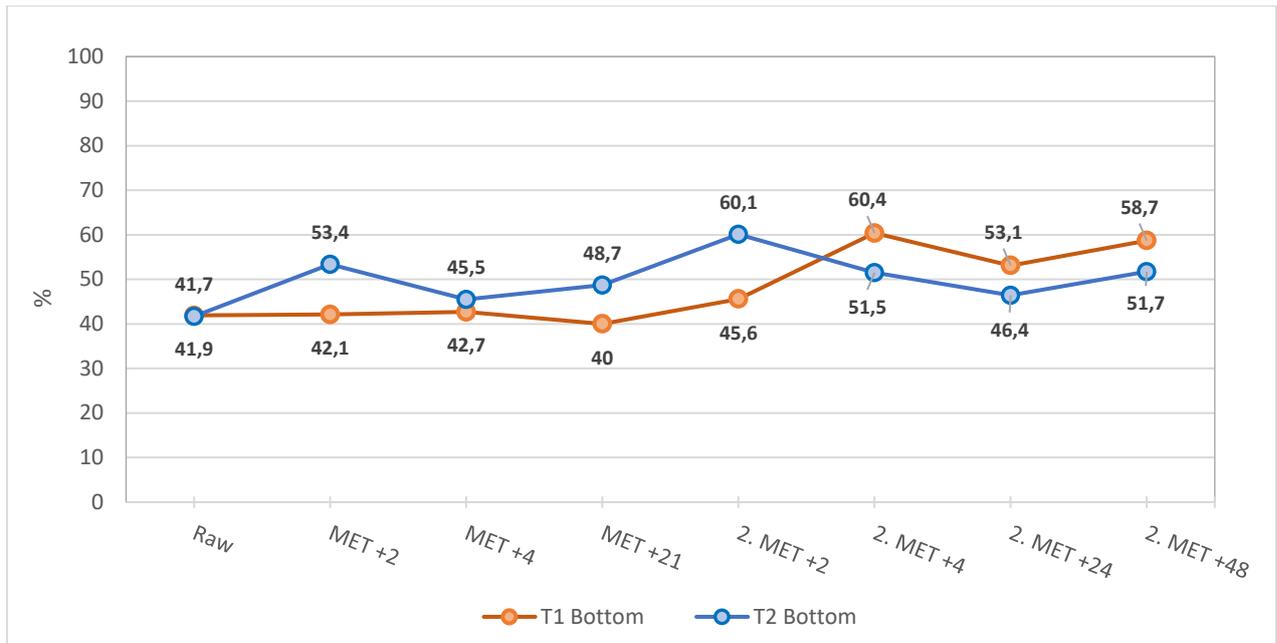


Abbildung 12. Wassergehalt der unteren Proben des vierten Versuchs.

## 4.2 Ökonomische Aspekte

Um den Stromverbrauch der Behandlung zu bewerten, sind alle verwendeten Geräte in Tabelle 2 aufgeführt. Die Tabelle zeigt die Durchschnittswerte, die mit einer einzigen Behandlung erzielt wurden.

Tabelle 2. Berechnung des Energieverbrauchs aller verwendeten Elektrogeräte für eine MET-Behandlung.

Geräte	Spezifikation	Zeit (Stunde)	Leistung (Watts)	Energie (kWh)
<u>Tauchsieder</u> für Edelstahlfässer	<ul style="list-style-type: none"> <li>Steckerfertig angeschlossen.</li> <li>Eintauchtiefe 78 cm</li> <li>Heizfläche 30 x 20 cm</li> <li>Spannung: 230 Volt.</li> <li>Heizleistung: 3,2 kW</li> </ul>	2,65	3 087,07	8,18
<u>Ketotek Temperaturregler</u> mit Fühler - Digital Thermostat Steckdose	<ul style="list-style-type: none"> <li>Spannung: 230VAC 50Hz</li> <li>Max. Leistung: 16A / 3680W</li> <li>Temperaturbereich: -40 °C ~ 120 °C</li> <li>Genauigkeit der Temperaturregelung: ± 1%</li> </ul>			
<u>Rührwerk</u>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Leistung 2600 W</li> <li>Spannung: 230 V</li> <li>Leerlauf-Drehzahl: 0 - 1500 U/min</li> <li>6-stufiger Drehzahlregler</li> <li>Rührer: 120 mm M14 Gesamtlänge 590 mm</li> </ul>	0,10	2 601,8	0,26

Geräte	Spezifikation	Zeit (Stunde)	Leistung (Watts)	Energie (kWh)
<u>MET</u>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Leistungsaufnahme des Magnetrons: 650 W/h</li> <li>• Stromverbrauch des ganzen MET-Gerätes: 1300 W/h</li> <li>• Stromanschluss: 230V / 10A</li> </ul>	0,76	1 307,75	0,99
<b><u>Total</u></b>				<b>9,44</b>

Für eine einzige MET-Behandlung wurden 9,44 kWh benötigt, um einen Behälter von etwa 200 Litern zu behandeln. Wie ersichtlich ist, entfiel der Großteil des Energieverbrauchs auf die Heizung (mehr als 80%).

## V. Diskussion

Im Folgenden werden zunächst die Ergebnisse der physikalisch-chemischen Analyse der Versuche erörtert. Im Anschluss erfolgt eine Diskussion über die Kosten der Abfallbewirtschaftung sowie die Ergebnisse der MET-Behandlung.

### Ökologische Aspekte

Im Rahmen der Emulsionsspaltung, insbesondere in industriellen Prozessen wie der Abwasserbehandlung, sind die Parameter Leitfähigkeit, Salzgehalt und Gesamtmenge der gelösten Feststoffe (TDS, Total Dissolved Solids) von entscheidender Bedeutung. Diese Parameter stehen in einem engen Zusammenhang und beeinflussen sowohl die Effektivität des Spaltungsprozesses als auch die Qualität des resultierenden Wassers.

Der Salzgehalt und die Leitfähigkeit stehen in einem direkten proportionalen Verhältnis zueinander. Ein höherer Salzgehalt führt zu einer höheren Leitfähigkeit und der Salzgehalt ist ein Bestandteil der TDS.

In allen vier Experimenten konnten die Parameter das erwartete Verhalten bei der Phasentrennung bestätigen. Dies bedeutet, dass sich die Öltröpfchen während der Trennung von Öl und Wasser sammeln und eine separate Phase bilden. Der Salzgehalt verbleibt hauptsächlich in der wässrigen Phase (unterer Teil), da Salze eine hohe Löslichkeit in Wasser aufweisen. In der resultierenden Ölphase (oberer Teil) ist folglich eine geringere Leitfähigkeit im Vergleich zur wässrigen Phase zu verzeichnen.

In Bezug auf den Wassergehalt konnten in drei der vier Versuche signifikante statistische Unterschiede zwischen dem mit MET behandelten Behälter und dem Kontrollbehälter festgestellt werden. Das Experiment, bei dem der statistische Test nicht durchgeführt werden konnte, war auf einen Mangel an Daten zurückzuführen.

Es konnte nicht untersucht werden, welche Auswirkungen die Verwendung des MET-Gerätes auf die Behandlung von Emulsionsspaltungen unter Variation von Parametern wie pH-Wert, Temperatur und/oder Volumen hat. Darüber hinaus sollte eine Erweiterung der analytischen Untersuchung von Proben in

Betracht gezogen werden. Die Untersuchung von Parametern wie der Partikelgrößenverteilung, der Koaleszenz Kinetik und der elektrischen Eigenschaften kann Aufschluss über die Stabilität und die Wechselwirkungen der Emulsionen geben.

### Ökonomische Aspekte

Die Kosten für die Entsorgung von Emulsionen können stark variieren und hängen von verschiedenen Faktoren ab, einschließlich des Volumens, der Art der Emulsion, ihrer Zusammensetzung und den örtlichen Vorschriften für die Entsorgung von gefährlichen Abfällen. In vielen Fällen ist die Beauftragung spezialisierter Entsorgungsunternehmen erforderlich, um Emulsionen gemäß den geltenden Umweltschutzvorschriften zu behandeln und zu entsorgen.

Die Gesamtkosten für diese Dienstleistungen können je nach Unternehmen und Standort variieren und beinhalten verschiedene Faktoren. Dazu zählen der Energieverbrauch, die Kosten für die Beschaffung von Flockungsmitteln, Koagulaten und anderen chemischen Zusatzstoffen, die für die Spaltung der Emulsion notwendig sind, sowie die Kosten für das Personal, das die Anlagen betreibt und überwacht, und der Wasserverbrauch.

Unternehmen wie Veolia, KMU-Loft Cleanwater oder Incro S.A. bieten Anlagen zur mechanischen Dampfkomppressionsbehandlung an und geben an, dass ihr durchschnittlicher Energieverbrauch bei etwa 50 kWh liegt. Der Energieverbrauchszähler weist für das MET-Gerät einen Verbrauch von lediglich 5 kWh pro Behandlung aus. Der Rest der 45 kWh ist auf die gewählte einfache Heizmethode zurückzuführen.

Die durchschnittlichen Leitungswasserkosten und Stromkosten in Deutschland können variieren, basierend auf verschiedenen Faktoren wie dem Standort, dem Verbrauch und dem gewählten Tarif, aber generell liegen die Leitungswasserkosten zwischen 1,50 Euro und 2,50 Euro pro Kubikmeter (m<sup>3</sup>) und die Stromkosten liegen üblicherweise zwischen 0,25 und 0,30 Euro pro Kilowattstunde (kWh) (Bundesamt, 2023). Unter Berücksichtigung der Aufwendungen für Energie und Wasser belaufen sich die Kosten für eine MET-Behandlung auf etwa 16 Euro.

Die Aufwendungen für Chemikalien, welche zur Destabilisierung von Emulsionen erforderlich sind, können durch eine MET-Behandlung eingespart werden. Hinsichtlich der Personalkosten ist zu erwähnen, dass das MET-Gerät nach einer entsprechenden Weiterentwicklung und großflächigen Implementierung automatisch funktionieren wird.

## **VI. Schlussfolgerungen und Empfehlungen**

Die Attraktivität der MET-Mikrowellenbestrahlung basiert auf ihrer Einfachheit und Kompaktheit des MET-Geräts. In diesem Kontext ist zu erwähnen, dass in zahlreichen Untersuchungen den Auswirkungen von elektromagnetischen Mikrowellenfeldern auf Emulsionen verstärkte Aufmerksamkeit geschenkt wird.

Aufgrund der Ergebnisse der MET-Behandlungen, die eine signifikante Veränderung ( $p < 0,05$  oder 95% Konfidenzniveau) der behandelten Emulsion im Vergleich zur Kontrollemulsion zeigten, wird eine Fortsetzung der Untersuchungen in größerem Maßstab empfohlen.

Um die MET-Behandlung zu optimieren, wird empfohlen, spezialisierte Ausrüstung für die genaue Analyse der Emulsionen vor und nach der MET-Behandlung zu erwerben. Parameter wie Dichte, Viskosität, API-Gravitation, Asphaltengehalt und Tröpfchengrößenverteilung (DSD) des kolloidalen Systems sowie Oberflächen- und Grenzflächenspannung können dazu beitragen, die Vorgänge während des Trennprozesses besser zu verstehen. Die Verwendung eines Wassergehaltsmessgeräts während der Versuche ermöglicht eine präzise Verlaufskontrolle der MET-Behandlungen, wodurch die Effizienz und Qualität der MET-Behandlungen insbesondere im Zeitverlauf optimiert werden können.

Für zukünftige Experimente, insbesondere solche, die auf robustere Schlussfolgerungen abzielen oder nuancierte Unterschiede untersuchen möchten, könnten mehrere Empfehlungen in Betracht gezogen werden:

- Eine größere Stichprobengröße kann helfen, die Varianz zwischen den Behältern besser zu verstehen. Mit mehr Daten wird die statistische Power erhöht, was es ermöglicht, auch kleinste Unterschiede zuverlässig zu erkennen.
- Doppelbestimmungen der Messparameter, wie beispielsweise des Wassergehalts, können eine genauere Untersuchung ermöglichen. Durch die wiederholte Messung desselben Parameters wird die Zuverlässigkeit der Ergebnisse erhöht, da mögliche Messfehler minimiert und die Präzision der Daten verbessert werden.
- Verlängerte Experimentdauer ermöglicht die Beobachtung von Veränderungen und Trends im Zeitverlauf.
- Frühere Untersuchungen gaben bereits den Hinweis, dass ggf. mit dem gleichen MET-Aufwand eine wesentlich größere Emulsionsmenge abgetrennt bzw., behandelt werden könnte. Somit wäre zu überprüfen, ob die MET-Technologie relativ unabhängig von dem zu trennenden Volumen anzuwenden ist und somit wesentliche ökonomische und ökologische Vorteile zu erzielen sind.
- Bei diesen größeren Mengen sollten auch Vergleiche zwischen MET-Behandlungen bei Raumtemperatur und stufenweiser Erwärmung untersucht werden.

Durch die Umsetzung dieser Empfehlungen in weiteren Experimenten kann eine verbesserte Genauigkeit und Zuverlässigkeit der Ergebnisse erzielt werden. Dadurch wird ein umfassenderes Verständnis der Faktoren ermöglicht, die die Trennungsmethode beeinflussen, und es werden gleichzeitig Werkzeuge für Optimierungsstrategien des MET-Geräts entwickelt. Eine erfolgreiche Optimierung der MET-Technologie könnte Interesse wecken, da die MET-Behandlung eine effiziente Lösung für die Emulsionsspaltung bietet und ihre Verfahren die derzeitigen Emulsionsbehandlungsverfahren verbessern können. Diese Optimierung kann nicht nur die Energieeffizienz verbessern, sondern auch erhebliche Vorteile für die Umwelt mit sich bringen. Durch den geringeren Energieverbrauch und den Verzicht auf chemische Zusatzstoffe leistet die MET-Technologie einen wichtigen Beitrag zur Nachhaltigkeit und Ressourcenschonung.

## VII. Reference

- ABAG-itm GmbH. (2009). *Abfallsteckbrief "1902 Chemisch-physikalische Behandlung von organisch belasteten Abfällen"*. (U. u.-W. Landesamt für Natur, Herausgeber) Von [https://www.abfallbewertung.org/ipa/repagen.php?report=ipa&char\\_id=1902\\_organ&lang\\_id=d&avv=&kapitel=7#GLOSSARY](https://www.abfallbewertung.org/ipa/repagen.php?report=ipa&char_id=1902_organ&lang_id=d&avv=&kapitel=7#GLOSSARY) abgerufen
- Abdurahman, N., Yunus, R., Azhari, N., Said, N., & Hassan, Z. (2017). The Potential of Microwave Heating in Separating Water-in-Oil (w/o) Emulsions. *Energy Procedia*, 138, 1023 - 1028.
- Abuhasel, K., Kchaou, M., Alquraish, M., Munusamy, Y., & Jeng, Y. (2021). Oily Wastewater Treatment: Overview of Conventional and Modern Methods, Challenges, and Future Opportunities. 13, 980. <https://doi.org/10.3390/w13070980>. *Water*, 13(7), 980. doi:<https://doi.org/10.3390/w13070980>
- Alex, M. (2010). Spaltung von Emulsionen mit verdichteten Gasen. *Dissertation zur Erlangung des Grades Doktor-Ingenieur der Fakultät für Maschinenbau der Ruhr-Universität Bochum*. Cuvillier Verlag .
- Babuta, A., Gupta, B., Kumur, A., & Ganguli, S. (2021). Power and energy measurement devices: A review, comparison, discussion, and the future of research. *Measurement*, 172, 108961. doi:<https://doi.org/10.1016/j.measurement.2020.108961>.
- Binner, E., Robinson, J., Silvester, S., Kingman, S., & Lester, E. (2014). Investigation into the mechanisms by which microwave heating enhances separation of water-in-oil emulsions. *Fuel*, 116, 516-521. doi:<https://doi.org/10.1016/j.fuel.2013.08.042>.
- Bundesamt, S. (2023). *Erdgas- und Stromdurchschnittspreise*. Von [https://www.destatis.de/DE/Themen/Wirtschaft/Preise/Erdgas-Strom-Durchschnittspreise/\\_inhalt.html](https://www.destatis.de/DE/Themen/Wirtschaft/Preise/Erdgas-Strom-Durchschnittspreise/_inhalt.html) abgerufen
- Förtsch, G., & Meinholz, H. (2022). Prozesstechnik zur Abwasserbehandlung. In *Handbuch Betrieblicher Gewässerschutz*. Springer Vieweg. doi:[https://doi.org/10.1007/978-3-658-36873-9\\_8](https://doi.org/10.1007/978-3-658-36873-9_8)
- Fortuny, M., Oliveira, C., Melo, R., Nele, M., Coutinho, R., & Santos, A. (2007). Effect of salinity, temperature, water content and pH on the microwave demulsification of crude oil of emulsion. *Energy & Fuels*, 21(3), 1358-1364.
- Gavrielatos, I., Mohan, R., & Shoham, O. (2022). Separation of Oil and Water Emulsions: Is heating good enough?
- Gidaracos, E. K. (1989). Entsorgung von Öl-in-Wasser-Emulsionen durch Elektrokoagulation. *Chemie Ingenieur Technik*, 61(6), 443-448.
- Hirasaki, G., Miller, C., Raney, O., Poindexter, M., Nguyen Duy, T., & Hera, J. (2010). Separation of produced emulsions from surfactant enhanced oil recovery processes. *Energy & Fuels*, 25.
- Incro S.A. (01 2024). *Products*. Von <https://incrowater.com/en/products/> abgerufen
- Isenburg, T. (2008). Sparen mit Vakuumverdampfern: Prozesswasser-Aufbereitung. *JOT Journal für Oberflächentechnik*, 48, 62-68. doi:<https://doi.org/10.1007/BF03240324>
- KMU LOFT Cleanwater SE. (01 2024). *Vakuumverdampfer KLC-MASTER Line*. Von <https://www.klc-cleanwater.de/produkte/vakuumverdampfer/klc-master-line/> abgerufen
- Kovaleva, L., Zinnatullin, R., Musin, A., Gabdrifikov, A., Sultanguzhin, R., & Kireev, V. (2021). Influence of radio-frequency and microwave electromagnetic treatment on water-in-oil emulsion separation.

- Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 614. doi:<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2020.126081>.
- Martens, H. (2011). Recycling von speziellen flüssigen und gasförmigen Stoffen. In *Recyclingtechnik* (S. 229–250.). Spectrum Akademischer Verlag . doi:10.1007/978-3-8274-2641-3\_9
- Martínez-Palou, R., Cerón-Camacho, R., Chávez, B., Vallejo, A., Villanueva-Negrete, D., Castellanos, J., . . . Aburto, J. (2013). Demulsification of heavy crude oil-in-water emulsion: A comparative study between microwave and thermal heating. *Fuel*, 113, 407-414. doi:<https://doi.org/10.1016/j.fuel.2013.05.094>
- McClements, D. J. (2007). Critical Review of Techniques and Methodologies for Characterization of Emulsion Stability. *Critical reviews in Food Science and Nutrition*, 47(7), 611-649. doi:10.1080/10408390701289292
- Ministerium für Umwelt, Klima und Energiewirtschaft Baden-Württemberg. (2015). *Betrieblicher Umweltschutz in der Metallbearbeitung*.
- Nana, S., Huayi, J., Ruiyu, S., Lanxin, Z., & Huina , S. (2022). Experimental Study on Synergistic Demulsification of Microwave-Magnetic Nanoparticles. *ACS Omega*, 7(40), 35523-35531. doi:10.1021/acsomega.2c02226
- Pekdemir, T., Akay, G., Dogru, M., Merrells, R., & Schleicher, B. (2003). Demulsification of highly stable water-in-oil emulsions. *Separation Science and Technology*, 38(5), 1161-1183.
- Peng, Y. Y. (2019). Heat strengthening of double-field coupling demulsification of industrial waste oil emulsion. *Applied Petrochemical Research*, 9, 13-22. doi: <https://doi.org/10.1007/s13203-018-0221-x>
- Rajaković-Ognjanović , V., & Skala, D. (2006). Separation of water-in-oil emulsions by freeze/thaw method and microwave radiation. *Separation and Purification Technology*(49), 192-196. doi:10.1016/j.seppur.2005.09.012
- Saad, M., Abdurahman, N., Yunus , R., & Ali, H. (2020). An overview of recent technique and the affecting parameters in the demulsification of crude oil emulsions. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 991. IOP Publishing. doi:10.1088/1757-899X/991/1/012105
- Saifuddin, N., & Hussein, R. (2014). Separation of Water From very Stable Water-in-Oil Emulsion Using Microwave Radiation with Presence of Inorganic Salts. *International Journal of Chemistry*, 35, 1512-1521.
- Siegl, W. (2016). Masterarbeit: Aufbau einer Pilotanlage zur Öl-Wasser-Trennung. Leoben , Österreich : Lehrstuhl für Verfahrenstechnik des Industriellen Umweltschutzes - Montanuniversität Leoben .
- Tadros, T. F. (2023). *Emulsionen*. De Gruyter STEM.
- Vega, C., & Delgado, M. (2002). Treatment of Waste-Water/Oil Emulsions using microwave radiation. Veolia Water Technologies Deutschland GmbH. (01 2024). *Evaled™*. Von <https://www.veoliawatertechnologies.de/technologien/evaled-verdampferanlagen-industrie-abwasser-abgerufen>
- Wolfram, M. (2005). *Entwicklung eines industriellen Verfahrens zur mikrowelleninduzierten Emulsionspaltung*. Unveröffentlichte Diplomaarbeit: Merseburg Hochschule - Fachbereich Chemie- und Umwelttingenieurwesen.

## Anhang

Anhang 1. Zusammensetzung flüssige emulsionen Abfall.

Anhang 2. Zusammensetzung Konzentrat.

Anhang 3. Ergebnisse Versuch 1 – Behälter 1

Anhang 4. Ergebnisse Versuch 1 – Behälter 2.

Anhang 5. Ergebnisse Versuch 2 – Behälter 1.

Anhang 6. Ergebnisse Versuch 2 – Behälter 2.

Anhang 7. Ergebnisse Versuch 3 – Behälter 1.

Anhang 8. Ergebnisse Versuch 3 – Behälter 2.

Anhang 9. Ergebnisse Versuch 4– Behälter 1.

Anhang 10. Ergebnisse Versuch 4 – Behälter 2.

Anhang 11. Ergebnisse von FKM Buster Labor – Wassergehalt

## Anhang 1. Zusammensetzung flüssige emulsionen Abfall.

Datenblatt zum sicheren Umgang mit Gefahrstoffen gemäß TRGS 220 in Verbindung mit §1 Abs. 5 TRGS 201

Abfall: verunreinigte Emulsionen, Altemulsionen und emulgierte Flüssigkeiten

### 3. Zusammensetzung / Angaben zu Bestandteilen

Die den Abfall konstituierenden Emulsionen bestehen zu 90 bis 98 % aus Wasser. Dazu kommen hochraffinierte Grundöle, Emulgatoren und Additive. Die folgende Aufstellung ist grob repräsentativ für einen durchschnittlichen Abfallstrom.

Mineralölbasiertes Grundöl	< 5 %	Asp. Tox. 1, H304	EG-Nr.: 292-620-5 CAS-Nr.: 90640-97-4
Zink-alkyl-diithiophosphate	< 2 %	Eye Dam. 1, H318 Aquatic Chronic 2, H411	EG-Nr.: 224-235-5 CAS-Nr.: 4259-15-8
Kaliumcarbonat	< 2 %	Skin Irrit. 2, H315 Eye Irrit. 2, H319	EG-Nr.: 209-529-3 CAS-Nr.: 584-08-7
Natriumcarbonat	< 2 %	Eye Irrit. 2, H319	EG-Nr.: 682-761-4 CAS-Nr.: 584-08-7
2-Amino-2-Methylpropanol	< 2 %	Skin Irrit. 2, H315 Eye Irrit. 2, H319 Aquatic Chronic 3, H412	EG-Nr.: 204-709-8 CAS-Nr.: 124-68-5
Triethanolamin	< 2 %	Skin Irrit. 2, H319	EG-Nr.: 203-049-8 CAS-Nr.: 102-71-6
Fettalkohole, ethoxyliert	< 2 %	Skin Irrit. 2, H315	EG-Nr.: 500-236-9 CAS-Nr.: 68920-66-1
Dicyclohexylamin	< 1 %	Acute Tox. 3, H301 Acute Tox. 3, H311 Skin Corr. 1B, H314 Eye Dam. 1, H318 Aquatic Acute 1, H400 Aquatic Chronic 1, H410	EG-Nr.: 202-980-7 CAS-Nr.: 24551-51-7
Ethandiol	< 1 %	Acute Tox. 4, H302	EG-Nr.: 203-473-3 CAS-Nr.: 107-21-1
(Ethylenedioxy)dimethanol	< 1 %	Acute Tox. 4, H302 Skin Irrit. 2, H315 Eye Dam. 1, H318 Acute Tox. 4, H332	EG-Nr.: 222-720-6 CAS-Nr.: 3586-55-8
[2-(2-butoxyethoxy)ethoxy]-methanol	< 1 %	Eye Irrit. 2, H319	EG-Nr.: 260-097-2 CAS-Nr.: 56289-76-0
Hexylenglykol	< 1 %	Skin Irrit. 2, H315 Eye Irrit. 2, H319	EG-Nr.: 203-489-0 CAS-Nr.: 107-41-5
Phenoxyisopropanol	< 1 %	Eye Irrit. 2, H319 Eye Dam. 1, H318 Flam. Liq. 3, H226	EG-Nr.: 212-222-7 CAS-Nr.: 770-35-4
N-Oleylsarcosin	< 1 %	Skin Irrit. 2, H315 Eye Dam. 1, H318 Acute Tox. 4, H332 Aquatic Acute 1, H400 Aquatic Chronic 1, H410	EG-Nr.: 203-749-3 CAS-Nr.: 110-25-8
Natriummetasilikat	< 1 %	Skin Corr. 1B, H314 STOT SE 3, H335	EG-Nr.: 229-912-9 CAS-Nr.: 6834-92-0
Alkylpolyglykoside	< 1 %	Eye Dam. 1, H318	EG-Nr.: 500-220-1 CAS-Nr.: 68515-73-1
Benzisothiazolinon	< 0,5 %	Acute Tox. 4, H302 Skin Irrit. 2, H315 Eye Dam. 1, H318 Skin Sens. 1, H317 Aquatic Acute 1, H400	EG-Nr.: 220-120-9 CAS-Nr.: 2634-33-5
Undecandisaeure	< 0,5 %	Eye Irrit. 2, H319	EG-Nr.: 217-440-6 CAS-Nr.: 1852-04-6
Fettsäureamin, ethoxyliert	< 0,5 %	Acute Tox. 4, H302 Eye Dam. 1, H318 Aquatic Acute 1, H400	EG-Nr.: 500-153-8 CAS-Nr.: 61791-26-2

Datenblatt Altemulsionen  
Revision: 7  
Änderungsdatum: Juli. 2023

Druckdatum 17.10.2023

Seite 3 von 10

## Anhang 2. Zusammensetzung Konzentrat.

Datenblatt zum sicheren Umgang mit Gefahrstoffen gemäß TRGS 220 in Verbindung mit §1 Abs. 5 TRGS 201

Abfall: Konzentrate

### 3. Zusammensetzung / Angaben zu Bestandteilen

Die den Abfall konstituierenden Altöle bestehen zu 90 bis 98 % aus aromatenarmen bis aromatenfreien Mineralölkompontenten. Die Konzentrate enthalten meist ca. 50 % Wasser. Die folgende Aufstellung ist grob repräsentativ für einen durchschnittlichen Abfallstrom.

Mineralöl	> 50 %	Asp. Tox. 1, H304 Skin Irrit. 2, H315 Acute Tox. 4, H332	EG-Nr.: 265-169-7 CAS-Nr.: 64742-65-0 Index-Nr.: 649-474-00-6
Paraffin, leicht	< 20 %	Asp. Tox. 1, H304	EG-Nr.: 265-158-7 CAS-Nr.: 64742-55-8 Index-Nr.: 649-225-00-1
Leichte Erdöldestillate, Petroleum	< 20 %	Asp. Tox. 1, H304 Aquatic Chronic 3, H412	EG-Nr.: 265-149-8 CAS-Nr.: 64742-47-8 Index-Nr.: 649-422-00
Heizöl	< 20 %	Skin Irrit. 2, H315 Acute Tox. 4, H315 Carc. 2, H351 STOT RE 2, H373 (Leber) Aquatic chronic 2, H411	EG-Nr.: 270-671-4 CAS-Nr.: 68476-30-2 Index-Nr.: 649-225-00-1
Diesel	< 10 %	Asp. Tox. 1, H304 Skin Irrit. 2, H315 Acute Tox. 4, H315 Carc. 2, H351 STOT RE 2, H373 (Leber) Aquatic chronic 2, H411	EG-Nr.: 649-224-00-6 CAS-Nr.: 68334-30-5 Index-Nr.: 649-224-00-6
Alkalihydroxid	< 5 %	Acute Tox. 4, H302 Skin Corr. 1A, H314	EG-Nr.: 215-181-3 CAS-Nr.: 1310-58-3 Index-Nr.: 019-002-00-8

Die für die Gesamtbeurteilung aufgeführten Sätze sind aus tatsächlichen Analysen abgeleitet und stimmen nicht zwangsläufig vollständig mit den Literaturparametern der Einzelsubstanzen überein.

Es ergibt sich nach Abfallrahmenrichtlinie 2008/98/EG folgende Einstufung für den Abfall:

Nicht zutreffend	HP1 explosiv
Nicht zutreffend	HP2 brandfördernd.
Zutreffend	HP3 entzündbar.
Zutreffend	HP4 reizend.
Nicht zutreffend	HP5 spezifische Zielorgantoxizität/Aspirationsgefahr.
Zutreffend	HP6 akut toxisch.
Zutreffend	HP7 krebserzeugend.
Nicht zutreffend	HP8 ätzend.
Nicht zutreffend	HP9 infektiös.
Nicht zutreffend	HP10 reproduktionstoxisch.
Nicht zutreffend	HP11 mutagen.
Nicht zutreffend	HP12 Freisetzung eines akut toxischen Gases.
Nicht zutreffend	HP13 sensibilisierend.
Zutreffend	HP14 ökotoxisch.
Nicht zutreffend	HP15 gefährliche Umwandlung.

Datenblatt Altöle, Konzentrate  
Revision: 6  
Änderungsdatum: Juni 2023

Druckdatum 17.10.2023

Seite 3 von 9

**Anhang 3. Ergebnisse Versuch 1 – Behälter 1**

Date	Sample	Parameter				
		Temperature (°C)	pH	Conductivity (mS/cm)	TDS (ppm)	Salinity (ppm)
26.10.2023	Raw	22,6	7,38	23,3	7403	12,7
26.10.2023	Bottom MET +1 St.	38,5	6,3	17,56	4968	12,1
26.10.2023	Bottom MET +2 St.	30,4	6,34	20,88	6950	9,36
27.10.2023	Bottom MET + 24 St.	22,2	6,38	28,5	7023	13,7
30.10.2023	Top MET +96 St.	23	7,01	0,12	598	n.d.
30.10.2023	Bottom MET +96 St.	22,5	7,39	27,7	7136	11,7
02.11.2023	Raw - 2nd Round	21,8	7,47	20,05	7185	11,9
02.11.2023	Top 2. MET +1 St.	36,8	7,67	4,29	732	1,23
02.11.2023	Bottom 2. MET +1 St.	37,2	7,53	26,1	6590	9,41
02.11.2023	Top 2. MET +2 St.	30,1	6,5	4,04	663	1,24 ppt
02.11.2023	Bottom 2. MET +2 St.	32,4	7,2	23,8	7265	9,53 ppt
03.11.2023	Top 2. MET +24 St.	22,7	6,44	2,82	637	4,05 ppt
03.11.2023	Bottom 2. MET +24 St.	23,6	6,88	23,5	8190	9,33 ppt
06.11.2023	Top 2. MET +96 St.	20,3	7,23	2,97	738	n.d.
06.11.2023	Bottom 2. MET +96 St.	20,4	7,53	24,4	8730	n.d.

**Anhang 4.** Ergebnisse Versuch 1 – Behälter 2.

Date	Sample	Parameter				
		Temperature (°C)	pH	Conductivity (mS/cm)	TDS (ppm)	Salinity
26.10.2023	Raw	22,3	7,35	21,37	9947	14,7
26.10.2023	Bottom MET +1 St.	39,3	6,23	24,9	3902	13,1
26.10.2023	Bottom MET +2 St.	31,7	6,42	24,4	5671	11,5
27.10.2023	Bottom MET + 24 St.	22,1	6,34	26,6	6852	15,9
30.10.2023	Top MET +96 St.	23,2	7,6	19,82	754	n.d.
30.10.2023	Bottom MET +96 St.	22,4	7,37	22,1	7986	11,4
02.11.2023	Raw - 2nd Round	21,8	7,41	20,76	10253	11,3
02.11.2023	Top 2. MET +1 St.	37,6	7,36	13,17	5620	6,55
02.11.2023	Bottom 2. MET +1 St.	39	7,38	27,1	6500	10,2
02.11.2023	Top 2. MET +2 St.	32,5	6,57	11,84	3780	4,48
02.11.2023	Bottom 2. MET +2 St.	34,3	6,4	25,9	6853	9,7
03.11.2023	Top 2. MET +24 St.	22,9	7,04	6,19	2570	3,46 ppt
03.11.2023	Bottom 2. MET +24 St.	23,7	6,89	17,1	6917	8,46 ppt
06.11.2023	Top 2. MET +96 St.	19,6	7,21	6,47	2989	n.d.
06.11.2023	Bottom 2. MET +96 St.	19,5	7,61	19,2	7406	n.d.

**Anhang 5. Ergebnisse Versuch 2 – Behälter 1.**

Date	Sample	Parameter					
		Temperature (°C)	pH	Conductivity (mS/cm)	TDS (ppt)	REDOX	Salinity (ppt)
23.11.2023	Top Raw	20,5	6,95	22,4	14,7	282	13,5
23.11.2023	Bottom Raw	20,1	7,06	25,4	16,5	-205	15,5
23.11.2023	Top MET +2 St.	32,2	7,2	20,2	13,4	-264	12,4
23.11.2023	Bottom MET +2 St.	32,1	7,27	23,3	15,5	-246	14,5
23.11.2023	Top MET +4 St.	24,6	7,23	15,15	9,97	-253	8,9
23.11.2023	Bottom MET +4 St.	24,4	7,28	27,4	18,3	59,6	17,8
24.11.2023	Top MET +24 St.	23	7,71	25,3	16,6	-302	15,6
24.11.2023	Bottom MET +24 St.	22,5	7,22	28,1	18,6	-317	17,4
25.11.2023	Top MET +48 St.	21,5	7,2	23,7	15,7	-291	14,5
25.11.2023	Bottom MET +48 St.	22	7,25	25,3	16,9	-327	16,1
27.11.2023	Top MET +96 St.	21,1	7,17	22,6	14,9	-297	13,8
27.11.2023	Bottom MET +96 St.	21,2	7,23	25,3	16,8	-325	15,9
30.11.2023	Top 2. Raw	20,7	7,1	12,2	8,1	-253	7,1
30.11.2023	Bottom 2. Raw	20,8	7,16	12,26	8,13	-314	7,17
30.11.2023	Top 2. MET +2 St.	36	7,06	14,84	9,82	-313	8,73
01.12.2023	Top 2. MET +24St.	22,7	7,17	12,06	8,09	-266	7,17
04.12.2023	Top 2. MET +96 St.	21,3	7,2	9,87	6,57	-231	5,72

**Anhang 6. Ergebnisse Versuch 2 – Behälter 2.**

Date	Sample	Parameter					
		Temperature (°C)	pH	Conductivity (mS/cm)	TDS (ppt)	REDOX	Salinity (ppt)
23.11.2023	Top Raw	20,9	6,84	19,85	13,08	293	12,01
23.11.2023	Bottom Raw	21	6,96	24,2	15,7	-228	14,5
23.11.2023	Top MET +2 St.	32,4	7,06	17,02	11,22	-256	10,19
23.11.2023	Bottom MET +2 St.	31,9	7,12	21	13,9	-238	13,1
23.11.2023	Top MET +4 St.	24,9	7,11	5,11	3,34	-248	2,71
23.11.2023	Bottom MET +4 St.	25,3	7,12	18,95	12,52	-243	11,38
24.11.2023	Top MET +24 St.	23,4	7,03	11,21	7,37	-290	6,47
24.11.2023	Bottom MET +24 St.	22,9	7,07	15	9,87	-307	8,8
25.11.2023	Top MET +48 St.	21,4	7,04	10,36	6,87	-284	5,95
25.11.2023	Bottom MET +48 St.	22,8	7,11	19,57	12,96	-317	12,01
27.11.2023	Top MET +96 St.	21	7,05	19,24	12,79	-287	11,67
27.11.2023	Bottom MET +96 St.	21,4	7,06	24,2	16,1	-313	15,1
30.11.2023	Top 2. Raw	20,8	7,03	22,7	15,1	-269	14
30.11.2023	Bottom 2. Raw	20,8	7,05	23,6	15,7	-298	14,5
30.11.2023	Top 2. MET +2 St.	34,5	6,96	22,9	15,1	-325	13,9
01.12.2023	Top 2. MET +24St.	20,2	7,06	23,4 ms	15,5	-255	14,3
04.12.2023	Top 2. MET +96 St.	19	7,07	23,1 ms	15,3	-225	14,2

**Anhang 7. Ergebnisse Versuch 3 – Behälter 1.**

Date	Sample	Parameter					
		Temperature (°C)	pH	Conductivity (mS/cm)	TDS (ppt)	REDOX (mV)	Salinity (ppt)
14.12.2023	Top Raw	21,2	8,66	17,97	11,86	-313	10,79
14.12.2023	Bottom Raw	21,2	8,67	18,7	12,38	-318	11,27
14.12.2023	Top MET +2 St.	33,4	8,41	22,9	15,2	-322	14,1
14.12.2023	Bottom MET +2 St.	35,8	8,7	16,12	10,65	-281	9,67
14.12.2023	Top MET +4 St.	25,6	8,69	20,1	13,2	-323	12,2
14.12.2023	Bottom MET +4 St.	26,1	8,7	17,23	11,38	-313	10,35
15.12.2023	Top MET +21 St.	22,2	8,56	18,44	12,22	-285	11,13
15.12.2023	Bottom MET +21 St.	22,3	8,64	14,19	9,39	-320	8,43
15.12.2023	Top 2. MET +2 St.	36,9	8,64	37,1	24,5	-322	23,8
15.12.2023	Bottom 2. MET +2 St.	38,3	8,68	33,8	20,9	-330	21,4
15.12.2023	Top 2. MET +4 St.	26,3	8,65	34,1	22,5	-328	21,6
15.12.2023	Bottom 2. MET +4 St.	26,8	8,68	34,8	23,1	-335	22,5
16.12.2023	Top 2. MET +24 St.	22,3	8,58	31,7	21,3	-278	20,6
16.12.2023	Bottom 2. MET +24 St.	22,2	8,65	35,4	23,4	-338	22,8
17.12.2023	Top 2. MET +48 St.	21,7	8,6	28,9	19,2	-243	18,1
17.12.2023	Bottom 2. MET +48 St.	22	8,64	37	24,4	-325	23,7

**Anhang 8. Ergebnisse Versuch 3 – Behälter 2.**

Date	Sample	Parameter					
		Temperature (°C)	pH	Conductivity (mS/cm)	TDS (ppt)	REDOX (mV)	Salinity (ppt)
14.12.2023	Top Raw	21,2	8,52	29,8	19,6	-308	18,4
14.12.2023	Bottom Raw	21,1	8,52	29,5	19,5	-319	18,3
14.12.2023	Top MET +2 St.	33,5	8,3	31,3	20,7	-248	20
14.12.2023	Bottom MET +2 St.	34,9	8,38	15,78	10,41	-311	9,31
14.12.2023	Top MET +4 St.	24,9	8,52	17,38	11,47	-315	10,43
14.12.2023	Bottom MET +4 St.	25,4	8,56	13,83	9,13	-335	8,16
15.12.2023	Top MET +21 St.	23,2	8,43	17,74	11,72	-309	10,68
15.12.2023	Bottom MET +21 St.	23,9	8,48	13,98	9,27	-331	8,3
15.12.2023	Top 2. MET +2 St.	37,8	8,64	37,8	24,9	-291	24,1
15.12.2023	Bottom 2. MET +2 St.	38,1	8,67	34,9	23,1	-300	22,4
15.12.2023	Top 2. MET +4 St.	26,4	8,63	39,1	25,7	-290	25
15.12.2023	Bottom 2. MET +4 St.	26,5	8,68	34,8	23,1	-335	22,5
16.12.2023	Top 2. MET +24 St.	22,3	8,63	37,9	25	-288	24,2
16.12.2023	Bottom 2. MET +24 St.	22,4	8,64	36,1	23,8	-295	23,1
17.12.2023	Top 2. MET +48 St.	21,5	8,59	33,3	22,1	-226	21,1
17.12.2023	Bottom 2. MET +48 St.	21,5	8,65	36,9	24,4	-324	23,6

**Anhang 9. Ergebnisse Versuch 4– Behälter 1.**

Date	Sample	Parameter					
		Temperature (°C)	pH	Conductivity (mS/cm)	TDS (ppt)	REDOX (mV)	Salinity (ppt)
11.01.2024	Top Raw	19,2	8,79	15,87	10,52	n.d.	9,43
11.01.2024	Bottom Raw	19	8,78	15,9	10,52	n.d.	9,41
11.01.2024	Top MET +2 St.	36,3	8,66	19,75	12,83	-275	11,9
11.01.2024	Bottom MET +2 St.	37	8,69	16,93	11,18	-306	10,18
11.01.2024	Top MET +4 St.	25,3	8,66	19,98	12,19	-290	13,18
11.01.2024	Bottom MET +4 St.	25,8	8,73	16,72	10,03	-335	11,03
12.01.2024	Top MET +21 St.	21	8,61	18,2	10,93	-313	12,01
12.01.2024	Bottom MET +21 St.	21,2	8,68	17,25	10,48	-294	11,49
12.01.2024	Top 2. MET +2 St.	37,1	8,66	21,5	14,3	-266	13,22
12.01.2024	Bottom 2. MET +2 St.	37,4	8,63	18,65	12,45	-324	11,36
12.01.2024	Top 2. MET +4 St.	26,7	8,42	24,5	16,3	-335	15
12.01.2024	Bottom 2. MET +4 St.	26,8	8,54	22,7	14,9	-310	13,8
13.01.2024	Top 2. MET +24 St.	22,1	8,51	18,92	12,49	-297	11,35
13.01.2024	Bottom 2. MET +24 St.	22,3	8,6	21,1	13,9	-339	12,9
14.01.2024	Top 2. MET +48 St.	21,8	8,6	14,6	9,7	-254	8,72
14.01.2024	Bottom 2. MET +48 St.	21,8	8,66	22,5	14,8	-349	17,7

**Anhang 10.** Ergebnisse Versuch 4 – Behälter 2.

Date	Sample	Parameter					
		Temperature (°C)	pH	Conductivity (mS/cm)	TDS (ppt)	REDOX (mV)	Salinity (ppt)
11.01.2024	Top Raw	19,5	8,77	13,12	8,69	n.d.	7,77
11.01.2024	Bottom Raw	19,3	8,75	12,84	8,49	n.d.	7,47
11.01.2024	Top MET +2 St.	35,5	8,64	17,17	11,4	-287	10,44
11.01.2024	Bottom MET +2 St.	35,9	8,68	13,98	9,22	-317	8,27
11.01.2024	Top MET +4 St.	26,1	8,68	19,16	11,49	-289	12,68
11.01.2024	Bottom MET +4 St.	26,4	8,73	14,26	8,42	-319	9,41
12.01.2024	Top MET +21 St.	22,2	8,6	19,21	11,53	-321	12,67
12.01.2024	Bottom MET +21 St.	22,3	8,69	14,89	8,8	-337	9,84
12.01.2024	Top 2. MET +2 St.	36,8	8,7	19,4	12,83	-277	11,67
12.01.2024	Bottom 2. MET +2 St.	37,1	8,7	16,4	10,84	-260	10,84
12.01.2024	Top 2. MET +4 St.	28,7	8,43	21,3	14,1	-336	13,1
12.01.2024	Bottom 2. MET +4 St.	29	8,54	19,04	12,55	-343	11,42
13.01.2024	Top 2. MET +24 St.	22,3	8,48	20,4	13,4	-332	12,4
13.01.2024	Bottom 2. MET +24 St.	22,5	8,6	18,74	12,43	-349	11,35
14.01.2024	Top 2. MET +48 St.	21,9	8,63	14,1	9,33	-280	8,34
14.01.2024	Bottom 2. MET +48 St.	21,8	8,68	19,52	12,88	-351	11,91

**Anhang 3. Ergebnisse von FKM Buster Labor – Wassergehalt**

• Erster Versuch

	T1		T2	
	Top	Bottom	Top	Bottom
Raw	90,2	90,2	98	98
MET + 24 St.	45,6	92,7	60,4	94,6
2. Raw	91,7	91,7	92,5	92,5
2. MET +24 St.	40,3	97,1	56,7	98,3
2. MET +96 St.	2,2	-	63,7	-

• Zweiter Versuch

	T1		T2	
	Top	Bottom	Top	Bottom
Raw	75,6	86,9	62,2	84,8
MET + 2 St.	72,8	86	71,8	83,7
MET + 4 St.	68,5	98,5	74,1	85,2
MET + 24 St.	71,5	76,6	61,7	77,4
MET + 48 St.	60,9	-	64,3	-
MET + 96 St.	57,1	87,2	58,8	82,3
2. Raw	63,7	74,2	61,2	75,1
2. MET + 2 St.	81,3	-	75,9	-
2. MET + 24 St.	69,1	-	60,5	-
2. MET + 96 St.	62	-	60,7	-

• Dritter Versuch

	T1		T2	
	Top	Bottom	Top	Bottom
Raw	40,2	42,9	41,3	46,4
MET + 2 St.	49,8	45,5	49,7	40,8
MET + 4 St.	51,6	50,9	49,4	41,3
MET + 21 St.	47,6	40,6	60,9	43,4
2. MET + 2 St.	56,6	46,7	60,7	46,2
2. MET + 4 St.	55,1	48,7	64,2	46,7
2. MET + 24 St.	53,7	49,6	55	54,2
2. MET + 48 St.	43,1	47,6	52,3	49,1

- Vierter Versuch

	T1		T2	
	Top	Bottom	Top	Bottom
<b>Raw</b>	43,7	41,9	42,7	41,7
<b>MET + 2 St.</b>	53,4	42,1	57,8	53,4
<b>MET + 4 St.</b>	67,3	42,7	64	45,5
<b>MET + 21 St.</b>	48,5	40	62,7	48,7
<b>2. MET + 2 St.</b>	53,4	45,6	65,2	60,1
<b>2. MET + 4 St.</b>	51,4	60,4	67,2	51,5
<b>2. MET + 24 St.</b>	49,9	53,1	53,1	46,4
<b>2. MET + 48 St.</b>	42,4	58,7	48,1	51,7