

**Gebrauchsanweisung**

**DE**

**Operating manual**

**EN**

**Manuel de l'utilisateur**

**FR**

# ***PUREval MX-G***

Glassäule für Labortests mit Ionenaustauschernharzen

Glass column for laboratory tests with ion exchange resins

Colonne en verre pour tests de laboratoire avec échangeurs d'ions

**1 Allgemeines / Sicherheitshinweise**

1.1 Allgemeine Hinweise .....	2
1.2 Einsatzgebiet.....	2
1.3 Sicherheitshinweise .....	2
1.4 Sicherheitsvorschriften.....	3
1.5 Haftungsausschluss.....	3
1.6 Spezifische Sicherheits- und Arbeitshinweise.....	4

**2 Systemübersicht**

2.1 Aufbau des Ionenaustauschersäule.....	5
2.2 Technische Daten .....	6
2.2.1 Physikalische Daten .....	6
2.2.2 Ausführungen .....	6

**3 Installationshinweise / Bedienung**

3.1 Aufstellen der Glassäule .....	7
3.2 Einfüllen der Harze .....	7
3.3 Vermeiden von Lufteinschlüssen / Austreiben von Luftblasen.....	7
3.4 Entfernen der Harze.....	7
3.5 Reinigung und Pflege .....	8
3.6 Betrieb der Säule nach dem Schwerkraftprinzip.....	8
3.7 Betrieb der Säule mit Pumpendruck .....	9

**4 Laborversuche mit Ionenaustauschern**

4.1 Versuchsaufbau .....	10
4.2 Lagerung der Harze.....	10
4.3 Verwendung der Harze für wasserfreie Anwendungszwecke .....	10
4.4 Spülen .....	10
4.5 Vorbehandlung.....	10
4.6 Harzvolumen.....	11
4.7 Rückspülen.....	11
4.8 Empfohlene Zeit- und Durchflussparameter .....	11
4.9 Beprobung .....	12
4.10 Prozessparameter .....	12
4.11 Betrieb im Laborversuch .....	12
4.12 Regeneration.....	13
4.13 Vorteile der Labortests .....	13

# Kapitel 1 - Allgemeines / Sicherheitshinweise

## 1.1 Allgemeine Hinweise

Die Ionenaustauschersäule PURVEval MX-G dient dem Betrieb von Ionenaustauscherharzen und Adsorberharzen im Labormaßstab.

Die Funktionsteile sind aus hochwertigen Kunststoffteilen hergestellt. Die Ionenaustauschersäule besteht aus druckfestem Borosilikatglas, alle Gummiteile aus alterungsbeständigen Elastomeren. Die verwendeten Materialien entsprechen den anerkannten Regeln der Technik.

Jede Person, die mit dieser Ionenaustauschersäule arbeitet, muss zuvor diese Betriebsanleitung vollständig lesen und die aufgeführten Hinweise beachten und anwenden.

Neben der Betriebsanleitung sind die aktuell und lokal geltenden Regelungen zur Unfallverhütung und für sicherheits- und fachgerechtes Arbeiten zu beachten.

Diese Betriebsanleitung muss ständig am Einsatzort verfügbar sein.

## 1.2 Einsatzgebiet

Die Ionenaustauschersäule dient der Aufbereitung von flüssigen Prozessmedien mittels Ionenaustauscherharzen. Die Ionenaustauschersäule ist nur für technische Zwecke und nicht für Aufbereitung von Flüssigkeiten für den menschlichen Genuss geeignet.

## 1.3 Sicherheitshinweise

Bitte lesen Sie vor der Inbetriebnahme des Gerätes diese Betriebsanleitung aufmerksam durch und befolgen Sie die Anweisungen. Die Bedienungsanleitung ist jederzeit griffbereit aufzubewahren.

Personen- und Sachschäden, die durch Nichtbeachtung dieser Betriebsanleitung entstehen, sind durch das Produkthaftungsgesetz nicht abgedeckt. Für sonstige Schäden, die durch die Nichtbeachtung dieser Bedienungsanleitung entstehen, übernimmt der Hersteller keine Haftung.

Sicherheitshinweise warnen vor Gefahren und helfen Personen- und Sachschäden zu vermeiden. Zu Ihrer eigenen Sicherheit ist die Einhaltung der Sicherheitshinweise dieser Bedienungsanleitung unbedingt erforderlich.

Die jeweils gültigen nationalen und internationalen Sicherheitsvorschriften sind einzuhalten.

Jeder Bediener / Betreiber ist für die Einhaltung der für ihn geltenden Vorschriften selbst verantwortlich und muss sich selbstständig um die jeweils neusten Vorschriften bemühen.

#### 1.4 Sicherheitsvorschriften

Die Verwendung der Ionenaustauschersäule darf nur durch Fachpersonal erfolgen.

Für die Wartung bzw. den Tausch der Verbrauchsmittel der Anlage sind die Vorgaben des jeweiligen Herstellers einzuhalten.

Bei Umbauten am Gerät erlischt die Gewährleistung des Herstellers.

Für Schäden, die durch eine unsachgemäße Inbetriebnahme entstehen, übernimmt der Hersteller keine Haftung.

Das Gerät darf nicht in explosionsgefährdeten Räumen betrieben werden.

Die Gerät darf nur in einwandfreiem Zustand in Betrieb genommen werden.

Die Gerät darf nur für die Behandlung von flüssigen Prozessmedien eingesetzt werden.

Kontrollieren Sie die Ionenaustauschersäule vor Inbetriebnahme auf eventuelle Beschädigungen.

Der bestimmungsgemäße Gebrauch innerhalb der Leistungsgrenzen muss sichergestellt werden.

Vor allen Reparaturarbeiten ist die Säule unbedingt von jeglicher Medienzufuhr zu trennen, etwaige Flüssigkeiten sind fachgerecht zu entsorgen und die Säule mit vollentsalztem Wasser durchzuspülen.

Beschädigte Ionenaustauschersäulen sind unverzüglich außer Betrieb zu setzen. Lassen Sie defekte oder beschädigte Säulen nur durch vom Hersteller autorisierte Fachkräfte reparieren. Dies geschieht in Ihrem eigenen Interesse. Sie beugen somit mangelhaften Reparaturen und möglichen Personenschäden vor.

#### 1.5 Haftungsausschluss

Der Gebrauch muss genau nach den Angaben in diesem Handbuch ausgeführt werden. Der Hersteller haftet nicht für etwaige Schäden, einschließlich Folgeschäden, die aus falscher Installation oder falschem Gebrauch des Produktes entstehen können.

### 1.6 Spezifische Sicherheits- und Arbeitshinweise

Die Ionenaustauschersäule PUREval MX-G ist nur für technische Anwendungen geeignet. Keine Flüssigkeiten für den menschlichen Genuss mit der Anlage aufbereiten.

Bitte beachten Sie die herstellerspezifischen Sicherheitsdatenblätter für das Ionenaustauscherharz und für sämtliche Säuren und Laugen, die Sie für den Betrieb der Anlage verwenden.

Das für die Ionenaustauschersäule verwendete Borosilikatglas entspricht gemäß DIN 12116 der Säurebeständigkeitsklasse 1 und gemäß DIN ISO 695 der Laugenbeständigkeitsklasse 2. Flusssäure, konzentrierte Phosphorsäure und starke Laugen bei gleichzeitigem Auftreten von Temperaturen > 100 °C können die Glasoberfläche schädigen.

Während des Betriebs darf die Ionenaustauschersäule nicht geöffnet oder demontiert werden. Die Säule darf ohne vorherige Druckentlastung nicht geöffnet werden.

Schützen Sie die Säule vor Sonneneinstrahlung und mechanischen Beschädigungen. Nicht in der Nähe von Hitzequellen und offenem Feuer verwenden.

Bei Verwendung von Trinkwasser aus dem Leitungsnetz muss an dem Eingangsanschluss entsprechend der Europäischen Norm DIN EN 1717 eine Sicherheitsarmatur montiert werden.

Ist der eingangsseitige Wasserdruck größer als 2,5 bar, muss zwingend ein Druckminderer vor der Ionenaustauschersäule verbaut werden.

Zur Vermeidung von Verunreinigungen durch Partikel empfehlen wir die Installation eines Filters < 100 µm vor der Ionenaustauschersäule.

Die Installation aller Teile ist entsprechend der länderspezifischen Richtlinien durchzuführen.

Die Ionenaustauschersäule ist innerhalb der angegebenen Umgebungstemperaturen zu betreiben.

**Achtung bei Frost:** Nach erfolgter Inbetriebnahme ist die Lagerung und der Transport wassergefüllter Systeme unter 4°C zu vermeiden. Frost kann die Anlage zerstören.

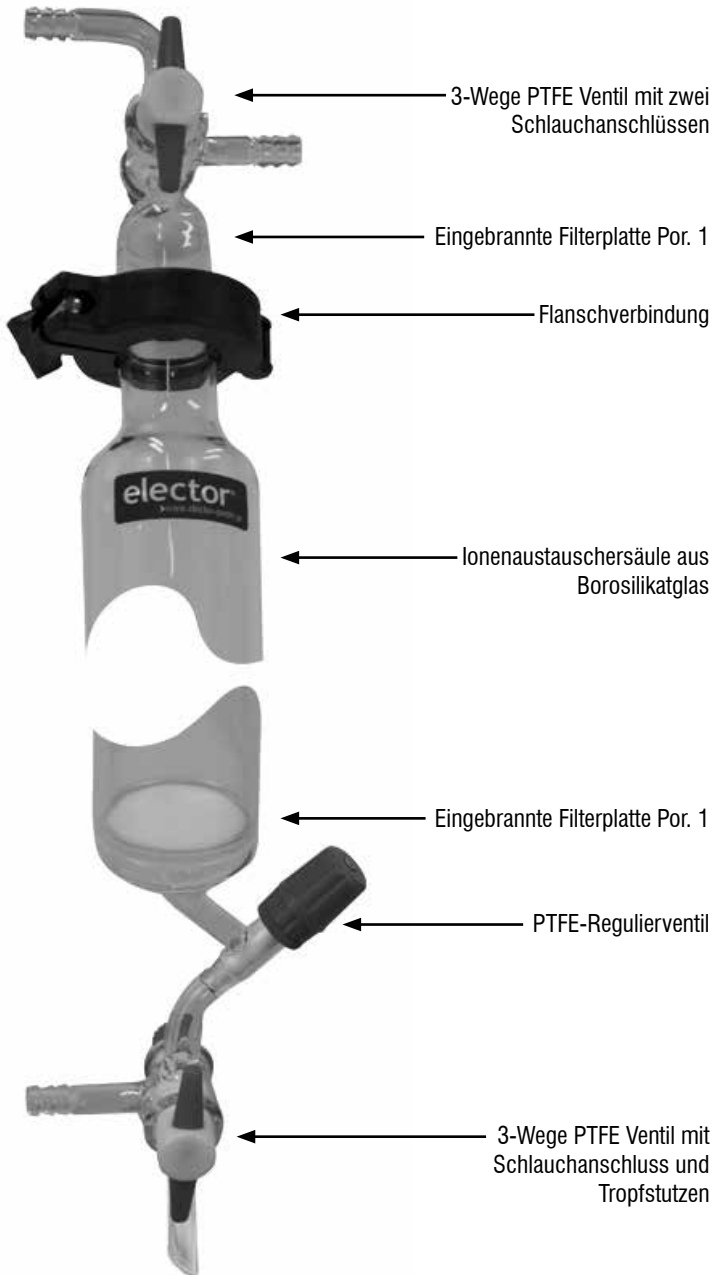
Die mit der Ionenaustauschersäule aufbereiteten Flüssigkeiten müssen gemäß den Vorgaben der Hersteller und den örtlichen Bestimmungen entsorgt werden.

Der übliche Umgang gemäß „Guter Laborpraxis“ mit Laborgeräten aus Glas wird vorausgesetzt.

Das Bedienpersonal darf die Ionenaustauschersäule nur mit einer geeigneten Schutzausrüstung bedienen.

## Kapitel 2 - Systemübersicht

### 2.1 Aufbau der Ionenaustauschersäule



## 2.2 Technische Daten

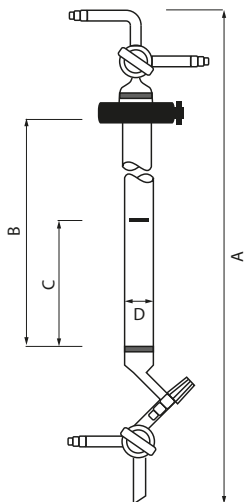
### 2.2.1 Physikalische Daten

Betriebsdruck.....1,5 bar bei 20°C  
 empf. Betriebs- / Wassertemperatur .....5 - 90°C  
 Umgebungs- und Lagertemperatur bei  
 in Betrieb genomener Säule .....4 - 30°C  
 Wasserbeständigkeitsklasse (DIN ISO 719).....Klasse 1  
 Säureklasse (DIN 12 116) .....Klasse 1  
 Laugenklasse (DIN ISO 695) .....Klasse 2  
 Schlauchanschluss – Ø außen.....10 mm  
 Tropfstutzen – Ø außen .....10 mm  
 Flanschöffnung – Ø innen.....25 mm  
 Betriebslage .....vertikal

Material.....Borosilikat Laborglas

### 2.2.2 Ausführungen

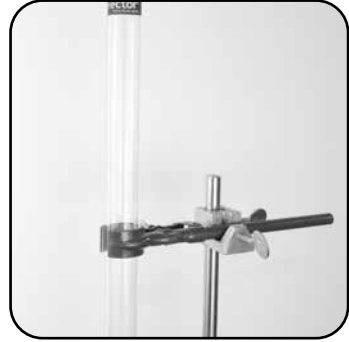
Bezeichnung	empfohlene Harzmenge	A (mm)	B (mm)	C (mm)	D (mm)	Artikel Nr.
PUREval MX-G 100	100 ml	515	240	120	32	42154
PUREval MX-G 250	250 ml	615	340	170	43,4	42150
PUREval MX-G 500	500 ml	695	420	210	55,6	42151



## Kapitel 3 - Installationshinweise / Bedienung

### 3.1 Aufstellen der Glassäule

Die Ionenaustauschersäule PUREval MX-G nur in vertikaler Lage betreiben. Wir empfehlen den Betrieb der Glassäule unter Verwendung eines Laborstativsystems mit Stativklammern.



### 3.2 Einfüllen der Harze

Vor dem Einfüllen der Harze sollte die Ionenaustauschersäule bereits an einer geeigneten Befestigung vertikal angebracht sein.

Schließen Sie das Regulierventil am Auslauf der Säule, demontieren Sie die Flanschklamme und nehmen Sie den oberen Teil der Säule ab.

Geben Sie Vorlagewasser in die Säule und achten Sie darauf, dass die eingefüllten Harze vollständig mit dem Vorlagewasser bedeckt sind. Mit Hilfe eines geeigneten Trichters können Sie die Ionenaustauscherharze durch die Flanschöffnung mit 25 mm Innendurchmesser einfüllen.



Reinigen Sie zum Vermeiden von Undichtigkeiten die Dichtung und Dichtfläche der Flanschklamme.

### 3.3 Vermeiden von Lufteinschlüssen / Austreiben von Luftblasen

Zum Vermeiden von Lufteinschlüssen im Harzbett sollten Sie darauf achten, dass die Harze stets mit genügend Vorlagewasser bedeckt sind. Zudem sollten einmal eingefüllte Harze nicht trockenlaufen, sondern stets unter Flüssigkeit gehalten werden. Zum Austreiben von Luftblasen kann die Säule im Gegenstromprinzip mit geringer Durchströmung betrieben werden.

### 3.4 Entfernen der Harze

Zum Entfernen der Harze sollten Sie zunächst die Säule trockenlaufen lassen und mit vollentsalztem Wasser ausspülen. Demontieren Sie danach den oberen Flansch und entfernen Sie die Säule von der Stativklamme.

Montieren Sie an dem unteren Schlauchanschluss einen Schlauch, durch welchen Sie Wasser leiten können. Drehen Sie die Säule entgegen der normalen Betriebsrichtung, sodass die Flanschöffnung nach unten zeigt. Geben Sie Wasserdruck auf den Schlauch und spülen Sie die Säule mit Wasser aus. Fangen Sie die Ionenaustauscherharze auf, sodass Sie diese fachgerecht entsorgen können.



### 3.5 Reinigung und Pflege

Die Filter und die Säule sollten vor der ersten Verwendung von Staub und Schmutzpartikeln gereinigt werden. Hierzu wird heiße Salzsäure und anschließend destilliertes Wasser durch die Säule und die Filterplatten geführt.

Die Säule sollte stets nach ihrem Einsatz gereinigt werden. Wenn die Filterplatten sauber sind, ist eine Reinigung der Oberflächen mit destilliertem Wasser ausreichend. Wenn die Filterplatten verunreinigt sind, sollte in umgekehrter Betriebsrichtung eine chemische Reinigung mit Lösungsmitteln oder einer geeigneten Spüllösung erfolgen. Dabei muss ein Spüldruck  $> 2,5$  bar unterbunden werden. Anschließend wird die Säule in normaler Betriebsrichtung von oben nach unten mit Durchblasen von reiner Luft getrocknet und zusätzlich gereinigt.

Zum Vermeiden eines Glasbruches sind schnell wechselnde Temperaturen zu vermeiden.

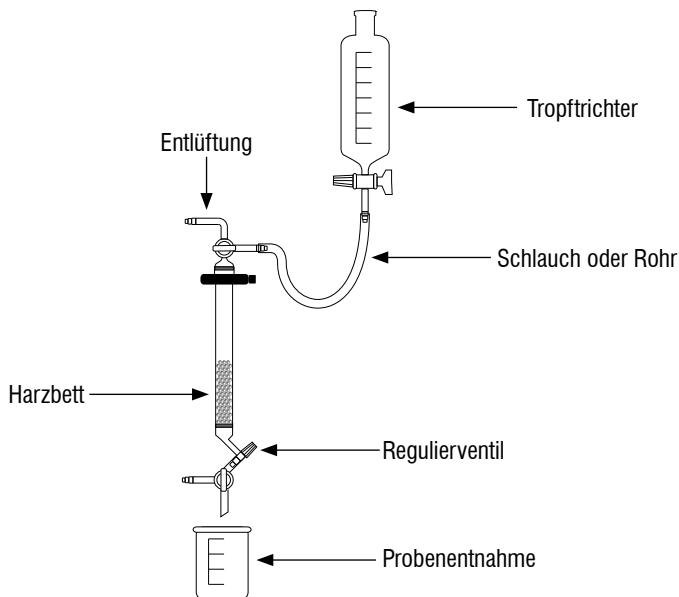
Hinweis: Bei Verwendung von heißer konzentrierter Phosphorsäure, Flusssäure und heißen Laugen ist eine Porenvergrößerung der Filterplatten unvermeidbar. Diese Mittel greifen die Glasoberfläche an und sind daher als Reinigungsmittel ungeeignet.

### 3.6 Betrieb der Säule nach dem Schwerkraftprinzip

Die Labortests mit der Ionenaustauschersäule können drucklos nach dem Schwerkraftprinzip durchgeführt werden.

Der Betrieb der Säule beschränkt sich damit auf den Gleichstrom-Betrieb mit Gleichstrom-Regeneration.

Folgende Skizze zeigt einen beispielhaften Aufbau des Säulenbetriebs nach dem Schwerkraftprinzip.

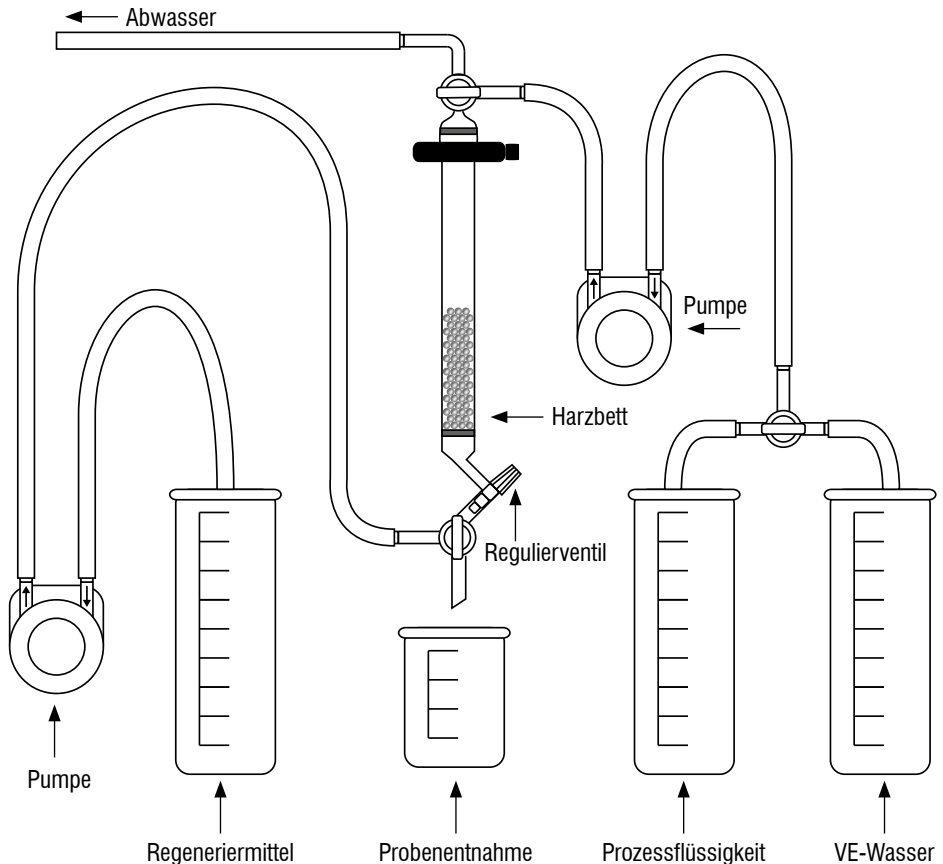


### 3.7 Betrieb der Säule mit Pumpendruck

Zur Simulation realer Prozessanwendungen erlaubt die PUREval MX-G Ionenaustauschersäule einen Testaufbau mit Pumpenbetrieb.

Dadurch lassen sich verschiedene Betriebs- und Regenerationsvarianten darstellen, wie Gleichstrom-Gleichstrom, Gleichstrom-Gegenstrom oder Schwebebettbetrieb.

Folgende Skizze zeigt einen beispielhaften Aufbau des Säulenbetriebs mit Pumpenbetrieb.



## Kapitel 4 - Laborversuche mit Ionenaustauschern

Der Laborversuch mit Ionenaustauscherharzen dient der Entwicklung oder Optimierung industrieller Prozesse. Aus diesem Grund sollte der experimentelle Betrieb der Labor-Ionenaustauscheranlage die realen Betriebsverhältnisse so gut wie möglich simulieren.

### 4.1 Versuchsaufbau

Je nach Versuchszweck kann die Ionenaustauschersäule entweder nach dem Schwerkraftprinzip oder mit Pumpen betrieben werden.

Falls die Ionenaustauschersäule nach dem Schwerkraftprinzip betrieben wird, sollte der Zuführschlauch in U-Form verlegt werden, sodass der tiefste Punkt des Schlauchbogens kurz oberhalb des Harzbettes liegt. Dies verhindert ein Austrocknen des Harzbettes. Der Einsatz von Pumpen erlaubt einen komfortablen und realitätsnahen Versuchsablauf.

Unabhängig von der Betriebsart sollten ausreichend Prozessflüssigkeit, Regenerationsmittel und vollentsalztes Wasser bereitgestellt werden.

### 4.2 Lagerung der Harze

Sollten die Ionenaustauscherharze vor Versuchsdurchführung eingelagert werden, verschließen Sie den Lagerbehälter dicht gegen die Atmosphäre und lassen Sie die Harze nicht austrocknen. Vermeiden Sie direkte Sonneneinstrahlung sowie warme oder kalte Temperaturen.

### 4.3 Verwendung der Harze für wasserfreie Anwendungszwecke

Sollten die Harze in einem wasserfreien Anwendungsbereich eingesetzt werden, so müssen die Harze für beste Ergebnisse in trockener Form bereitgestellt werden. Dadurch wird eine Kontamination des behandelten Produkts mit Wasser vermieden. Harzmuster, welche Sie in hydrierter Form erhalten haben, sollten mit geeigneten Lösungsmitteln, wie Aceton oder Alkohol, vorbehandelt werden, insofern es der spezifische Prozess erlaubt.

### 4.4 Spülen

Die Harze sollten stets vor der Verwendung mit vollentsalztem Wasser gespült werden, um auswaschbare Produktions- und Regenerationsrückstände zu entfernen. In den meisten Anwendungen sind 5 - 10 Bettvolumen ausreichend.

### 4.5 Vorbehandlung

Vor der Durchführung des Labortests sollte Ionenaustauscherharze vorbehandelt werden, sodass eine vollständige Hydrierung und Quellung des Polymers gewährleistet ist. Wenn nicht aus technischen Gründen anders notwendig, sollte das Polymer stets vollständig aufgequollen und durchwässert sein.

Ionenaustauscherharze sollten nie in eine trockene Säule eingefüllt werden. Etwa die Hälfte oder ein Drittel der Säule sollte mit vollentsalztem Wasser befüllt sein, bevor das vorbehandelte Ionenaustauscherharz in die Säule eingefüllt wird.

Die Bethöhe sollte entsprechend der verwendeten Ionenaustauschersäule mindestens der Position des Eichstriches entsprechen.

#### 4.6 Harzvolumen

Die PUREVAL MX-G Ionenaustauschersäulen sind je nach Ausführung für unterschiedliche Harzvolumen ausgelegt.

Wenn die Ionenbelastung der Eingangsflüssigkeit sehr gering ist, wird eine große Menge an Testflüssigkeit benötigt, bis das Harzbett erschöpft ist. Dadurch wird der Zeitbedarf je Testlauf stark erhöht. Bei geringen Ionenbelastungen sollten ggf. Vorversuche mit geringeren Harzmengen durchgeführt werden.

#### 4.7 Rückspülen

Sobald die Ionenaustauschersäule mit Harz befüllt ist, sollte das Harz im Gegenstromprinzip mit vollentsalztem Wasser für eine Zeit von 10 - 15 Minuten rückgespült werden. Dieser Vorgang wird als Klassieren bezeichnet. Das Harzbett dehnt sich aus, größere Partikel ordnen sich unten an und leichte kleine Partikel steigen nach oben.

Nach dem Rückspülen sollte das Harzbett für etwa 5 Minuten ruhen, damit es sich ideal absetzen kann.

Nach dem Rückspülvorgang wird sich das Harzbett je nach Partikelgrößenverteilung etwas vergrößern. Die Höhe des Harzbettes bzw. das Bettvolumen (BV) sollten Sie für nachfolgende Berechnungen notieren.

Im nächsten Schritt sollte die Säule soweit entleert werden, bis nur noch eine Schicht von 1 cm Wasser über dem Harzbett vorhanden ist. Danach kann damit begonnen werden, die Probenflüssigkeit in die Säule einzufahren.

Nutzen Sie das Regulierventil am unteren Ende der Säule um die Durchflussrate durch das Harzbett zu regulieren.

#### 4.8 Empfohlene Zeit- und Durchflussparameter

Parameter	
Harzvolumen	100 - 500 ml
Harzbethöhe (minimal)	Je nach Säulentyp 120, 170 bzw. 210 mm.
Durchflussrate Normalbetrieb	2 - 50 BV / h ( 8 - 20 BV / h typisch)
Durchflussrate Regeneration	2 - 6 BV / h (2 BV / typisch)
Kontaktzeit Regenerationsmittel	15 - 60 Minuten ( $\geq 30$ Minuten werden empfohlen)
Langsame Verdrängungsspülung	1 - 2 BV
Finales Ausspülen	2 - 10 BV

Bezüglich der Art der Regenerationschemikalien, deren Konzentration und Menge sowie für andere technische Details sollten Sie Ihren Harzhersteller konsultieren.

#### 4.9 Beprobung

Während der Versuchsdurchführung sollten Sie das Harz routinemäßig testen um, wenn notwendig, Anpassungen am pH-Wert vornehmen zu können. Im aufbereiteten Wasser kann der pH-Wert stark abfallen, wodurch Alkalität, Durchbruchverhalten, Schlupf und Harzkapazität stark beeinflusst werden. Regelmäßige Beprobung der aufbereiteten Flüssigkeit gibt darüber hinaus notwendige Auskunft über die Beladung der Säule.

Die Proben sollte nicht aus dem Sammelbehälter, sondern zum Zeitpunkt der Probenentnahme an dem Tropfstutzen der Ionenaustauschersäule entnommen werden. So können Sie exakte Durchbruchkurven aufzeichnen.

#### 4.10 Prozessparameter

Je nach Anwendung variieren die idealen Prozessbedingungen weit voneinander. Bei Prozessen, die noch nicht vollständig entwickelt sind oder für die keine Erfahrungswerte existieren, sollte zunächst die optimale spezifische Durchflussrate im Rahmen des Laborversuchs ermittelt werden.

In den meisten Anwendungen mit geringer Beladung und konventionellen Ionenaustauschern kann die Durchflussrate auf einem Niveau bis 50 BV/h liegen. Oftmals werden sogar höhere Durchflussraten verwendet. In speziellen Prozessanwendungen, insbesondere bei Anwendungen mit Selektivtauscherharzen, sollten die Durchflussraten auf einem Niveau von 1 - 10 BV/h liegen.

Um eine maximale Regeneration der Harze zu erreichen wird der Regenerationsvorgang stets bei geringen Durchflussraten von 1 - 6 BV/h durchgeführt. Der Regenerationsvorgang ist gefolgt von einer langsamen Verdrängungsspülung und einem finalen Ausspülen um eine bestmögliche Entfernung des Regeneriermittels zu gewährleisten.

In wasserfreien Prozessanwendungen wird das Harz meist wässrig regeneriert. In diesem Fall muss das Prozessmedium zunächst mit Wasser verdrängt werden. Dieser Vorgang wird mit „Absüßen“ (Sweetening off) und nach der Regeneration, wenn Wasser wieder mit dem Prozessmedium verdrängt wird, als „Aufsüßen“ (Sweetening on) bezeichnet. Diese Begriffe stammen aus der Zuckerindustrie, in welcher Ionenaustauscherharze und Absorberharze mannigfaltig genutzt werden.

#### 4.11 Betrieb im Laborversuch

Wenn der Laborversuch gestartet wurde, sollte er nicht unterbrochen oder pausiert, sondern bis zur vollständigen Erschöpfung der Harze vollzogen werden. Das Experiment sollte nicht pausiert werden. Die meisten Ionenaustauschervorgänge sind reversibel und sobald der Durchfluss beendet wird versucht das Harzbett einen Zustand des Equilibriums zu erreichen. Sobald dies passiert können Ionen zurück vom Harz in die Flüssigkeit gelangen. Dies kann eine vorzeitige Erschöpfung der Harze verursachen und zu falschen Testergebnissen führen.

Unter normalen Bedingungen sollte das Harz stets mit Flüssigkeit bedeckt sein. Die Säule sollte niemals so weit entleert werden, dass sich Luftblasen in das Harzbett einschleichen. Luftblasen sind schwer zu entfernen und verschlechtern die Testergebnisse.

Es sollten drei aufeinanderfolgende Zyklen mit reproduzierbaren Ergebnissen durchgeführt werden, bevor irgendwelche Betriebsbedingungen zur Leistungsoptimierung verändert werden.

Normalerweise werden zwei bis drei Testzyklen benötigt, um zuverlässige Ergebnisse zu erzielen.

## 4.12 Regeneration

Es wurden viele verschiedene Abläufe zur Regeneration von Ionenaustauscherharzen entwickelt.

Die einfachste und am meisten verbreitete Methode ist die Gleichstromregeneration. Bei dieser Methode durchströmen das Regenerationsmittel und das Prozessmedium das Harzbett in identischer Richtung.

Der erste Schritt bei der Gleichstromregeneration ist stets ein Rückspülen des Harzes mit vollentsalztem Wasser, um die Kompaktierung des Harzbettes zu lösen und Verunreinigungen zu entfernen. Generell sollte der Eintritt von Partikeln in das Harzbett durch Vorfiltration der Prozesslösung verhindert werden.

Nach dem Rückspülen wird die Regeneration, gefolgt von der langsamen Verdrängungsspülung und dem finalen Ausspülen, durchgeführt.

Eine effektivere Regeneration der Harze kann mit der Gegenstromregeneration erreicht werden. Bei der Gegenstromregeneration durchströmt das Regeneriermittel das Harzbett entgegen der normalen Betriebsrichtung, was einen wesentlich geringeren Schlupf zur Folge hat. Mit der Ionenaustauschersäule PUREval MX-G kann die Gegenstromregeneration mit einer zusätzlichen Pumpe einfach realisiert werden.

Bei der Gegenstromregeneration, die normalerweise im Aufstromprinzip erfolgt, muss eine Verwirbelung der Harze vermieden werden. Die Harze müssen zur Stabilisierung des Harzbettes mit hoher Geschwindigkeit an die obere Filterplatte gefahren werden. Alternativ kann der Freiraum oberhalb des Harzbettes mit Watte oder speziellen Inertharzen aufgefüllt werden.

In Labortests wird stets mit Ionenaustauschern vollentsalztes Wasser zur Verdünnung von Regenerationsmitteln und für die Spülvorgänge verwendet. Dies vereinfacht sowohl die Kapazitätsberechnung und vermeidet darüber hinaus eine zusätzliche Beladung des Harzbettes mit anderen Ionen.

## 4.13 Vorteile der Labortests

Mit durchdachten und kontrollierten Labortests lassen sich eine große Menge an Daten und Erfahrungswerten für individuelle Prozessanwendungen sammeln, bevor ein Ionenaustauschersystem im realen Betrieb implementiert wird.

Die Evaluierung aller einzelnen Schritte unter kontrollierbaren reproduzierbaren Bedingungen ist der zuverlässigste und ökonomisch sinnvollste Weg, um das Verhalten der Ionenaustauscherharze zu bewerten und Erkenntnisse für ein finales Ionenaustauschersystem zu sammeln.

Durch die Laborversuche werden Prozessabläufe proaktiv optimiert. Durch die im Versuch gesammelten Daten können im Vorfeld die Konzentration an Regenerationsmitteln, die Durchflussrate und andere entscheidende Parameter optimiert werden, bevor ein Ionenaustauschersystem im realen Maßstab in Betrieb geht.



**1 General / Safety instructions**

1.1 General information .....	16
1.2 Field of use .....	16
1.3 Safety instructions .....	16
1.4 Safety regulations .....	17
1.5 Disclaimer of liability .....	17
1.6 Specific safety and work instructions .....	18

**2 System overview**

2.1 Structure of the ion exchange column .....	19
2.2 Technical data .....	20
2.2.1 Physical data .....	20
2.2.2 Versions .....	20

**3 Installation instructions / operation**

3.1 Setting up the glass column .....	21
3.2 Filling in the resin .....	21
3.3 Avoiding air inclusion / expelling air bubbles .....	21
3.4 Removal of the resins .....	21
3.5 Cleaning and care .....	22
3.6 Operation of the column according to the principle of gravity .....	22
3.7 Operation of the column with pump pressure .....	23

**4 Laboratory experiments using ion-exchange resins**

4.1 Experimental setup .....	24
4.2 Storage of the resins .....	24
4.3 Use of the resins for water-free applications .....	24
4.4 Rinsing .....	24
4.5 Pretreatment .....	24
4.6 Resin volume .....	25
4.7 Backwash .....	25
4.8 Recommended time and flow parameters .....	25
4.9 Sampling .....	26
4.10 Process parameters .....	26
4.11 Operation in laboratory tests .....	26
4.12 Regeneration .....	27
4.13 Advantages of the laboratory tests .....	27



## Chapter 1 - General / Safety instructions

### 1.1 General information

The ion-exchange column PURVEval MX-G is used to operate ion-exchange resins and adsorber resins on a laboratory scale.

The functional parts are made from high quality plastic parts. The ion exchange column consists of pressure-resistant borosilicate glass, all rubber parts are made of age-resistant elastomers. The materials used correspond to the recognized rules of technology.

Every person who works with this ion-exchange column must read these operating instructions in full beforehand and observe and apply the instructions given.

In addition to the operating instructions, the current and locally applicable regulations for accident prevention and for safe and professional work must be observed.

These operating instructions must always be available on site.

### 1.2 Field of use

The ion-exchange column is used to treat liquid process media using ion-exchange resins. The ion-exchange column is only suitable for technical purposes and not for the preparation of liquids for human consumption.

### 1.3 Safety instructions

Please read these operating instructions carefully before using the device and follow the instructions. The operating instructions must be kept ready to hand at all times.

Personal injury and property damage caused by non-observance of these operating instructions are not covered by the product liability law. The manufacturer assumes no liability for any other damage caused by non-compliance with these operating instructions.

Safety instructions warn of dangers and help to avoid personal injury and property damage. For your own safety, compliance with the safety instructions in these operating instructions is essential.

The applicable national and international safety regulations must be observed.

Each operator is responsible for compliance with the regulations that apply to him and must independently seek the latest regulations.

#### **1.4 Safety regulations**

The ion-exchange column may only be used by qualified personnel.

The specifications of the respective manufacturer must be observed for the maintenance or replacement of the consumables of the system.

The manufacturer's warranty expires if the device is modified.

The manufacturer accepts no liability for damage caused by improper commissioning.

The device must not be operated in potentially explosive areas. The device may only be put into operation if it is in perfect condition.

The device may only be used for the treatment of liquid process media. Check the ion-exchange column for possible damage before commissioning. The intended use within the performance limits must be ensured.

Before any repair work, the column must be disconnected from any media supply, any liquids must be properly disposed and the column must be rinsed with deionized water.

Damaged ion-exchange columns must be put out of operation immediately. Have defective or damaged columns repaired only by specialists authorized by the manufacturer. This is in your own interest. You thus prevent inadequate repairs and possible personal injury.

#### **1.5 Disclaimer of liability**

Use must be carried out exactly as described in this manual. The manufacturer is not liable for any damage, including consequential damage, that may arise from incorrect installation or incorrect use of the product.

### 1.6 Specific safety and work instructions

The PUREval MX-G ion-exchange column is only suitable for technical applications. Do not use the system to process liquids for human consumption.

Please observe the manufacturer-specific safety data sheets for the ion-exchange resin and for all acids and alkalis that you use to operate the system.

The borosilicate glass used for the ion exchange column corresponds to acid resistance class 1 in accordance with DIN 12 116 and alkali resistance class 2 in accordance with DIN ISO 695. Hydrofluoric acid, concentrated phosphoric acid and strong bases when temperatures > 100°C occur at the same time can damage the glass surface.

The ion-exchange column must not be opened or dismantled during operation. The column must not be opened without first releasing pressure.

Protect the column from direct sunlight and mechanical damage. Do not use near sources of heat or open flames.

When using drinking water from the pipe network, a safety fitting must be installed on the inlet connection in accordance with the European standard DIN EN 1717.

If the water pressure on the inlet side is greater than 2.5 bar, a pressure reducer must be installed in front of the ion exchange column.

To avoid contamination by particles, we recommend installing a filter <100 µm in front of the ion exchange column.

All parts must be installed in accordance with the country-specific guidelines. The ion exchange column must be operated within the specified ambient temperatures.

**Beware of frost:** after commissioning, storage and transport of water-filled systems below 4 ° C should be avoided. Frost can destroy the system.

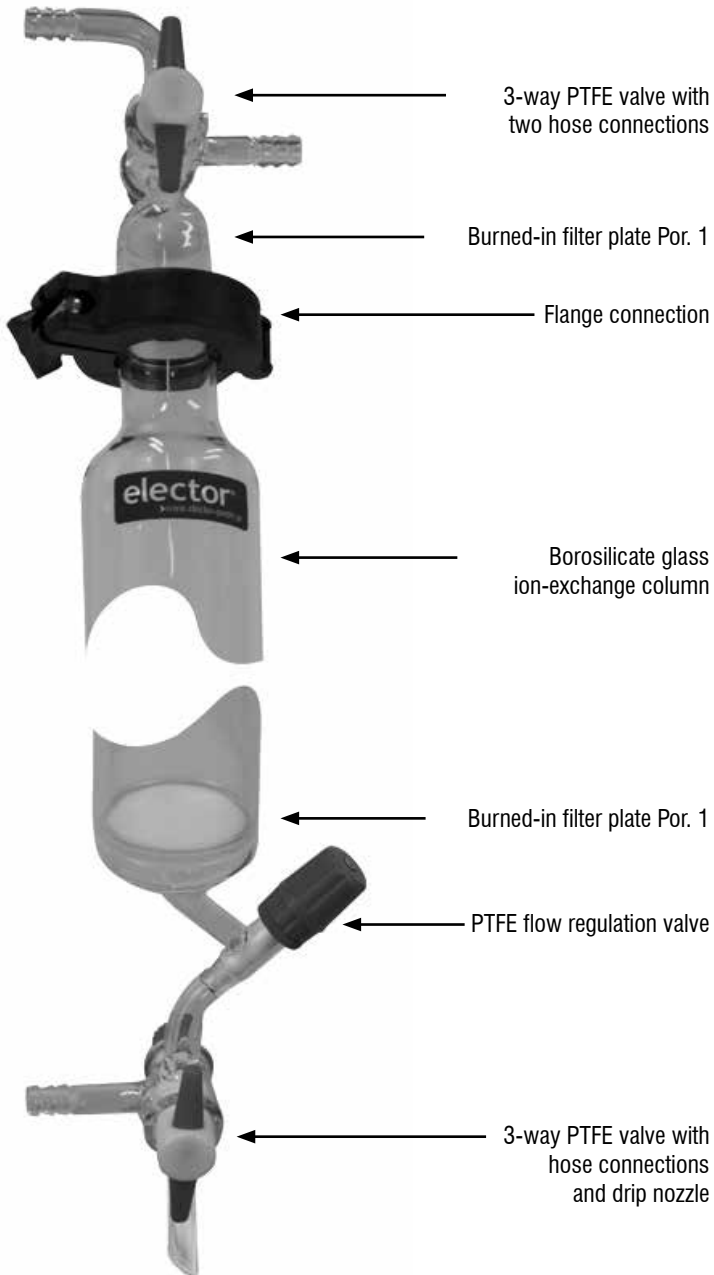
The liquids treated with the ion-exchange column must be disposed of in accordance with the manufacturer's specifications and local regulations.

It is assumed that glass laboratory equipment is used in the normal manner in accordance with "good laboratory practice".

The operating personnel may only operate the ion-exchange column with suitable protective equipment.

## Chapter 2 - System overview

### 2.1 Structure of the ion exchange column



**2.2.2.1 Technical data**

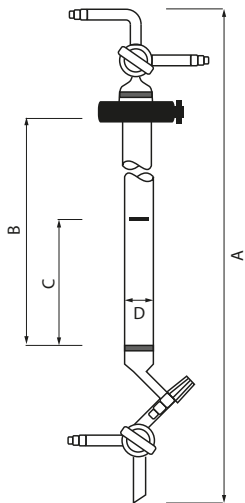
**2.2.1 Physical data**

Operating pressure.....1,5 bar at 20°C  
 recommended operating / water temperature.....5 - 90°C  
 Ambient- and storage temperature  
 for column in use .....4 - 30°C  
 Water resistance class (DIN ISO 719).....Class 1  
 Acid class (DIN 12 116).....Class 1  
 Alkali class (DIN ISO 695).....Class 2  
 Hose connection – Ø outer .....10 mm  
 Drip nozzle – Ø outer .....10 mm  
 Flange opening – Ø inner .....25 mm  
 Operating direction .....vertical

Material.....borosilicate laboratory glass

**2.2.2 Versions**

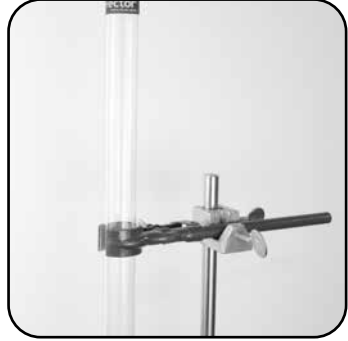
Model	Rec. amount of resin	A (mm)	B (mm)	C (mm)	D (mm)	Articel no.
PUREval MX-G 100	100 ml	515	240	120	32	42154
PUREval MX-G 250	250 ml	615	340	170	43,4	42150
PUREval MX-G 500	500 ml	695	420	210	55,6	42151



## Chapter 3 - Installation instructions / operation

### 3.1 Setting up the glass column

The ion exchange column PUREval MX-G should only be operated in a vertical position. We recommend operating the glass column using a laboratory stand system with stand clamps.



### 3.2 Filling in the resins

Before the resins are filled in, the ion exchange column should already be attached vertically to a suitable bracket.

Close the regulating valve at the outlet of the column, dismantle the flange clamp and remove the upper part of the column.

Add water to the column and make sure that the resins filled in are completely covered with water. Using a suitable funnel, you can fill in the ion exchange resins through the flange opening with an inner diameter of 25 mm.

To avoid leaks, clean the gasket and sealing surface of the flange clamp.



### 3.3 Avoiding air inclusions / expelling air bubbles

To avoid air pockets in the resin bed, you should make sure that the resins are always covered with a sufficient amount of water. In addition, once filled resins should not run dry out, but should always be kept under liquid. To expel air bubbles, the column can be operated using the countercurrent principle with a low flow rate.

### 3.4 Removal of the resins

To remove the resins, you should first let the column run dry and rinse it with deionized water. Then dismantle the upper flange and remove the column from the stand clamp.

Mount a hose on the lower hose connection through which you can lead water. Rotate the column counter to normal operating direction so that the flange opening is facing down. Apply water pressure to the hose and flush the column with water. Catch the ion-exchange resins so that you can dispose it properly.

### 3.5 Cleaning and care

The filters and column should be cleaned of dust and dirt particles before first time use. To do this, hot hydrochloric acid and then distilled water are passed through the column and the filter plates.

The column should always be cleaned after use. If the filter plates are clean, cleaning the surfaces with distilled water is sufficient. If the filter plates are contaminated, chemical cleaning with solvents or a suitable rinsing solution should be carried out in the reverse operating direction. A flushing pressure of  $>2.5$  bar must be prevented. The column is then dried in the normal operating direction from top to bottom with clean air being blown through and additionally cleaned.

Rapidly changing temperatures must be avoided to avoid glass breakage.

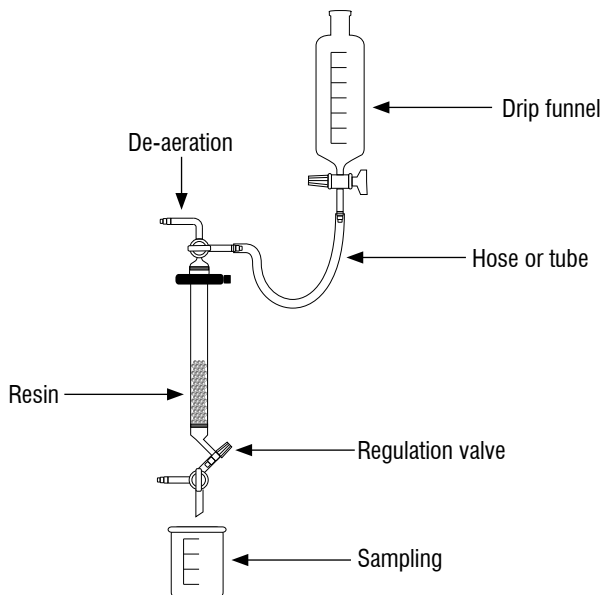
Note: When using hot concentrated phosphoric acid, hydrofluoric acid and hot alkalis, an enlargement of the pores of the filter plates is unavoidable. These agents attack the glass surface and are therefore unsuitable as cleaning agents.

### 3.6 Operation of the column according to the principle of gravity

The laboratory tests with the ion-exchange column can be carried out without pressure according to the gravity principle.

The operation of the column is thus limited to direct current operation with direct current regeneration.

The following sketch shows an exemplary structure of column operation based on the principle of gravity.

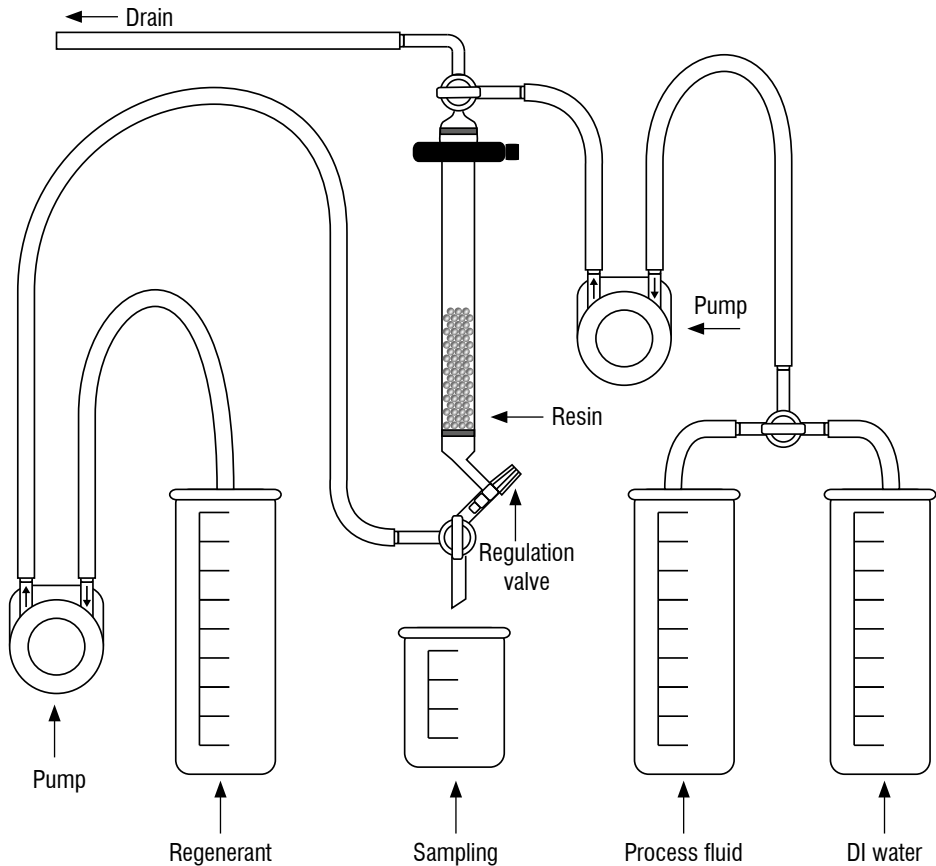


### 3.7 Operation of the column with pump pressure

To simulate real process applications, the PUREval MX-G ion-exchange column allows a test setup with pump operation.

This means that different operating and regeneration variants can be simulated, such as direct current direct current, direct current counter current or floating bed operation.

The following sketch shows an example of the structure of column operation with pump operation.





## Chapter 4 - Laboratory experiments using ion-exchange resins

The laboratory test with ion-exchange resins is used to develop or optimize industrial processes. For this reason, the experimental operation of the laboratory ion-exchange system should simulate the real operating conditions as well as possible.

### 4.1 Experimental setup

Depending on the purpose of the experiment, the ion-exchange column can either be operated according to the gravity principle or with pumps.

If the ion-exchange column is operated according to the gravity principle, the supply hose should be laid in a U-shape so that the lowest point of the hose bend is just above the resin bed. This prevents the resin bed from drying out. The use of pumps allows a comfortable and realistic test procedure.

Regardless of the operating mode, sufficient process fluid, regeneration agent and fully demineralized water should be provided.

### 4.2 Storage of the resins

If the ion-exchange resins are to be stored before the experiment is carried out, seal the storage container tightly against the atmosphere and do not allow the resins to dry out. Avoid direct sunlight and warm or cold temperatures.

### 4.3 Use of the resins for water-free applications

If the resins are to be used in an anhydrous application area, the resins must be provided in dry form for best results. This avoids contamination of the treated product with water. Resin samples that you have received in hydrogenated form should be pretreated with suitable solvents such as acetone or alcohol, insofar as the specific process allows.

### 4.4 Rinsing

The resins should always be rinsed with deionized water before use in order to remove washable production and regeneration residues. In most applications, 5 - 10 bed volumes are sufficient.

### 4.5 Pretreatment

Before performing the laboratory test, ion-exchange resins should be pretreated so that complete hydrogenation and swelling of the polymer is ensured. Unless otherwise required for technical reasons, the polymer should always be completely swollen and soaked.

Ion-exchange resins should never be filled into a dry column. About half or a third of the column should be filled with deionized water before the pretreated ion-exchange resin is poured into the column.

Depending on the ion-exchange column used, the bed height should at least correspond to the position of the calibration mark.

#### 4.6 Resin volume

The PUREVAL MX-G ion-exchange columns are designed for different resin volumes depending on the version.

If the ionic load on the input liquid is very low, a large amount of test liquid is required until the resin bed is exhausted. This greatly increases the time required for each test run. In the case of low ionic loads, preliminary tests with smaller amounts of resin should be carried out if necessary.

#### 4.7 Backwash

As soon as the ion-exchange column is filled with resin, the resin should be backwashed using the countercurrent principle with deionized water for a period of 10-15 minutes. This process is known as classifying. The resin bed expands, larger particles arrange themselves below and light small particles rise upwards.

After backwashing, the resin bed should rest for about 5 minutes so that it can settle ideally.

After the backwashing process, the resin bed will increase somewhat depending on the particle size distribution. You should note the height of the resin bed or the bed volume (BV) for the following calculations.

In the next step the column should be emptied until there is only a 1 cm layer of water above the resin bed. Then you can begin to run the sample liquid into the column.

Use the regulating valve at the bottom of the column to regulate the flow rate through the resin bed.

#### 4.8 Recommended time and flow parameters

Parameter	
Resin volume	100 - 500 ml
Resin bed (minimal)	Depending on the type of column 120, 170 bzw. 210 mm.
Flow rate in normal operation	2 - 50 BV / h ( 8 - 20 BV / h typical)
Flow rate under regeneration	2 - 6 BV / h (2 BV / typical)
Regenerant contact time	15 - 60 minutes ( $\geq 30$ minutes are recommended)
Slow displacement flush	1 - 2 BV
Final rinse	2 - 10 BV

For the nature of the regeneration chemicals, their concentration and quantity, and other technical details, you should consult your resin manufacturer.

#### 4.9 Sampling

During the test, you should routinely test the resin in order to be able to make adjustments to the pH value if necessary. In treated water, the pH value can drop sharply, which has a strong influence on the alkalinity, breakthrough behavior, slip and resin capacity. Regular sampling of the treated liquid

also provides the necessary information about the loading of the column.

The samples should not be taken from the collecting container, but rather at the time of sampling from the drip nozzle of the ion exchange column. Following this principle you can record exact breakthrough curves.

#### 4.10 Process parameters

The ideal process conditions vary widely depending on the application. For processes that have not yet been fully developed or for which no empirical values exist, the optimal specific flow rate should first be determined as part of a laboratory test.

In most low load applications and conventional ion exchangers, the flow rate can be up to 50 BV / h. Even higher flow rates are sometimes used. In special process applications, particularly in applications with selective exchange resins, the flow rates should be at a level of 1 - 10 BV / h. In order to achieve maximum regeneration of the resins, the regeneration process is always carried out at low flow rates of 1 - 6 BV / h. The regeneration process is followed by a slow displacement rinse and a final rinse to ensure the best possible removal of the regenerant.

In water-free process applications, the resin is usually regenerated using water. In this case, the process medium must first be displaced with water. This process is called „sweetening off“ and after regeneration, when water is again displaced with the process medium, called „sweetening on“. These terms come from the sugar industry, where ion-exchange resins and absorber resins are used in a variety of ways.

#### 4.11 Operation in laboratory tests

Once the laboratory test has started, it should not be interrupted or paused, but should be carried out until the resins are completely exhausted. The experiment should not be paused. Most ion-exchange processes are reversible and once the flow is stopped the resin bed tries to reach a state of equilibrium. As soon as this happens, ions can move back from the resin into the liquid. This can cause the resins to run out prematurely and result in incorrect test results.

Under normal conditions the resin should always be covered with liquid. The column should never be emptied so far that air bubbles creep into the resin bed. Air bubbles are difficult to remove and worsen test results.

Three consecutive cycles should be performed with reproducible results before changing any operating conditions to optimize performance.

It typically takes two to three test cycles to get reliable results.

## 4.12 Regeneration

Many different processes have been developed for the regeneration of ion-exchange resins.

The simplest and most common method is DC regeneration. With this method, the regeneration agent and the process medium flow through the resin bed in the same direction.

The first step in cocurrent regeneration is always backwashing the resin with fully demineralized water in order to loosen the compaction of the resin bed and remove impurities. In general, the entry of particles into the resin bed should be prevented by prefiltration of the process solution.

After the backwash, the regeneration is carried out, followed by the slow displacement rinse and the final rinse.

A more effective regeneration of the resins can be achieved with countercurrent regeneration. With countercurrent regeneration, the regenerant flows through the resin bed against the normal operating direction, which results in significantly less slip. With the PUREval MX-G ion exchange column, countercurrent regeneration can be easily implemented with an additional pump.

In the case of countercurrent regeneration, which is normally carried out using the upflow principle, turbulence in the resins must be avoided. In order to stabilize the resin bed, the resins have to be driven to the upper filter plate at high speed. Alternatively, the free space above the resin bed can be filled with cotton wool or special inert resins.

In laboratory tests, deionized water is always used to dilute regeneration agents and for the rinsing processes. This simplifies the calculation of the capacity and also avoids additional loading of the resin bed with other ions.

## 4.13 Advantages of the laboratory tests

With controlled laboratory tests, a large amount of data and experience can be collected for individual process applications before an ion-exchange system is implemented in real operation.

The evaluation of all individual steps under controllable, reproducible conditions is the most reliable and economically sensible way to evaluate the behavior of the ion-exchange resins and to gather knowledge for a final ion-exchange system.

The laboratory tests are used to proactively optimize processes. With the data collected in the experiment, the concentration of regeneration agents, the flow rate and other decisive parameters can be optimized in advance before an ion-exchange system goes into operation on a real scale.



**1 Généralités / Consignes de sécurité**

1.1 Remarques générales.....	30
1.2 Domaine d'utilisation.....	30
1.3 Consignes de sécurité.....	30
1.4 Règles de sécurité.....	31
1.5 Exclusion de responsabilité.....	31
1.6 Consignes de sécurité et de travail spécifiques.....	32

**2 Description du système**

2.1 Structure de la colonne à échangeurs d'ions.....	33
2.2 Caractéristiques techniques.....	34
2.2.1 Données physiques.....	34
2.2.2 Modèles.....	34

**3 Consignes d'installation / Utilisation**

3.1 Installation de la colonne en verre.....	35
3.2 Remplissage des résines.....	35
3.3 Prévention des inclusions d'air / Élimination des bulles d'air.....	35
3.4 Retrait des résines.....	35
3.5 Nettoyage et entretien.....	36
3.6 Utilisation de la colonne selon le principe de la gravité.....	36
3.7 Utilisation de la colonne avec pression de pompage.....	37

**4 Essais en laboratoire avec échangeurs d'ions**

4.1 Installation de test.....	38
4.2 Stockage des résines.....	38
4.3 Utilisation des résines pour des applications sans eau.....	38
4.4 Rinçage.....	38
4.5 Prétraitement.....	38
4.6 Volumes de résine.....	39
4.7 Détassage.....	39
4.8 Paramètres de temps et de flux recommandés.....	39
4.9 Échantillonnage.....	40
4.10 Paramètres du process.....	40
4.11 Utilisation pour un essai en laboratoire.....	40
4.12 Régénération.....	41
4.13 Avantages des essais en laboratoire.....	41

# Chapitre 1 – Généralités / Consignes de sécurité

## 1.1 Remarques générales

La colonne à échangeurs d'ions PUREval MX-G sert à l'utilisation de résines échangeuses d'ions et de résines adsorbantes à l'échelle du laboratoire.

Les pièces fonctionnelles sont fabriquées en plastique haut de gamme. La colonne à échangeurs d'ions est composée de verre borosilicate résistant à la pression et toutes les pièces en caoutchouc sont en élastomères résistants au vieillissement. Les matériaux utilisés sont conformes aux règles techniques reconnues.

Toute personne travaillant avec cette colonne à échangeurs d'ions doit au préalable lire intégralement le manuel de l'utilisateur et respecter et appliquer les consignes mentionnées.

Il convient de respecter en plus du manuel de l'utilisateur les règles en vigueur au niveau local en matière de prévention des accidents, de sécurité au travail et de conformité aux règles de l'art.

Ce manuel de l'utilisateur doit être disponible en permanence sur le lieu d'utilisation.

## 1.2 Domaine d'utilisation

La colonne à échangeurs d'ions sert à préparer des liquides de process à l'aide de résines échangeuses d'ions. La colonne à échangeurs d'ions est réservée aux usages techniques et ne convient pas à la préparation de liquides pour la consommation humaine.

## 1.3 Consignes de sécurité

Lisez attentivement le présent manuel avant la mise en service de l'appareil et respectez les consignes. Ce manuel doit toujours être à portée de main.

Les dommages personnels et matériels résultant du non-respect du présent manuel de l'utilisateur ne sont pas couverts par la loi allemande sur la responsabilité du producteur pour vices de la marchandise (Produkthaftungsgesetz). Le fabricant décline toute responsabilité pour les autres dommages consécutifs au non-respect du présent manuel de l'utilisateur.

Les consignes de sécurité alertent sur les dangers et contribuent à éviter les dommages personnels et matériels. Pour votre propre sécurité, il est impératif de respecter les consignes de sécurité du présent manuel de l'utilisateur.

Les règles de sécurité en vigueur au niveau national et international doivent être respectées.

Chaque utilisateur / exploitant est lui-même responsable du respect des règles qui lui sont applicables et doit s'informer de manière autonome sur l'éventuelle mise à jour de ces règles.



#### 1.4 Règles de sécurité

Seul un personnel qualifié est autorisé à utiliser la colonne à échangeurs d'ions.

Les consignes du constructeur doivent être respectées pour la maintenance et le remplacement des consommables de l'installation.

La garantie constructeur expire en cas de modification de l'appareil.

Le constructeur rejette toute responsabilité concernant les dommages consécutifs à une mise en service incorrecte.

Ne pas utiliser l'appareil dans des locaux soumis à un risque d'explosion. L'appareil ne peut être utilisé que s'il est en parfait état.

L'appareil est réservé au traitement de liquides de process. Avant la mise en service, vérifiez si la colonne à échangeurs d'ions présente d'éventuelles détériorations. Il convient de s'assurer que l'usage est conforme à la destination, dans les limites des performances.

Avant toute réparation, l'alimentation en fluide de la colonne doit être impérativement coupée, les éventuels fluides éliminés dans les règles de l'art et la colonne rincée avec de l'eau déminéralisée.

Les colonnes à échangeurs d'ions endommagées doivent immédiatement être mises hors service.

Les colonnes défectueuses ou endommagées doivent être réparées uniquement par du personnel qualifié agréé par le constructeur. Il en va de votre propre intérêt. Vous éviterez ainsi toute réparation de mauvaise qualité et d'éventuels dommages corporels.

#### 1.5 Exclusion de responsabilité

L'utilisation doit se conformer scrupuleusement aux indications du présent manuel. Le constructeur rejette toute responsabilité pour d'éventuels dommages, y compris consécutifs, dus à une installation incorrecte ou à un mauvais usage du produit.



## 1.6 Consignes de sécurité et de travail spécifiques

La colonne à échangeurs d'ions PUREval MX-G convient uniquement aux applications techniques. L'installation ne doit pas servir à préparer des liquides destinés à la consommation humaine.

Veuillez consulter les fiches de données sécurité du fabricant pour la résine échangeuse d'ions et tous les acides et bases utilisés pour le fonctionnement de l'installation.

Le verre borosilicate utilisé pour la colonne à échangeurs d'ions est conforme à la classe 1 de résistance aux acides de la norme DIN 12 116 et à la classe 2 de résistance aux alcalins de la norme DIN ISO 695. Les acides fluorhydriques, les acides phosphoriques concentrés et les solutions fortement alcalines peuvent endommager la surface du verre si la température excède 100 °C.

La colonne à échangeurs d'ions ne doit pas être ouverte ou démontée pendant l'utilisation. La colonne ne doit pas être ouverte avant décharge préalable de la pression.

Protégez la colonne des rayonnements solaires et des dommages mécaniques. Ne pas utiliser à proximité d'une source de chaleur ou d'un feu ouvert.

Une robinetterie de sécurité doit être installée au niveau du raccord d'entrée en cas d'utilisation d'eau potable du réseau, conformément à la norme européenne DIN EN 1717.

Si la pression de l'eau à l'entrée est supérieure à 2,5 bars, un réducteur de pression doit impérativement être installé en amont de la colonne à échangeurs d'ions.

Pour éviter les impuretés dues à des particules, nous recommandons l'installation d'un filtre <100 µm avant la colonne à échangeurs d'ions.

Tous les éléments doivent être installés en conformité avec les directives spécifiques à chaque pays. La colonne à échangeurs d'ions doit être utilisée dans les limites des températures ambiantes indiquées.

**Attention en cas de gel :** après la mise en service, il faut éviter de stocker et de transporter des systèmes remplis d'eau à une température inférieure à 4 °C. Le gel peut endommager l'installation.

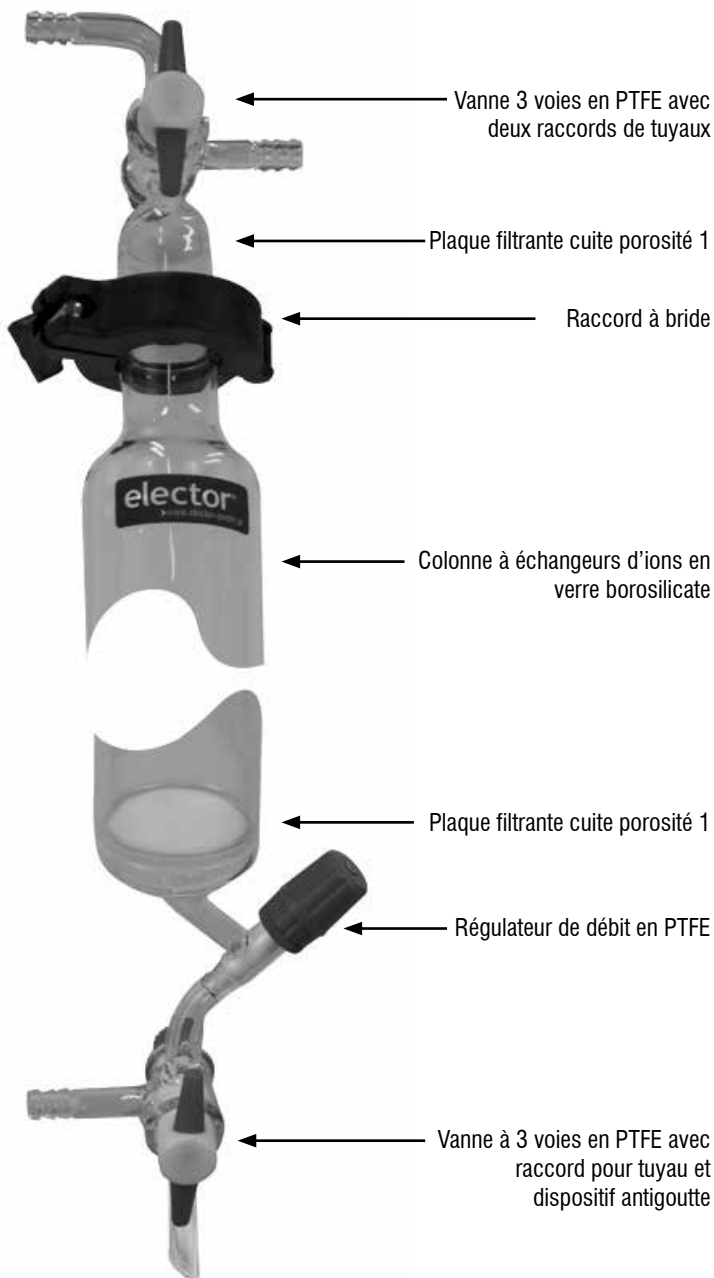
Les liquides préparés avec la colonne à échangeurs d'ions doivent être éliminés en conformité avec les consignes du constructeur et la réglementation locale.

Il va de soi que les bonnes pratiques concernant l'utilisation des appareils de laboratoire en verre doivent être respectées.

Les opérateurs doivent porter un équipement de protection adapté pour manipuler la colonne à échangeurs d'ions.

## Chapitre 2 - Description du système

### 2.1 Structure de la colonne à échangeurs d'ions



### 2.2.2.1 Caractéristiques techniques

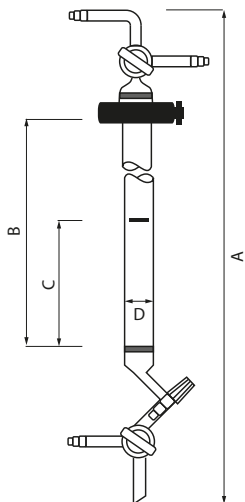
#### 2.2.1 Données physiques

- Pression de service .....1,5 bars à 20°C
- Température d'eau/de service recommandée .....5 - 90°C
- Température ambiante et température de stockage de la colonne mise en service .....4 - 30°C
- Classe de résistance hydrolytique (DIN ISO 719) .....Classe 1
- Classe de résistance aux acides (DIN 12 116) .....Classe 1
- Classe de résistance aux alcalins (DIN ISO 695) .....Classe 2
- Raccord pour tuyau – Ø extérieur .....10 mm
- Dispositif antigoutte – Ø extérieur .....10 mm
- Ouverture de la bride – Ø intérieur .....25 mm
- Position d'utilisation .....verticale

Matériau .....Verre borosilicate de laboratoire

#### 2.2.2 Modèles

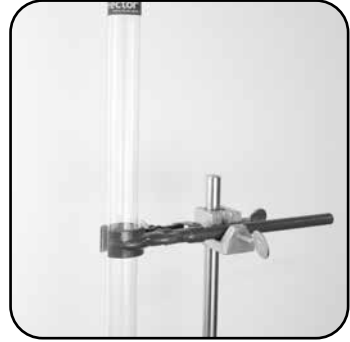
Désignation	Quantité de résine recommandée	A (mm)	B (mm)	C (mm)	D (mm)	No° d'article
PUREval MX-G 100	100 ml	515	240	120	32	42154
PUREval MX-G 250	250 ml	615	340	170	43,4	42150
PUREval MX-G 500	500 ml	695	420	210	55,6	42151



## Chapitre 3 - Consignes d'installation / Utilisation

### 3.1. Installation de la colonne en verre

Utiliser la colonne à échangeurs d'ions PUREval MX-G uniquement en position verticale. Nous recommandons d'utiliser la colonne en verre avec un système de statif de laboratoire muni de pinces.



### 3.2. Remplissage des résines

La colonne à échangeur d'ions doit déjà être installée à la verticale et fixée avant l'ajout des résines.

Fermez le régulateur de débit à la sortie de la colonne, démontez le support de bride et retirez la partie supérieure de la colonne.

Remplissez la colonne d'eau du réservoir et veillez à ce que les résines soient complètement recouvertes par l'eau du réservoir. À l'aide d'un entonnoir adapté, vous pouvez remplir la colonne de résines échangeuses d'ions par l'ouverture de la bride d'un diamètre intérieur de 25 mm.



Pour éviter les fuites, nettoyez le joint et les surfaces de joint de la bride.

### 3.3. Prévention des inclusions d'air / Élimination des bulles d'air

Pour éviter les inclusions d'air dans le lit de résine, veillez à ce que les résines soient toujours recouvertes d'une quantité d'eau de réservoir suffisante.

En outre, les résines une fois dans la colonne ne doivent pas s'assécher, mais toujours être recouvertes de liquide. Pour éliminer les bulles d'air, la colonne peut être utilisée selon le principe du contre-courant avec un écoulement faible.

### 3.4. Retrait des résines

Pour retirer les résines, la colonne doit d'abord être asséchée, puis rincée avec de l'eau déminéralisée. Démontez ensuite la bride supérieure et détachez la colonne de la pince du statif.

Sur le raccord du bas, installez un tuyau permettant de faire couler l'eau. Tournez la colonne dans le sens opposé de l'utilisation normale pour orienter l'ouverture de la bride vers le bas. Mettez le tuyau d'eau sous pression et rincez la colonne à l'eau. Récupérez les résines échangeuses d'ions pour les éliminer correctement.

### 3.5. Nettoyage et entretien

La poussière et les salissures doivent être éliminées des filtres et de la colonne avant la première utilisation. Pour ce faire, de l'acide chlorhydrique chaud, puis de l'eau distillée sont injectés dans la colonne et les plaques filtrantes.

La colonne doit être nettoyée après chaque utilisation. Si les plaques filtrantes sont propres, un nettoyage des surfaces à l'eau distillée suffit. Si les plaques filtrantes sont sales, il faut procéder à un nettoyage chimique dans le sens inverse de fonctionnement avec des solvants ou une solution de rinçage adaptée.

La pression de rinçage ne doit pas excéder 2,5 bars. Ensuite, la colonne est séchée de haut en bas dans le sens normal de fonctionnement par injection d'air pur, puis nettoyée une nouvelle fois.

Pour éviter que le verre ne se brise, les variations de température rapides doivent être évitées.

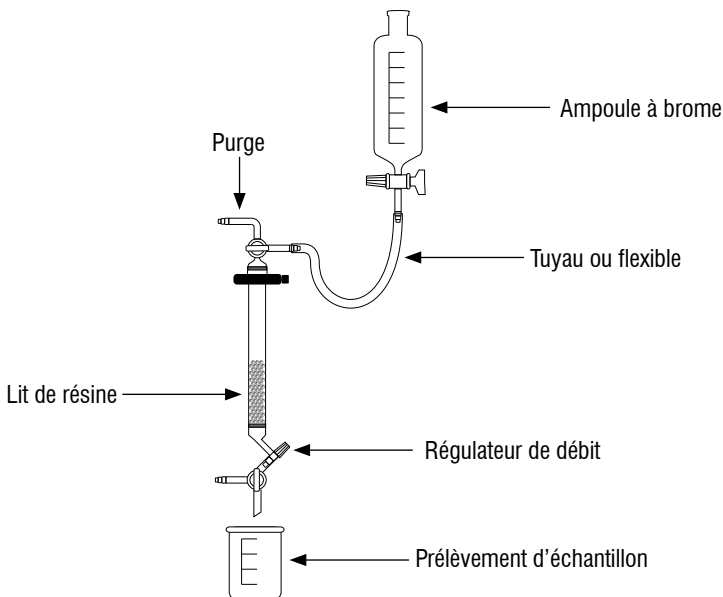
Remarque : l'utilisation d'acide fluorhydrique, d'acide phosphorique concentré chaud et de solutions alcalines chaudes entraîne inévitablement un agrandissement des pores des plaques filtrantes. Ces produits attaquent la surface du verre et ne conviennent donc pas comme produits de nettoyage.

### 3.6. Utilisation de la colonne selon le principe de la gravité

Les essais en laboratoire avec la colonne à échangeurs d'ions peuvent être réalisés sans pression selon le principe de la gravité.

L'utilisation de la colonne se limite alors à une utilisation à co-courant avec régénération à co-courant.

Le schéma suivant montre un exemple d'installation de la colonne selon le principe de gravité.

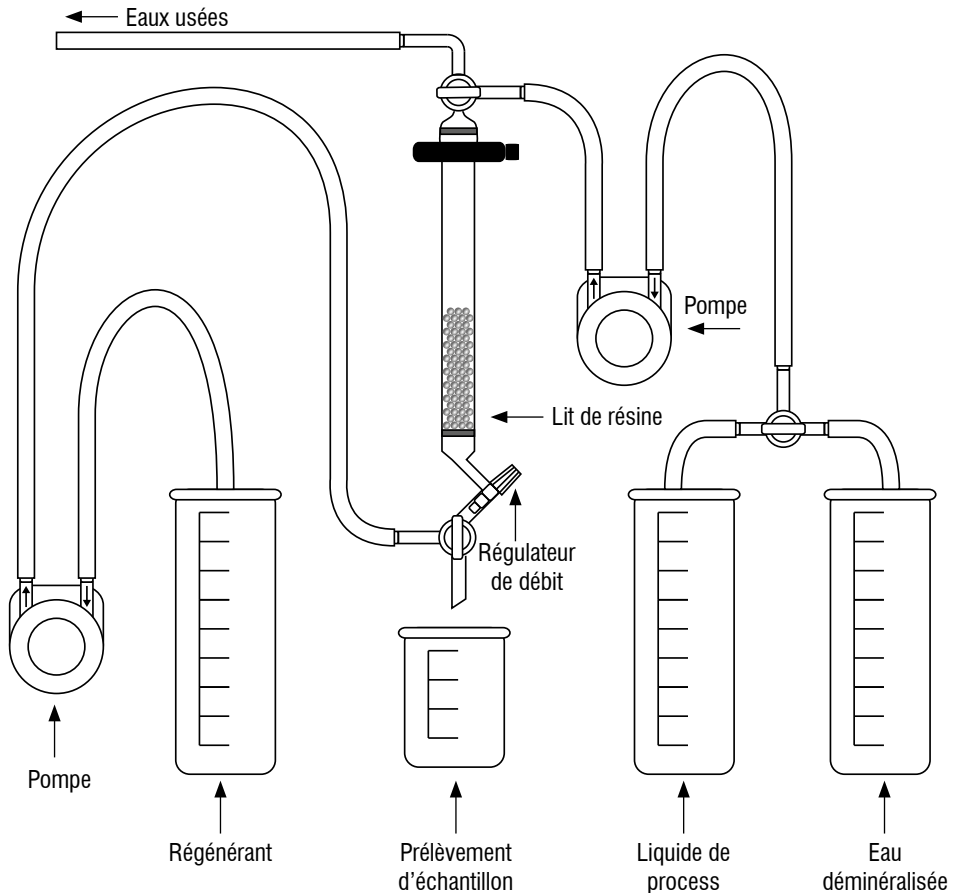


### 3.7 Utilisation de la colonne avec pression de pompage

Pour simuler des applications de processus réelles, la colonne à échangeurs d'ions PUREval MX-G permet une installation d'essai avec pompe.

Différents types d'utilisation et de régénération peuvent ainsi être reproduits : co-courant/co-courant, co-courant/contre-courant ou lit flottant.

Le schéma suivant montre un exemple d'installation de la colonne utilisée avec une pompe.



## Chapitre 4 - Essais en laboratoire avec échangeurs d'ions

L'essai en laboratoire avec résines échangeuses d'ions sert à développer ou optimiser les process industriels. Pour cette raison, le fonctionnement expérimental de l'installation de laboratoire à échangeurs d'ions doit simuler autant que possible les conditions d'utilisation réelles.

### 4.1 Montage d'essai

En fonction de l'objectif de l'essai, la colonne à échangeurs d'ions peut être utilisée selon le principe de gravité ou avec des pompes.

Dans le premier cas, le tuyau d'alimentation en forme de U doit être décalé pour que le point le plus bas du coude se trouve juste au-dessus du lit de résine. Ceci empêche l'assèchement du lit. Le recours aux pompes rend le déroulement de l'essai confortable et proche de la réalité.

Indépendamment du mode d'utilisation, une quantité suffisante de liquide de process, de régénérant et d'eau déminéralisée doit être disponible.

### 4.2 Stockage des résines

Si les résines échangeuses d'ions doivent être stockées avant la réalisation de l'essai, le conteneur de stockage doit être étanche à l'air et les résines ne doivent pas s'assécher. Évitez l'exposition directe au soleil et les températures élevées ou basses.

### 4.3 Utilisation des résines pour des applications sans eau

Si les résines sont destinées à être utilisées pour une application sans eau, elles doivent être mises à disposition sous forme sèche pour de meilleurs résultats. On évite ainsi la contamination par l'eau du produit traité. Les échantillons de résine que vous avez reçus sous forme hydratée doivent être prétraités avec des solvants appropriés, par exemple de l'acétone ou de l'alcool, si le process concerné le permet.

### 4.4 Rinçage

Les résines doivent toujours être rincées avec de l'eau déminéralisée avant usage pour éliminer les résidus lavables de production et de régénération. Pour la plupart des applications, 5 à 10 volumes de lit suffisent.

### 4.5 Prétraitement

Les résines échangeuses d'ions doivent être prétraitées avant de procéder à l'essai en laboratoire pour garantir l'hydrogénation et le gonflement complets du polymère. Sauf raison technique particulière, le polymère doit toujours être entièrement gonflé et imbibé.

Les résines échangeuses d'ions ne doivent jamais être versées dans une colonne sèche. Environ la moitié ou le tiers de la colonne doivent être remplis d'eau déminéralisée avant que la résine échangeuse d'ions prétraitée soit versée dans la colonne.

Selon la colonne utilisée, la hauteur de couche doit au minimum atteindre le repère.

#### 4.6 Volumes de résine

Les colonnes à échangeurs d'ions PUREval MX-G sont conçues pour différents volumes de résine selon le modèle.

Si la charge ionique du liquide à l'entrée est très faible, une grande quantité de liquide d'essai sera nécessaire avant que le lit de résine ne soit épuisé. Chaque essai durera donc nettement plus longtemps. Pour les charges ioniques faibles, on procédera le cas échéant à des essais préliminaires avec des quantités de résine moindres.

#### 4.7 Détassage

Dès que la colonne à échangeur d'ions est remplie de résine, celle-ci doit être détassée à l'eau déminéralisée selon le principe du contre-courant pendant 10 à 15 minutes. Ce processus est appelé classement. Avec l'expansion du lit de résine, les particules plus grosses tombent au fond alors que les petites particules légères remontent.

Après le détassage, le lit de résine doit reposer environ 5 minutes pour se déposer correctement.

Après le processus de détassage, la taille du lit de résine augmentera un peu selon la répartition des différentes tailles de particules. Il conviendra de noter la hauteur de couche ou le volume de lit ( $Q_v$ ) pour les calculs ultérieurs.

L'étape suivante consiste à vider la colonne jusqu'à ne garder que 1 cm d'eau au-dessus du lit de résine. On peut alors commencer à ajouter le fluide à tester dans la colonne.

Utilisez le régulateur de débit à l'extrémité inférieure de la colonne pour réguler le débit du flux passant à travers le lit de résine.

#### 4.8 Paramètres de temps et de flux recommandés

Paramètres	
Volumes de résine	100 - 500 ml
Hauteur de couche (minimum)	Selon le type de colonne 120, 170 ou 210 mm
Débit de flux en fonctionnement normal	2-50 $Q_v/h$ (typiquement 8-20 $Q_v/h$ )
Débit de flux en régénération	2-6 $Q_v/h$ (typiquement 2 $Q_v/h$ )
Temps de contact du régénérant	15-60 minutes (>30 minutes recommandées)
Rinçage de déplacement lent	1 - 2 $Q_v$
Rinçage final	2 - 10 $Q_v$

Consultez votre fournisseur de résine pour connaître le type de produits chimiques de régénération, la concentration et la quantité nécessaire, et autres détails techniques.

#### 4.9 Échantillonnage



Au cours de l'essai, la résine doit être contrôlée régulièrement pour adapter le pH si nécessaire. Le pH de l'eau traitée peut fortement chuter ce qui a d'importants effets sur l'alcalinité, le perçement, la fuite ionique et la capacité de la résine. Un échantillonnage régulier du liquide préparé donne en outre des informations utiles sur la saturation de la colonne.

Les échantillons ne doivent pas être prélevés dans le réservoir, mais au niveau du dispositif antigoutte de la colonne au moment du prélèvement. Vous pourrez ainsi obtenir des courbes de perçement précises.

#### 4.10 Paramètres du process

Les conditions idéales de process varient fortement d'une application à l'autre. Pour les process qui ne sont pas encore complètement développés ou pour lesquels il n'existe aucune valeur empirique, il s'agit d'abord de calculer le débit spécifique optimal dans le cadre d'un essai en laboratoire.

Pour la plupart des applications avec une charge faible et des échangeurs d'ions conventionnels, le débit peut aller jusqu'à 50 Qv/h. Les débits utilisés sont même souvent plus élevés.

Pour les applications spécifiques, notamment pour celles avec des résines échangeuses d'ions sélectives, les débits doivent se situer autour de 1-10 Qv/h.

Pour obtenir une régénération maximum des résines, le processus de régénération doit toujours être effectué avec des débits faibles de 1 à 6 Qv/h. Le processus de régénération est suivi d'un rinçage de déplacement lent et d'un rinçage final pour garantir l'élimination optimale du régénérant.

Dans les applications sans eau, la résine est le plus souvent régénérée par une solution aqueuse. Dans ce cas, le fluide de process doit d'abord être déplacé par de l'eau. Cette opération est appelée « désucrage » (sweetening off) et, après la régénération, quand l'eau est de nouveau remplacée par le fluide de process, « sucragage » (sweetening on). Ces termes proviennent de l'industrie sucrière qui utilise les résines échangeuses d'ions et adsorbantes de différentes façons.

#### 4.11 Utilisation pour essai en laboratoire

Une fois qu'un essai de laboratoire a été lancé, il ne doit pas être suspendu ou interrompu, mais terminé jusqu'à épuisement complet des résines. L'expérience ne doit pas être interrompue. La plupart des processus d'échanges d'ions sont réversibles et dès que le flux s'arrête, le lit de résine essaye de trouver un équilibre. Dès que c'est le cas, des ions peuvent repasser de la résine au liquide. Ceci peut entraîner un épuisement prématuré des résines et fausser les résultats des essais.

En conditions normales, la résine doit toujours être couverte de liquide. La colonne ne doit jamais être vidée au point que des bulles d'air pénètrent dans le lit de résine. Les bulles d'air sont difficiles à éliminer et dégradent les résultats des essais.

Il faut procéder à trois cycles successifs avec des résultats reproductibles avant de modifier les conditions d'exploitation pour optimiser les performances.

En principe, deux ou trois cycles-tests sont nécessaires pour obtenir des résultats fiables.

## 4.12 Régénération

De nombreux processus différents ont été développés pour régénérer les résines échangeuses d'ions.

La méthode la plus simple et la plus utilisée est la régénération à co-courant. Avec cette méthode, le régénérant et le fluide de process traversent le lit de résine dans le même sens.

La première étape d'une régénération à co-courant est toujours le tassement de la résine avec de l'eau déminéralisée pour décompacter le lit de résine et éliminer les impuretés. De manière générale, la pénétration de particules dans le lit de résines doit être évitée en préfiltrant la solution.

Après le tassement, on procède à la régénération, suivie d'un rinçage de déplacement lent et d'un rinçage final.

La régénération à contre-courant permet d'obtenir une régénération plus efficace des résines. Avec la régénération à contre-courant, le régénérant traverse le lit de résine dans le sens inverse du sens normal d'utilisation, la fuite ionique est donc bien moindre. Avec la colonne à échangeur d'ions PUREval MX-G, la régénération à contre-courant peut se faire facilement avec une pompe supplémentaire.

Avec ce type de régénération qui se fait normalement de bas en haut, il faut éviter de faire tourbillonner les résines. Les résines doivent être plaquées sur la plaque filtrante supérieure à grande vitesse pour stabiliser le lit. L'espace libre au-dessus du lit de résines peut aussi être rempli avec de l'ouate ou des résines inertes spéciales.

Pour les essais en laboratoire avec des échangeurs d'ions, l'eau utilisée pour diluer les régénérants et pour les rinçages est toujours de l'eau déminéralisée. Cela facilite à la fois le calcul de la capacité et évite en outre une saturation supplémentaire du lit de résine avec d'autres ions.

## 4.13 Avantages des essais en laboratoire

Les essais en laboratoire bien conçus et contrôlés permettent de collecter une grande quantité de données et de valeurs empiriques pour des applications propres avant de mettre en œuvre un système d'échanges d'ions en exploitation réelle.

L'évaluation de toutes les étapes dans des conditions reproductibles et contrôlables est le moyen le plus fiable et le plus économique d'évaluer le comportement des résines échangeuses d'ions et collecter des résultats pour la configuration finale du système.

Grâce aux essais en laboratoire, les processus sont optimisés de manière proactive. Avec les données recueillies pendant les essais, la concentration des régénérants, le débit du flux et d'autres paramètres décisifs peuvent être optimisés au préalable avant de mettre en œuvre un système d'échangeurs d'ions en situation réelle.



# elector<sup>®</sup>

›Wasserbehandlung

elector GmbH  
Düsseldorfer Straße 287  
42327 Wuppertal · Deutschland

Telefon: +49 (0)2058 1790863  
Telefax: +49 (0)2058 1790864

E-Mail: [info@elector-gmbh.de](mailto:info@elector-gmbh.de)  
Internet: [www.elector-gmbh.de](http://www.elector-gmbh.de)