

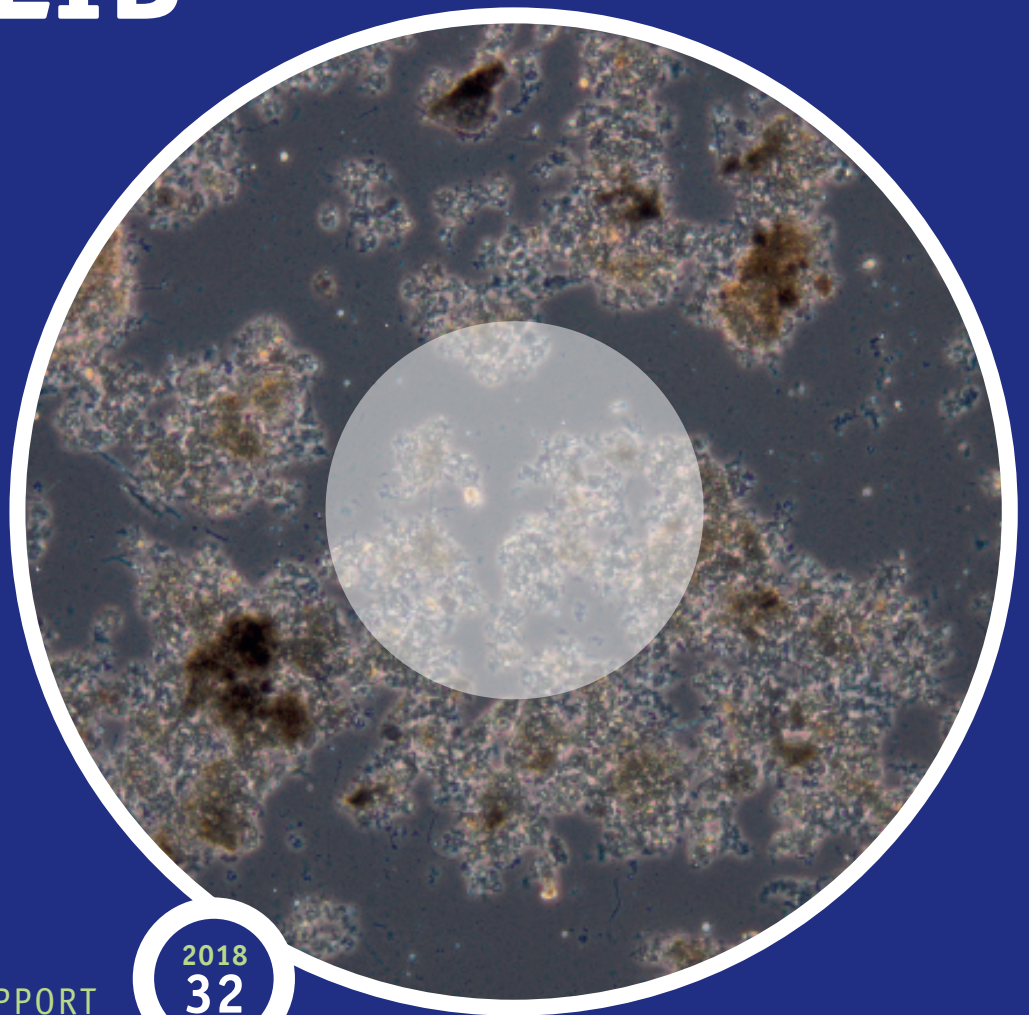


Rijksdienst voor Ondernemend  
Nederland

stowa

ONDERZOEK NAAR VERBETERING VAN ONTWATERBAARHEID

# ONTWATERING VAN THERMOFIEL SLIB



RAPPORT

2018  
32

ONTWATERING VAN THERMOFIEL SLIB  
ONDERZOEK NAAR VERBETERING VAN ONTWATERBAARHEID

RAPPORT

2018

32

ISBN 978.90.5773.801.2



# COLOFON

UITGAVE Stichting Toegepast Onderzoek Waterbeheer  
Postbus 2180  
3800 CD Amersfoort

## PROJECTUITVOERING

David Berkhof, Royal HaskoningDHV  
Leon Korving, inhuur bij Waterschap Brabantse Delta (werkzaam bij Aiforo)  
Jeroen Blok, Royal HaskoningDHV  
Rob Sjoukes, Waterschap Brabantse Delta  
Laura Castañares, Waterschap Brabantse Delta  
Patrishia Maghanay, Avans Hogeschool  
Alexandra Prodănescu, Technische Universiteit Delft

## BEGELEIDINGSCOMMISSIE

Dirk Koot, Hoogheemraadschap Hollands Noorderkwartier  
Yede van de Kooij, Wetterskip Fryslân  
Hans Kuipers, Waterschap Zuiderzeeland  
Cora Uijterlinde, STOWA  
Alex Veltman, Waternet  
Marc Vermeulen, Waterschap Rivierenland

DRUK Kruyt Grafisch Adviesbureau  
STOWA STOWA 2018-32  
ISBN 978.90.5773.801.2

**COPYRIGHT** Teksten en figuren uit dit rapport mogen alleen worden overgenomen met bronvermelding.

**DISCLAIMER** Deze uitgave is met de grootst mogelijke zorg samengesteld. Niettemin aanvaarden de auteurs en de uitgever geen enkele aansprakelijkheid voor mogelijke onjuistheden of eventuele gevolgen door toepassing van de inhoud van dit rapport.

# TEN GELEIDE

**Het toevoegen aan kationen aan thermofiel vergist slib kan een positief effect hebben op de ontwaterbaarheid van het slib maar kan pas worden beoordeeld na full scale ontwateringstesten.**

Op basis van eerder STOWA-onderzoek is te zien dat de ontwaterbaarheid van thermofiel (50 – 57 °C) vergist slib afneemt ten opzichte van mesofiel (30 – 38 °C) vergist slib. Een (sterk) verminderde ontwaterbaarheid is een risico voor toepassing van thermofiele slibgisting. De extra afbraak van organische stof wordt dan teniet gedaan door de slechtere ontwaterbaarheid; een slechtere ontwaterbaarheid leidt tot hogere verwerkingskosten.

De zuiveringsbeheerders zijn voortdurend op zoek naar mogelijkheden voor verbeterde slibgisting en daarom is het verbeteren van de slibontwatering belangrijk voor de toepassingsmogelijkheden van thermofiele slibgisting. Uit eerder onderzoek kwam naar voren dat de dosering van kationen sterk kan bijdragen aan de verbetering van de ontwaterbaarheid.

In het onderhavige onderzoek is op labschaal onderzocht welk effect de dosering van hulpstoffen (kationen) heeft op het noodzakelijke polymeergebruik om dezelfde ontwaterbaarheid te realiseren. De experimenten laten zien dat de additie van kationen in het algemeen een positief effect laat zien op de ontwaterbaarheid. De dosering van ijzer laat de grootste effecten zien. Het effect van magnesium en calcium was beperkt. Echter, ondanks dosering van kationen en een hogere poly-elektrolyt dosering leidde dit tot lagere drogestofgehalten dan het mesofiele slib. Hierdoor worden de totale kosten van de dosering van een kation aan thermofiel vergist slib niet gecompenseerd ten opzichte van mesofiel vergist slib.

De resultaten zijn gebaseerd op persproeven. Uit eerdere onderzoeken is echter gebleken dat deze resultaten indicatief zijn. Zonder full scale ontwateringstesten is lastig een uitspraak te doen over het absolute effect op de ontwaterbaarheid van het thermofiele slib.

Joost Buntsma,  
Directeur STOWA

# SAMENVATTING

## OPZET

Binnen een aantal Nederlandse waterschappen is interesse voor de ombouw van mesofiele slibgisting naar thermofiele slibgisting om kosten te besparen of om de capaciteit te vergroten. Op basis van eerder onderzoek is te zien dat de ontwaterbaarheid van het thermofiel vergiste slib afneemt ten opzichte van mesofiel vergist slib. Een (sterk) verminderde ontwaterbaarheid is een risico voor een dergelijke ombouw, omdat de extra afbraak van organische stof dan teniet wordt gedaan door de slechtere ontwaterbaarheid. Daarom is het belangrijk om de verminderde ontwaterbaarheid te onderzoeken en te proberen de negatieve effecten te minimaliseren, door bijvoorbeeld een ander PE of additie van kationen uit te proberen.

Op rwzi Bath vond in de periode van april 2016 tot en met december 2016 aanvullend pilot onderzoek plaats naar het thermofiel vergisten met een pilot. Tijdens dit onderzoek zijn diverse deelonderzoeken uitgevoerd, zoals de mogelijkheid voor stikstofwinning uit het slib. Het doel van het onderzoek was om vast te stellen wat de verschillen in ontwaterbaarheid zijn tussen de slibstromen en of er mogelijkheden zijn voor het verminderen van deze verschillen, door keuze van PE en additie van kationen (Mg, Fe, Ca).

## LITERATUUR

Er zijn diverse factoren van invloed op de slibontwatering, waaronder de rol van colloïdale deeltjes en aanwezigheid van kationen. Onderzoek in opdracht van de WERF in 2006 liet zien dat de concentratie colloïdale deeltjes een sterke invloed heeft op het polymeergebruik voor conditionering van het slib (Higgins 2006). Deze deeltjes bestaan voornamelijk uit eiwitten en polysachariden. Later onderzoek in 2010 (Novak, 2010) laat zien dat de eiwitdeeltjes het grootste deel van het polymeergebruik en de filtratieweerstand bepalen. Dit zelfde onderzoek laat zien dat vergisting van slib zorgt voor een sterke toename van het aantal colloïdale eiwitten, terwijl de concentratie aan polysacharide maar beperkt toeneemt. Door deze toename is meer polymeer nodig voor het neutraliseren van de lading van de slibdeeltjes bij de slibontwatering.

Divalenten kationen als calcium en magnesium spelen een belangrijke rol in de polymere slibmatrix en hebben een positieve invloed op de ontwaterbaarheid doordat zij de negatieve lading van de slibvlokken neutraliseren en tegelijkertijd een brugfunctie vervullen door hun twee waardige lading (divalent cation bridging theory, Sobeck 2002). Monovalente kationen als kalium, natrium en ammonium hebben juist een negatief effect doordat zij de divalente kationen verdringen. Door de enkelvoudige lading is de brugfunctie veel geringer en kan minder negatieve lading worden geneutraliseerd.

## LABONDERZOEK

Om de ontwaterbaarheid van thermofiel vergiste slib en van het ammoniak gestripte slib te bepalen zijn diverse ontwateringsproeven uitgevoerd in de periode juli – december 2016. De ontwaterbaarheid is vastgesteld op basis van de volgende methoden:

- Capillary Suction Time;
- Mareco filterpers;
- Streaming current test.

Tijdens het onderzoek is regelmatig de CST-waarde van het slib bepaald. Voor mesofiel slib was de CST waarde gemiddeld 415 sec. Voor thermofiel slib was de CST waarde fors hoger:

1.010 sec. Door stripping van het ammoniak uit het slib nam de CST waarde nog verder toe tot waarden van 1.700-2.500 sec. Deze resultaten laten zien dat thermofiel slib op basis van deze test veel slechter ontwatert en dat strippen van het ammoniak de ontwaterbaarheid verder verslechtert.

Naast de CST bepalingen zijn ook persproeven uitgevoerd met een Mareco pers. Hiertoe wordt het slib geflocculeerd met poly-elektrolyt (PE) en vervolgens in een mini filter pers ontwaterd. De uitgevoerde persproeven laten zien dat thermofiel gegist slib heel slecht flocculeert met het normale PE (K232L) dat gebruikt wordt voor mesofiel gegist slib. In overleg met de PE leverancier is na het testen van diverse PE-soorten een alternatief PE geselecteerd: BC470L. Daarnaast zijn testen uitgevoerd met de additie van ijzerchloride om de ontwaterbaarheid te verbeteren. Met alle drie de gebruikte meetmethoden (CST, persproeven, Ladingtitratie) werd vastgesteld dat de additie van  $\text{FeCl}_3$  een positief effect heeft op de ontwaterbaarheid, met name door een afname van het PE verbruik.

Na oktober is er een verbetering te zien in de ontwaterbaarheid van het thermofiele slib. Er is minder PE en een ander type PE nodig voor een goede vlokvorming. In deze periode is het DS% vergelijkbaar met die van het mesofiele slib. Wel is hiervoor een hogere PE dosering nodig.

Flocculatie van het gestripte slib is extra moeilijk. De ontwaterbaarheid neemt duidelijk af door het strippen van het slib. De duur van het strippen heeft invloed op de verslechtering: een langere striptijd leidt tot een hogere CST waarde van het slib. Persproeven met het gestripte slib bleken moeilijk uitvoerbaar en een werkbare persing was alleen te krijgen door toevoeging van  $\text{FeCl}_3$ . Vanwege de tegenvallende ontwaterbaarheid zijn aanvullende onderzoeken uitgevoerd om de ontwaterbaarheid te verbeteren. Dit onderzoek laat zien dat neutralisatie van het slib tot pH 7 en additie van ijzerchloride de CST waarde significant konden verbeteren. Bij het gestripte slib waren de effecten van een bepaalde dosering groter dan bij thermofiel slib.

## CONCLUSIES

Samenvattend zijn de conclusies van dit onderzoek de volgende.

1. De resultaten laten zien dat thermofiel slib op basis van de CST test veel slechter ontwatert en dat strippen van het ammoniak de ontwaterbaarheid verder verslechtert.
2. Persproeven laten zien dat thermofiel gegist slib heel slecht flocculeert met het PE (K232L) dat momenteel gebruikt wordt voor de ontwatering van het mesofiel uitgegiste slib.
3. De proeven laten zien dat een werkbare ontwatering is te verkrijgen bij een juiste PE keuze (BC 470 L).
4. Het thermofiele slib blijkt erg lastig te flocculeren. Er moet vrij veel PE gedoseerd worden om een helder filtraat te krijgen. De vlok is bovendien niet erg stevig.
5. De additie van kationen laat in het algemeen een positief effect zien. Dosering van Fe laat hierbij de grootste effecten zien. Het effect van de additie van Mg en Ca op de ontwaterbaarheid was beperkt.
6. Flocculatie van het gestripte slib is extra moeilijk. De ontwaterbaarheid neemt duidelijk af door het strippen van het slib. De duur van het strippen heeft invloed op de verslechtering: een langere striptijd leidt tot een hogere CST waarde van het slib. Persproeven met het gestripte slib bleken moeilijk uitvoerbaar en een werkbare persing was alleen te krijgen door toevoeging van ijzerchloride.
7. Verlaging van de pH tot pH 7 en additie van  $\text{FeCl}_3$  verbeteren de CST waarde van zowel thermofiel als gestript slib significant. Bij het gestripte slib waren de effecten van een bepaalde

dosering groter dan bij thermofiel slib. Dit wijst erop dat de verminderde buffercapaciteit van het slib een rol kan spelen.

8. De benodigde doseringen (HCl en  $\text{FeCl}_3$ ) om te komen tot een vergelijkbare CST van mesofiel slib, wijken voor gestript slib niet veel af van die voor thermofiel slib, ondanks de sterke verschillen in de initiële CST-waarde.
9. De ontwaterbaarheid van het thermofiele slib is in de periode november-december verbeterd ten opzicht van de periode juli-augustus. Mogelijke oorzaken hiervoor zijn: 1. Adaptatie van het slib, 2. Seizoenseffecten, 3. Verhouding prim/sec.

Ontwatering van het gestripte thermofiele slib bleek erg tegen te vallen. Persproeven gaven maar met moeite een persbare slibvlok. Het onderzoek liet wel zien dat de ontwaterbaarheid te verbeteren is door neutralisatie van het slib met zoutzuur en additie van ijzerchloride.

Op basis van de huidige inzichten blijven er echter belangrijke risico's over voor de ontwaterbaarheid van het gestripte slib op praktijkschaal. De ontwaterbaarheid van thermofiel slib was aan het begin van het onderzoek niet optimaal. Ondanks een hoge dosering PE, leidde dit tot lagere drogestofgehalten dan het mesofiele slib. Na verloop van een aantal maanden verbeterde de ontwaterbaarheid van het thermofiele slib. De resultaten zijn gebaseerd op persproeven en uit eerdere onderzoeken (STOWA 2016-11) is gebleken dat deze resultaten indicatief zijn. Zonder full scale ontwateringstesten is lastig een uitspraak te doen over het absolute effect op de ontwaterbaarheid van het thermofiele slib.

# DE STOWA IN HET KORT

STOWA is het kenniscentrum van de regionale waterbeheerders (veelal de waterschappen) in Nederland. STOWA ontwikkelt, vergaart, verspreidt en implementeert toegepaste kennis die de waterbeheerders nodig hebben om de opgaven waar zij in hun werk voor staan, goed uit te voeren. Deze kennis kan liggen op toegepast technisch, natuurwetenschappelijk, bestuurlijk-juridisch of sociaalwetenschappelijk gebied.

STOWA werkt in hoge mate vraaggestuurd. We inventariseren nauwgezet welke kennisvragen waterschappen hebben en zetten die vragen uit bij de juiste kennisleveranciers. Het initiatief daarvoor ligt veelal bij de kennisvragende waterbeheerders, maar soms ook bij kennisinstellingen en het bedrijfsleven. Dit tweerichtingsverkeer stimuleert vernieuwing en innovatie.

Vraaggestuurd werken betekent ook dat we zelf voortdurend op zoek zijn naar de 'kennisvragen van morgen' – de vragen die we graag op de agenda zetten nog voordat iemand ze gesteld heeft – om optimaal voorbereid te zijn op de toekomst.

STOWA ontzorgt de waterbeheerders. Wij nemen de aanbesteding en begeleiding van de gezamenlijke kennisprojecten op ons. Wij zorgen ervoor dat waterbeheerders verbonden blijven met deze projecten en er ook 'eigenaar' van zijn. Dit om te waarborgen dat de juiste kennisvragen worden beantwoord. De projecten worden begeleid door commissies waar regionale waterbeheerders zelf deel van uitmaken. De grote onderzoekslijnen worden per werkveld uitgezet en verantwoord door speciale programmacommissies. Ook hierin hebben de regionale waterbeheerders zitting.

STOWA verbindt niet alleen kennisvragers en kennisleveranciers, maar ook de regionale waterbeheerders onderling. Door de samenwerking van de waterbeheerders binnen STOWA zijn zij samen verantwoordelijk voor de programmering, zetten zij gezamenlijk de koers uit, worden meerdere waterschappen bij één en het zelfde onderzoek betrokken en komen de resultaten sneller ten goede van alle waterschappen.

De grondbeginselen van STOWA zijn verwoord in onze missie:

*Het samen met regionale waterbeheerders definiëren van hun kennisbehoeften op het gebied van het waterbeheer en het voor én met deze beheerders (laten) ontwikkelen, bijeenbrengen, beschikbaar maken, delen, verankeren en implementeren van de benodigde kennis.*



# ONTWATERING VAN THERMOFIEL SLIB ONDERZOEK NAAR VERBETERING VAN ONTWATERBAARHEID

## INHOUD

	TEN GELEIDE	
	SAMENVATTING	
	DE STOWA IN HET KORT	
<b>1</b>	<b>INLEIDING</b>	<b>1</b>
	1.1 Achtergrond	1
	1.2 Doel	1
	1.3 Onderzoek	1
<b>2</b>	<b>THEORIE</b>	<b>3</b>
	2.1 Thermofiele vergisting	3
	2.2 De rol van colloïdale deeltjes	4
	2.3 Invloed kationen	4
	2.4 Beluchten van slib	6
	2.5 Invloed van struvietvorming	7
<b>3</b>	<b>MATERIAAL EN METHODE</b>	<b>9</b>
	3.1 Inleiding	9
	3.1 De pilot installatie voor thermofiele gisting	9
	3.2 Slibsoorten	9
	3.4 Chemicaliën	11
	3.4.1 Polymeer (PE)	11
	3.4.2 Magnesium	11
	3.4.3 IJzer (Fe <sup>3+</sup> )	11
	3.4.4 Calcium	12
	3.5 Vaststellen ontwaterbaarheid	12
	3.5.1 Capillary Suction Time (CST)	12
	3.5.2 Streaming current	12
	3.5.3 Mareco pers	13
	3.6 Testprocedure	14

3.7	Analyses	14
3.7.1	Drogestofgehalte van het uitgegiste en ontwaterde slib	14
3.7.2	Samenstelling van filtraat en slib	14
4	VERKENNEND ONDERZOEK	16
4.1	Opzet onderzoek	16
4.2	Selectie PE's	16
4.3	Inschatting ontwaterbaarheid	17
4.3.1	CST	18
4.3.2	PE dosering	18
4.3.3	Persproeven	19
4.4	Bevindingen verkennende testen	20
5	VERDIEPENDE TESTEN	21
5.1	Testen met gestript slib door beluchting	21
5.1.1	CST	21
5.1.2	Streaming Current	22
5.1.3	Persproeven	24
5.2	Testen met gestript slib na dosering magnesiumhydroxide	24
5.2.1	CST	25
5.2.2	Streaming current	26
5.2.3	Persproeven	27
5.3	Analyses	29
5.3.1	Samenstelling slibsoorten	29
5.3.2	Verkennende slibtesten	30
5.3.3	Verdiepende testen	31
5.4	Aanvullende beoordeling slibvlokken	33
5.4.1	Microscopisch slibbeeld	33
5.4.2	Deeltjesgrootteverdeling	33
5.5	Bevindingen verdiepende testen	34
6	MONITORINGSONDERZOEK CST	37
6.1	Thermofiel slib: pilotresultaten	37
6.2	Verbetering CST Thermofiel slib	38
6.2.1	Effect van verlagen pH	38
6.2.2	Effect van dosering $\text{FeCl}_3$	38
6.3	Gestript slib: pilot resultaten	39
6.3.1	Dosering zonder base	39
6.3.2	Dosering van $\text{Mg}(\text{OH})_2$	40
6.3.3	Dosering van NaOH	40
6.3.4	Samenvatting	41
6.4	Verbetering CST gestript slib	42
6.4.1	Gestript slib: zonder dosering	42
6.4.2	Gestript slib na dosering $\text{Mg}(\text{OH})_2$	43
6.4.3	Gestript slib na dosering NaOH	43
6.4.4	Gestript slib: Dosering om te komen tot betere CST	44
6.5	Verdunningstest	45
6.6	Bevindingen monitoringsonderzoek CST	45

<b>7</b>	<b>MONITORINGSONDERZOEK PERSPROEVEN</b>	<b>46</b>
<b>7.1</b>	Opzet onderzoek	46
<b>7.2</b>	Mesofiel en thermofiel slib (PE K232L)	46
<b>7.3</b>	Mesofiel en thermofiel slib (PE BC470L)	48
<b>7.4</b>	Thermofiel slib met ijzer dosering	50
	7.4.1 Vloktesten	50
	7.4.2 Persproeven	50
<b>7.5</b>	Gestript slib met ijzerdosering	51
<b>7.6</b>	Aanvullend onderzoek na oktober	52
<b>7.7</b>	Bevindingen monitoringsonderzoek persproeven	52
<b>8</b>	<b>ONDERZOEK RELATIE SLIBEIGENSCHAPPEN EN ONTWATERBAARHEID</b>	<b>54</b>
<b>8.1</b>	Inleiding	54
<b>8.2</b>	Onderzoeksvragen	54
<b>8.3</b>	Materialen en methoden	54
<b>8.4</b>	Resultaten	55
<b>8.5</b>	Bevindingen	58
<b>9</b>	<b>BEVINDINGEN ONTWATERINGSONDERZOEKEN</b>	<b>59</b>
<b>9.1</b>	Inleiding	59
<b>9.2</b>	Samenvatting resultaten ontwateringsproeven	59
<b>9.3</b>	Verbeterperspectieven	62
<b>9.4</b>	Consequenties voor de business case thermofiel vergisten	62
<b>10</b>	<b>CONCLUSIES EN AANBEVELINGEN</b>	<b>64</b>
<b>10.1</b>	Conclusies	64
<b>10.2</b>	Aanbevelingen	65
	LITERATUUR	66
<b>A1</b>	<b>BIJLAGE TEST PROCEDURE</b>	<b>68</b>



# 1

## INLEIDING

### 1.1 ACHTERGROND

Binnen een aantal Nederlandse waterschappen is interesse voor de ombouw van mesofiele slibgisting naar thermofiele slibgisting om kosten te besparen of om de capaciteit te vergroten. Dergelijke plannen zijn er ook op rwzi Bath in beheer bij waterschap Brabantse Delta. Op basis van eerder onderzoek op rwzi Bath is te zien dat de ontwaterbaarheid van het thermofiel vergiste slib afneemt ten opzichte van mesofiel vergist slib. Een (sterk) verminderde ontwaterbaarheid is een risico voor een dergelijke ombouw, omdat de extra afbraak van organische stof dan teniet wordt gedaan door de slechtere ontwaterbaarheid. Daarom is het belangrijk om de verminderde ontwaterbaarheid te onderzoeken en te proberen de negatieve effecten te minimaliseren, door bijvoorbeeld een ander PE of additie van kationen uit te proberen.

Op rwzi Bath vond in de periode van april 2016 tot en met december 2016 aanvullend pilot onderzoek plaats naar het thermofiel vergisten met een pilot met een volume van 18 m<sup>3</sup>. Tijdens dit onderzoek zijn diverse deelonderzoeken uitgevoerd, zoals de mogelijkheid voor stikstofwinning uit het slib.

Het pilotonderzoek is een goede gelegenheid om extra onderzoek te doen naar de ontwaterbaarheid van het thermofiele slib. Aangezien de stikstofwinning mogelijk ook invloed heeft op de ontwaterbaarheid van het slib, is ook dit effect op de ontwaterbaarheid onderzocht.

### 1.2 DOEL

De onderzoeksdoelen zijn de volgende:

1. Vaststellen van de verschillen in ontwaterbaarheid tussen:
  - a. Mesofiel vergist slib,
  - b. Thermofiel vergist slib en
  - c. Thermofiel vergist slib na ammoniakstripping.
2. Vaststellen van mogelijkheden voor het verminderen van de verschillen in de ontwaterbaarheid door keuze van PE en additie van kationen (Mg, Fe, Ca).

### 1.3 ONDERZOEK

Het onderzoek maakt onderdeel uit van een groter onderzoek dat is uitgevoerd bij Waterschap Brabantse Delta naar thermofiele vergisting. Dit rapport richt zich met name op de ontwaterbaarheid van het slib. De kern van het programma ligt bij het toegepast onderzoek op labschaal. Dit onderzoek bestaat uit vijf onderdelen:

- a. Verkennend onderzoek voor vaststellen meetmethoden en geschikt PE voor ontwatering thermofiel slib. Dit onderzoek is beschreven in hoofdstuk 4.
- b. Verdiepend onderzoek naar de mogelijkheden om de ontwaterbaarheid van het slib te beïnvloeden.

vloeden, door bijvoorbeeld kationen toe te voegen. Dit onderzoek is beschreven in hoofdstuk 5.

- c. Een monitoringsonderzoek op basis van persproeven om de ontwikkeling van de ontwaterbaarheid van de 3 slibsoorten gedurende de proef te volgen. Dit onderzoek is beschreven in hoofdstuk 6.
- d. Een monitoringsonderzoek op basis van de CST om de ontwikkeling van de ontwaterbaarheid van de 3 slibsoorten gedurende de proef te volgen en proeven om de ontwaterbaarheid te verbeteren. Dit onderzoek is beschreven in hoofdstuk 7.
- e. Tevens is er door de TU Delft een onderzoek uitgevoerd naar de verschillen in slibeigenschappen in relatie tot de ontwaterbaarheid. Dit onderzoek is samengevat in hoofdstuk 8.

In hoofdstuk 9 zijn de diverse onderzoeken gezamenlijk beschouwd.

# 2

## THEORIE

In het kader van dit onderzoek is geen aparte literatuurstudie uitgevoerd. In dit hoofdstuk is de theorie weergegeven zoals is opgenomen in hoofdstuk 2 van het Stowa-rapport 2016-11. Dit is aangevuld met aspecten met betrekking tot thermofiele vergisting.

Er zijn diverse factoren van invloed op de slibontwatering, waaronder de rol van colloïdale deeltjes, beluchting en kationen.

Onderzoek in opdracht van de WERF in 2006 liet zien dat de concentratie colloïdale deeltjes een sterke invloed heeft op het polymeergebruik voor conditionering van het slib (Higgins 2006). Deze deeltjes bestaan voornamelijk uit eiwitten en polysachariden. Later onderzoek in 2010 (Novak, 2010) laat zien dat de eiwit deeltjes het grootste deel van het polymeergebruik en de filtratieweerstand bepalen. Dit zelfde onderzoek laat zien dat vergisting van slib zorgt voor een sterke toename van het aantal colloïdale eiwitten, terwijl de concentratie aan polysacharide maar beperkt toeneemt. Door deze toename is meer polymeer nodig voor het neutraliseren van de lading van de slibdeeltjes bij de slibontwatering.

### 2.1 THERMOFIELE VERGISTING

Volgens een onderzoek naar ontwatering van ATAD (autotherme thermofiele aerobe vergisting) slib (Agarwal, 2005) (Water Research (Water Research 39 (2005) 1301-1310)) leidt de ontwatering van thermofiel slib tot hoge kosten doordat er problemen ontstaan bij de ontwatering. In het beschreven onderzoek zijn diverse chemische hulpstoffen (Fe en Al) gebruikt om de ontwatering te verbeteren. Deze bleken niet in staat om het slib te ontwateren bij een acceptabele dosis. Tijdens het vergistingsproces vindt chemische precipitatie plaats van divalente kationen. Het ATAD slib bevat colloïdale deeltjes. Een gedeelte hiervan, naar verwachting de geprecipiteerde divalente kationen, bleek een positieve zeta potentiaal te hebben. Dosering van ijzer of kationische polymeren en vervolgens dosering van anionisch polymeer, leidt tot een verbetering van de ontwaterbaarheid. Het gebruik van anionische polymeren lijkt essentieel en leidt in het beschreven onderzoek tot een verbetering van de ontwaterbaarheid.

ATAD slib is niet helemaal vergelijkbaar met thermofiel anaeroob vergist slib, maar op basis van praktijkervaringen van een full scale thermofiele vergister wordt daar ook een combinatie van een anionisch en kationisch polymeer gebruikt. Deze combinatie leidt tot een acceptabele ontwatering.

Doseringen van twee PE's wordt vaker toegepast en hierbij wordt het type lading en de ladingsdichtheid van de PE's afgestemd op het te ontwateren slib. Een voorbeeld hiervan is het ontwateren van een industrieel slib met weinig lading, waarbij alleen een combinatie van PE's werkte (anionisch en licht kationisch).

## 2.2 DE ROL VAN COLLOÏDALE DEELTJES

Het ontwateren van slib vereist dat het water goed wordt afgescheiden van de slibvlokken. Deze afscheiding wordt bemoeilijkt doordat de polymere structuur van deze vlokken veel water kan vasthouden. Bovendien is deze structuur negatief geladen waardoor deeltjes elkaar afstoten en moeilijk agglomereren.

Onderzoek in opdracht van de WERF in 2006 liet zien dat de concentratie colloïdale deeltjes een sterke invloed heeft op het polymeergebruik voor conditionering van het slib (Higgins 2006). Colloïdale deeltjes werden in dit onderzoek gedefinieerd als deeltjes kleiner dan 4 µm. Deze deeltjes bestaan voornamelijk uit eiwitten en polysachariden. Het onderzoek concludeert dat een bepaling van het oplosbare deel van het COD (afkorting: oCOD) in het slibwater een goede maat is voor de concentratie eiwitten en polysachariden. Het oCOD-gehalte kan bepaald worden door het slibmonster te centrifugeren en het supernatant te filtreren over filtreerpapier met een porie grootte van ca. 4 µm.

Later onderzoek in 2010 (Novak, 2010) laat zien dat de eiwit deeltjes het grootste deel van het polymeergebruik en de filtratieweerstand bepalen. Volgens dit onderzoek zijn vooral de deeltjes tussen 1,5 µm en 30.000 Dalton van belang. De allerkleinste deeltjes (< 30.000 Dalton) dragen nauwelijks bij doordat zij zich gedragen als opgeloste deeltjes. In dit onderzoek werd geconstateerd dat anaerobe vergisting van slib leidde tot een forse toename van het aantal colloïdale eiwitten in het slibwater (van minder dan 50 mg/l tot meer dan 350 mg/l), terwijl de concentratie aan colloïdale polysachariden nauwelijks toenam. De toename van het colloïdale eiwit correleerde goed met de toename van het polymeer gebruik nodig voor het ontwateren van het slib, waarschijnlijk doordat de extra lading van de eiwit deeltjes extra polymeer vergde.

De bacteriën in slib zijn omringd door extracellulaire polymere stoffen (EPS: extracellular polymeric substances). Deze stoffen bestaan uit eiwitten, koolhydraten en humusverbindingen (Sheng 2010). De structuur en de mate waarin EPS aanwezig is heeft invloed op de ontwaterbaarheid van slib maar de correlatie tussen EPS en ontwaterbaarheid is niet altijd even duidelijk (Wilén 2003, Sheng 2010). Daarom is het waarschijnlijk nodig om onderscheid te maken in het type EPS. Sommige onderzoekers stellen voor om onderscheid te maken tussen zwak en sterk gebonden EPS (Li 2007). Laboratorium onderzoek laat zien dat het zwak gebonden EPS een duidelijker correlatie vertoont met de ontwaterbaarheid van slib dan sterk gebonden EPS.

## 2.3 INVLOED KATIONEN

Divalente kationen als calcium en magnesium spelen een belangrijke rol in de polymere slibmatrix en hebben een positieve invloed op de ontwaterbaarheid doordat zij de negatieve lading van de slibvlokken neutraliseren en tegelijkertijd een brugfunctie vervullen door hun twee waardige lading (divalent cation bridging theory, Sobeck 2002). Monovalente kationen als kalium, natrium en ammonium hebben juist een negatief effect doordat zij de divalente kationen verdringen. Door de enkelvoudige lading is de brugfunctie veel geringer en kan minder negatieve lading worden geneutraliseerd.

De Amerikaanse onderzoeksgroep van Novak heeft in de laatste drie decennia veel onderzoek gedaan naar de ontwaterbaarheid van slib. Dit onderzoek laat zien dat kationen in het slib een belangrijke invloed hebben. Divalente kationen als calcium en magnesium spelen een



belangrijk rol in de polymere slibmatrix en hebben een positieve invloed op de ontwaterbaarheid doordat zij de negatieve lading van de slibvlokken neutraliseren en tegelijkertijd een brugfunctie vervullen door hun twee waardige lading (divalent cation bridging theory, Sobeck 2002).

Monovalente kationen als kalium, natrium en ammonium hebben juist een negatief effect doordat zij de divalente kationen verdringen. Door de enkelvoudige lading is de brugfunctie veel geringer en kan minder negatieve lading worden geneutraliseerd.

In de jaren negentig toonden Higgins en Novak aan dat door de aanwezigheid van calcium en magnesium meer eiwit gebonden wordt in de slibvlokken en dat dit waarschijnlijk de betere ontwaterbaarheid verklaart (Higgins, 1997a&b). Op basis van hun onderzoek bevelen zij de volgende vuistregels aan:

- De verhouding natrium tot de divalente ionen (Ca en Mg) in het slib moet  $< 2$  zijn (uitgedrukt in meq/l).
- De concentratie calcium en magnesium moet minimaal 0,7-2,0 meq/l zijn voor zowel calcium als magnesium.

De proeven laten verder zien dat de effecten groter zijn als het calcium en magnesium de kans krijgen om ingebouwd te worden in de slibmatrix. Additie van calcium en magnesium aan slib voor de ontwatering had meteen een positief effect, maar het effect was significant groter als de ionen in de voeding van een SBR werd toegevoegd (SBR: sequencing batch reactors). Het slib in een SBR wordt gemengd en belucht.

De conclusies in dit onderzoek zijn vooral gebaseerd op bepalingen van de slibvolumeindex (SVI) en de Capillary Suction Time (CST) waarde<sup>1</sup> van het slib. Deze meetmethode geeft vooral informatie over het verwijderen van het vrije water in slib en geen informatie over expressiefase bij de slibontwatering waarbij het water met kracht uit het slib wordt geperst.

Het onderzoek van Novak en Higgins laat verder zien dat mono en divalente ionen reversibel uitgewisseld worden vanuit de polymere slibmatrix. De slechtere ontwaterbaarheid van slib van biologische defosfatering kan mogelijk deels verklaard worden door het vrijkomen van kalium en magnesium bij anaerobe vergisting van het slib. Het vrijkomende magnesium slaat dan vaak neer als struviet (Jardin, 1994) waarna het negatieve effect van het kalium overblijft. Deze verslechtering van de kationen balans kan een verklaring geven voor de slechtere ontwaterbaarheid van biologisch gedefosfateerd slib (Shimp 2013). Ook zonder dit effect verslechtert de ontwaterbaarheid van slib door vergisting. Door de vergisting komt ammonium, kalium en natrium vrij uit de afgebroken biomassa terwijl de concentratie calcium en magnesium ongeveer gelijk blijft (Novak, 2003). Samen met het vrijkomen van colloïdaal eiwit verklaart dit mechanisme de slechtere ontwaterbaarheid van vergist slib.

De slechtere ontwaterbaarheid van vergist slib wordt in de praktijk niet altijd herkend. Dit komt doordat zuiveringen met gistingen vaak ook voorbezinkingen hebben hetgeen een positief effect heeft op de ontwaterbaarheid van het uitgegiste slib. Bovendien hoeft de slechtere ontwaterbaarheid niet te leiden tot een nattere slibkoek, maar zal deze wel leiden tot een hoger polymeerverbruik. De invloed van slibgisting op de ontwaterbaarheid van slib is uitgebreider besproken in eerder STOWA-onderzoek (STOWA, 2012).

1 CST: capillary suction time. Zie ook beschrijving van de meetmethoden in paragraaf 3.4.1.

Trivalente kationen als ijzer en aluminium vertonen een ander gedrag dan calcium en magnesium in het slib (Li 2012). Calcium en magnesium zijn waarschijnlijk vooral gebonden aan de polysacchariden in slib via lectine achtige verbindingen (Novak 2003). Aluminium en ijzer binden zich daarentegen vooral aan eiwitten en minder aan polysacchariden (Novak, 2003, Li 2005, Higgins 2006). Hierdoor kan ijzer de ontwaterbaarheid van slib verbeteren. Proeven op praktijkschaal met vergist slib op twee locaties lieten zien dat een dosering van ongeveer 0,1 kg Fe per kg droge stof het polymeergebruik met 32% kon terugbrengen (Higgins, 2006). Het droge stof gehalte van de koek nam wel iets af door het gebruik van ijzer bij de ontwatering van het (vergiste) slib, terwijl de kwaliteit van het centraat verbeterde.

Vergisting van slib kan het ijzer reduceren naar twee waardig ijzer waardoor het ijzer minder eiwitten bindt en de ontwaterbaarheid achteruit gaat. Een deel van het twee waardige ijzer kan binden met vrij sulfide waardoor nog minder eiwit gebonden wordt (Nielsen, 1998). In Nederland gebruiken onder andere de waterschappen Drents Overijsselse Delta (Zwolle), Wetterskip Fryslân en Rivierenland (Nijmegen) ijzer(III)chloride voor de verbetering van de ontwatering. Beide waterschappen gebruiken centrifuges en geven aan dat de dosering van ijzer een positief effect heeft op de ontwaterbaarheid.

In het Stowaonderzoek (2016-11) is nader onderzoek gedaan naar het effect van dosering van Fe op de ontwaterbaarheid. Bij de rwzi Nieuwgraaf kon door additie van ijzerzout het PE verbruik met meer dan 50% worden teruggebracht bij een dosering van 1,0 eq/kg ds. Bovendien maakte de dosering van ijzer het mogelijk om het koppel van de centrifuge te verhogen zodat het droge stof gehalte van de met slibkoek toenam van 25% naar 29% ds. Ook bij de verkennende labproeven in het betreffende onderzoek werden de grootste effecten gemeten bij de additie van ijzer op slib van awzi Kralingseveer en rwzi Amstelveen.

Voor verbetering van de slibbezinking of voor de verwijdering van fosfaat worden vaak ook chemicaliën in de waterlijn gedoseerd. Dosering in de waterlijn heeft invloed op de slib ontwaterbaarheid, maar de mate van beïnvloeding is voor elke rwzi echter anders.

## 2.4 BELUCHTEN VAN SLIB

Algemeen wordt aangenomen dat anaeroob vergisten leidt tot een verbetering van de ontwaterbaarheid van slib. Gemiddeld heeft gegist slib in Nederland een hoger drogestofgehalte dan ongegist slib, maar het hogere drogestofgehalte kan evengoed verklaard worden door het grote aandeel primair slib dat meevergist wordt (STOWA 2012-46). Verschillende bronnen in de literatuur suggereren echter dat slibgisting de ontwaterbaarheid verslechtert (DWA 2008, Novak 2003, Novak 2010), waarbij het effect op het flocculant verbruik het duidelijkst lijkt. Mogelijk wordt wel een drogere koek verkregen doordat er sprake is van kleinere deeltjes waardoor een betere persing mogelijk is (Mikkelsen 2002).

Anaeroob vergisten van slib leidt tot het vrijkomen van colloïdaal eiwit dat de ontwaterbaarheid verslechtert. Bovendien komt ammonium en kalium vrij dat ook een negatieve invloed heeft op de ontwaterbaarheid. Aerobe afbraak van slib verloopt via een ander mechanisme waarbij veel minder eiwitten vrijkomen. De colloïdale deeltjes bestaan in dit geval vooral uit polysacchariden. Het vrij komen van de polysacchariden gaat bovendien gepaard met het vrijkomen van calcium en magnesium met een positief effect op de ontwaterbaarheid (Novak, 2003).

De redoxpotentiaal van het slib heeft derhalve een significante invloed op de ontwaterbaarheid van het slib. De invloed van anaerobe omstandigheden op slib is deels reversibel en het slib zal deels weer refloculeren als het slib weer aerob wordt (Wilén, 2000). Bij langere anaerobe omstandigheden of regelmatige wisseling van anaerobe of aerobe omstandigheden hoopt zich echter materiaal op die niet eenvoudig weer flocculeert.

Bij autotherm thermofiel aerob vergist slib (ATAD) verbetert beluchting van het slib onder mesofiele condities de ontwaterbaarheid door een reductie van de eiwit en polysacharide concentraties (Murthy, 2000). Ook oxidatie van ammonium en ijzer (van divalent naar trivalent) kan helpen de ontwaterbaarheid te verbeteren. Onderzoek met anaerob vergist slib in Frankrijk liet zien dat voor dit slib minimaal 5 dagen beluchten nodig was om een verbetering van de ontwaterbaarheid te krijgen. Anderzijds liet onderzoek in Virginia zien dat de ontwaterbaarheid door beluchting aanvankelijk juist afnam, maar uiteindelijk na 30 dagen beluchten toch verbeterde door afbraak van polysachariden (Abu-Orf, 2004).

Over de effecten van een kortdurende beluchting (enkele uren) werd in de literatuur geen informatie gevonden. Een dergelijke beluchting vindt veelal wel plaats bij het Airprex proces voor de vorming van struviet. Doel daarbij is het verhogen van de pH van het slib zodat meer struviet gevormd kan worden. Bovendien wordt hierdoor menging van het slib bereikt. Van het Airprex proces is bekend dat het een positief effect heeft op de ontwaterbaarheid hoewel niet zeker is welk mechanisme deze betere ontwaterbaarheid verklaart. Ook de praktijk ervaringen met de Airprex installatie bij Waternet laten zien dat te lang of te intensief beluchten een negatieve invloed heeft op de ontwaterbaarheid (Veltman, 2014).

Tijdens het Stowaonderzoek (2016-11) is dit effect ook duidelijk naar voren gekomen in de full scale testen. Dit onderzoek laat zien dat de beluchting van slib een nadelig effect heeft op de ontwaterbaarheid van slib. Dit effect is aangetoond op labschaal en de resultaten op praktijkschaal op de rwzi Amsterdam bevestigen dit effect. Het positieve effect van magnesium op de ontwaterbaarheid van het slib was in Amsterdam minder als er meer belucht werd. Bij een hogere beluchting was er nog steeds sprake van een vermindering van het PE verbruik ten opzichte van de blanco, maar de vermindering was met 15% wel duidelijk lager.

## 2.5 INVLOED VAN STRUVIETVORMING

Ervaringen met de vorming van struviet in de sliblijn laten zien dat hierdoor de ontwaterbaarheid van slib verbetert waarbij zowel de slibkoek droger wordt als het polymeerverbruik afneemt. Dit is bijvoorbeeld op praktijkschaal aangetoond bij de slibontwatering in Mönchen Gladbach, Berlijn, Amsterdam West (STOWA 2012-27) en Emmen (STOWA 2012-46). Struviet vorming vindt plaats door het slib kort (enkele uren) te beluchten om de pH te verhogen en de dosering van magnesiumzout (meestal  $MgCl_2$ ). De reden voor de verbeterde ontwatering is nog niet goed verklaard.

De leverancier van het Airprex systeem stelt dat de verbeterde ontwatering komt door een verlaging van het fosfaatgehalte in het slibwater. In de wetenschappelijke literatuur worden echter geen mechanismen beschreven die een invloed van oplosbaar fosfaat op de ontwaterbaarheid verklaren. Bij de vorming van struviet op de rwzi Emmen werd ook geen correlatie gevonden tussen het fosfaatgehalte en de betere ontwatering. Wel nam na het starten van de magnesiumdosering de magnesiumconcentratie langzaam toe en deze toename correleerde goed met de verbetering van de ontwaterbaarheid (STOWA 2012-46).

De invloed van het twee waardige magnesium lijkt daarom een logischere verklaring die ook beter past met de eerder beschreven inzichten in de wetenschappelijke literatuur (Shimp 2013).

De struvietkristallen die gevormd worden kunnen ook werken als een filtratiehulpmiddel bij het ontwateren van slib. Hierbij is de deeltjesgrootte wel van belang. De grotere kristallen worden normaal gesproken afgescheiden van het slib, maar deze afscheiding heeft niet een heel hoog rendement. Met name de kleinere kristallen worden niet afgescheiden en gaan mee met het slib naar de slibontwatering. Een vergelijkbaar effect wordt bijvoorbeeld bereikt met het toevoegen van kolengruis aan slib voor de verbetering van de ontwaterbaarheid (Boesten, 2012), maar ook aan andere harde toeslagmaterialen als bijvoorbeeld vliegashout, gips, hout worden positieve effecten toegeschreven (Qi, 2011). De hypothese hierbij is dat de harde deeltjes bij het uitpersen van het slib kanalen ophouden waardoor het water uit het slib kan ontsnappen. Daarnaast kunnen chemische interacties tussen de deeltjes en het slib de werking nog verder verbeteren.

Om de invloed van de aanwezigheid van struviet op de ontwaterbaarheid in te schatten, zijn in 2015 testen uitgevoerd met de full scale Airprex installatie op rwzi Amsterdam-West. De combinatie van Mg additie (1,2 eq/kg ds) en een lage beluchting leidde tot een reductie van het PE verbruik van 28%. Het droge stof gehalte van de slibkoek verbeterde maar de toename was niet heel significant. De resultaten van deze praktijkproef laten een duidelijk positief effect zien van de Airprex installatie op de ontwaterbaarheid van het slib van Amsterdam West.

# 3

## MATERIAAL EN METHODE

### 3.1 INLEIDING

Zoals beschreven in paragraaf 1.3, bestond het onderzoek uit een combinatie van ontwateringstesten op locatie en in het laboratorium. De testen op locatie waren vooral bedoeld om de ontwikkeling van de ontwaterbaarheid te volgen. De testen in het laboratorium hadden als doel het effect te bepalen van het doseren van kationen op de ontwaterbaarheid van uitgestist slib. Vanwege de vergelijkbaarheid en de reproduceerbaarheid van de resultaten is gewerkt aan het opzetten van een standaard procedure voor het aanmaken en toevoegen van de chemicaliën aan het slib en vervolgens het vaststellen van de ontwaterbaarheid.

In dit hoofdstuk wordt ingegaan op de slibsoorten die gebruikt zijn bij het onderzoek en welke stoffen hieraan zijn toegevoegd. Vervolgens wordt uitgelegd welke ontwateringstechnieken zijn toegepast en op basis van welke procedure het slib hierbij is ontwaterd. In het kader van een MSc afstudeeronderzoek is door TU Delft aanvullend onderzoek gedaan naar de verschillen in ontwaterbaarheid. De materialen en methoden voor dit onderzoek zijn samengevat in hoofdstuk 8.

### 3.1 DE PILOT INSTALLATIE VOOR THERMOFIELE GISTING

De pilot installatie voor thermofiele gisting op de rwzi Bath had volume van 18 m<sup>3</sup> en werd bedreven met een gemiddelde hydraulische verblijftijd van 28 dagen en een temperatuur van 52°C. In april 2016 is de vergister opgestart met entslib en deze bereikte na een adaptatieperiode van 3 maanden in augustus en september de proefperiode waarin de prestatie van de thermofiele gisting en de ammoniakstripping is beoordeeld. In deze periode zijn ook de meeste ontwateringsproeven uitgevoerd. Naar aanleiding van tegenvallende ontwateringsresultaten is de pilot installatie in bedrijf gehouden tot en met december 2016. Gedurende deze verlenging is de ontwaterbaarheid van het slib gevolgd. Met een AMFER installatie van Colsen zijn ook stripproeven uitgevoerd voor het terugwinnen van ammoniak uit het slib. Deze installatie behandelde batchgewijs het slib uit de pilot vergister. Gemiddeld duurde een batch proef 24 uur. Het ammoniak werd gestript uit het slib met lucht. Door stripping van kooldioxide nam de pH van het slib toe en bij sommige batches werd de pH ook actief verhoogd met natronloog of magnesiumhydroxide. De stripproeven zijn alleen uitgevoerd in augustus en september. De ontwaterbaarheid van gestript slib is daarom alleen bepaald in deze periode en niet meer gedurende de verlenging van de vergistingspilot.

### 3.2 SLIBSOORTEN

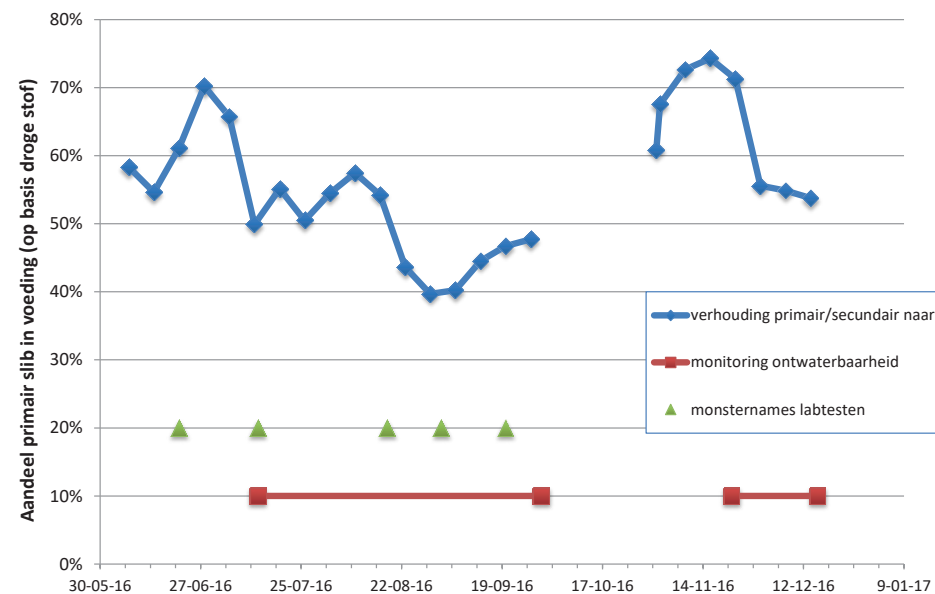
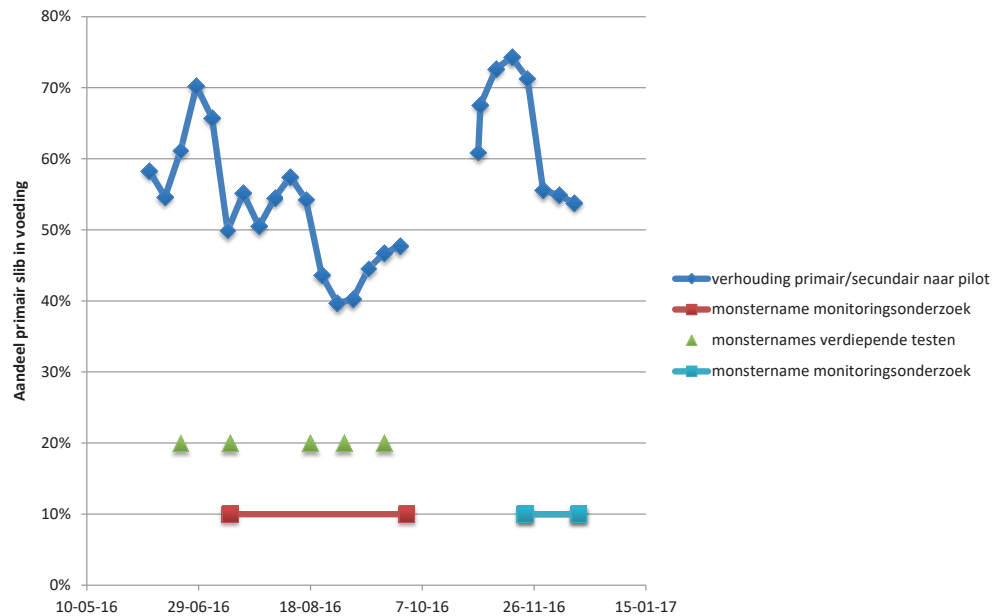
De thermofiele pilot is gevoed met de slibstromen die vrijkomen op rwzi Bath; primair en secundair slib (PS, SS). De verhouding tussen beide stromen naar de pilot is gestuurd op basis van volumeverhouding van de full scale vergister. Dit is gemiddeld een verhouding van 60%:40%. Bij een controle meting naar het DS% van deze ingaande stromen, kwam naar voren

dat het DS% van het primair slib lager was dan eerst aangenomen. Hierdoor is in een gedeelte van de proefperiode in verhouding te weinig primair slib gevoed. Dit is grafisch weergegeven in figuur 1. In de maanden juni en juli was de verhouding nog rond de 55%, maar in augustus en september was deze verhouding duidelijk lager. In november is er een duidelijke toename van de verhouding waarneembaar, met als uitschieter november.

Door de slibverblijftijd is er een vertraging in het te verwachten effect op de ontwaterbaarheid als gevolg van deze veranderde samenstelling. De meeste ontwateringsproeven zijn uitgevoerd met slib met een redelijke verhouding primair en secundair slib. De resultaten van de monitoringstesten bevestigen inderdaad dat het effect van de wisselende PS:SS verhouding beperkt is in die periode. De monsters van het verkennende onderzoek zijn genomen in de periode dat de verhouding rond de 55% is. De monsters voor het verdiepende onderzoek zijn genomen in de periode dat de verhouding tussen de 40 en 50% is. De monsters voor de monitoringsperiode zijn in beide perioden genomen.

FIGUUR 1

VERHOUDING PRIMAIR EN SECUNDAIR SLIB (DROGE STOF BASIS) IN DE VOEDING NAAR DE PILOT SAMEN MET DE MONSTERMOMENTEN



Als referentie is het uitgegiste slib van de full scale vergister gebruikt. Deze vergister heeft een gemiddelde verblijftijd van 20 dagen en wordt bedreven bij 35 graden. In juli en augustus was het aandeel primair slib in de voeding naar de full scale gisting ca 64%. Dit is iets hoger dan de verhouding in de voeding van de pilot. In september was het voor zowel de pilot als de full scale ca 42%. In november en december was het aandeel primair slib in de voeding van de full scale gisting respectievelijk 40% en 57%. De pilot volgt hiermee wel de trend in de voeding van de full scale vergister, behalve in november.

### 3.4 CHEMICALIËN

Aan het slib zijn hulpmiddelen toegevoegd waarna de invloed op de ontwaterbaarheid wordt bestudeerd. Daarbij wordt de invloed van de ionen Ca, Mg en Fe(III) onderzocht. Bij het eerdere STOWA onderzoek (2016-11) zijn doseringen gebruik van 5, 10 en 20 meq/l resulterend in een specifieke dosering van 0,15, 0,3 en 0,6 meq/g DS. Bij aanvang van de testen kwam naar voren dat de lage doseringen geen effect hadden. Daarom zijn de doseringen waarmee getest is verhoogd tot 30 meq/l (1 meq/g DS).

In het rapport wordt niet specifiek de lading van het ion aangeven. Daar waar wordt geschreven Fe wordt bedoeld  $Fe^{3+}$ , Mg is  $Mg^{2+}$  en Ca is  $Ca^{2+}$ .

#### 3.4.1 POLYMEER (PE)

Het type en de dosering van PE speelt een cruciale rol bij de ontwatering. Een doel van het onderzoek was het zoeken naar een geschikt PE voor een goede vlokvorming. Hiervoor zijn diverse PE's van de leveranciers Safic-Alcan Nocarbo BV en van Kemira BV gebruikt. Voorafgaand aan de testen werd een PE-oplossing aangemaakt van 2,5 g  $PE_{actief}/l$ . Vanwege de ontwikkeling van de effectiviteit van het polymeer gedurende de tijd, werd het PE 1 uur voorafgaand aan de testen aangemaakt.

De PE-dosering die gebruikt is bij de testen met de Marecopers (zie beschrijving in paragraaf 3.4.3) is belangrijk voor het behalen van een goed ontwateringsresultaat. Er is een minimale hoeveelheid PE nodig om een goede slibvlok te kunnen vormen die stabiel genoeg is om te kunnen persen. Een verdere toename van de PE-dosering leidt in het algemeen ook tot een toename van het ontwateringsresultaat. Hier zit een optimum in, aangezien een overdosering juist leidt tot een verslechtering van het ontwateringsresultaat. De gekozen PE-dosering is ca 15% hoger dan de minimale benodigde hoeveelheid om een stabiele, goed persbare vlok te krijgen. Hierdoor leidt een verslechtering van de vlok, niet direct tot een situatie waarbij het PE geen (goede) vlok vormt.

#### 3.4.2 MAGNESIUM

De stock oplossing voor Magnesium is aangemaakt van vaste  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  kristallen, waarbij demi water is gebruikt als oplosmiddel. De stock oplossing is aangemaakt als 0,1 M oplossing zodat een beperkte hoeveelheid, maar wel goed doseerbaar, kan worden toegevoegd aan het slibmonster.

#### 3.4.3 IJZER ( $Fe^{3+}$ )

De stock oplossing voor  $Fe^{3+}$  is aangemaakt van vaste  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  kristallen, waarbij demi water is gebruikt als oplosmiddel. De stock oplossing is aangemaakt als 0,1 M oplossing zodat een beperkte hoeveelheid, maar wel goed doseerbaar, kan worden toegevoegd aan het slibmonster.

#### 3.4.4 CALCIUM

De stock oplossing voor  $\text{Ca}^{2+}$  is aangemaakt van vaste  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kristallen, waarbij demi water is gebruikt als oplosmiddel. De stock oplossing is aangemaakt als 0,1 M oplossing zodat een beperkte hoeveelheid, maar wel goed doseerbaar, kan worden toegevoegd aan het slibmonster.

### 3.5 VASTSTELLEN ONTWATERBAARHEID

De ontwaterbaarheid wordt vastgesteld op basis van de volgende methoden:

- Capillary Suction Time;
- Mareco filterpers;
- Streaming current test.

#### 3.5.1 CAPILLARY SUCTION TIME (CST)

Bij het ontwateren van slib wordt het vrije water en het capillair gebonden water uit het slib geperst. De snelheid waarmee capillair gebonden water uit het slib wordt geperst is een indicatie voor de mate van ontwaterbaarheid van slib. Een test om tijd te meten van het capillaire water is de Capillary Suction Time test. De test is gebaseerd op het meten van de tijd (in seconden) dat het vrije water nodig heeft om over gestandaardiseerd stuk filter papier te vloeien. Hiervoor is een gestandaardiseerde testkit gebruikt. Het slib wordt in een buisje gebracht met een pipet, waarbij steeds dezelfde hoeveelheid slib in het buisje wordt gebracht. In 'Standard Methods' (1995) wordt deze test beschreven.

Deze test wordt algemeen toegepast bij ontwateringsonderzoeken op labschaal. De CST test wordt echter breed bekritiseerd vanwege de onnauwkeurigheid en het gebrek aan correlatie met een full scale ontwatering. In het kader van dit onderzoek is gekozen om deze test wel te gebruiken, omdat er zo snel een onderlinge vergelijking gemaakt kan worden na toedienen van de verschillende kationen. Vanwege de onnauwkeurigheid is de test minimaal in triplo uitgevoerd. Bij een grote onderlinge afwijking is de test vaker uitgevoerd.

AFBEELDING 1 OPSTELLING CST-TEST MET EEN 304B CST VAN TRITON ELECTRONICS LTD



#### 3.5.2 STREAMING CURRENT

Om te bepalen hoeveel PE-oplossing nodig is voordat het slib iso-electrisch punt (neutrale lading) heeft bereikt, zijn testen uitgevoerd met een streaming current detector. Met dit apparaat is de lading in een vloeistof te meten.

Er is tweemaal een SC-detector gehuurd. Gedurende de verkennende testen is allereerst een procedure bepaald om te komen tot reproduceerbare. In het begin bleek dat door toevoe-



ging van PE de lading van de vloeistof juist negatiever werd, waar juist een minder negatieve lading werd verwacht door toevoeging van kationisch polymeer. Na vele testen en veelvuldig contact met de leverancier is de procedure vastgesteld waarbij de resultaten reproduceerbaar zijn. Het verdunnen van zowel slib als PE-oplossing was hierbij van belang.

Het slibmonster is 5 keer verdund en de PE-oplossing is aangemaakt met een concentratie van 0,2 g/l (10 keer verdund ten opzichte van de praktijk). Een aandachtspunt is de menging tussen de gedoseerde PE-oplossing en het slib in het meetbuisje. Het PE wordt pulsgewijs gedoseerd. Door de hoeveelheid per puls te beperken en de tussentijd tussen de pulsen te verlengen, zijn reproduceerbare resultaten behaald.

AFBEELDING 2 OPSTELLING STREAMING CURRENT



### 3.5.3 MARECO PERS

De Mareco-pers is een op maat gemaakte labschaal filtratie-expressie cel. In Afbeelding 3 is een foto van de pers opgenomen. De diameter van de expressie cel is 7 cm en het filter materiaal is een filterdoek dat ook op full scale zeebandpersen wordt gebruikt.

De procedure is als volgt.

- Een monster van 250 ml of geflocculeerd slib wordt in de compressie cel gebracht. Het vrije water loopt hierbij door het filterdoek.
- Vervolgens wordt een druk gebracht op het slib, gedurende 20 minuten. In principe is dit een werkdruk van 5-7 bar die op de cylinder wordt gebracht. Bij het thermofiele slib is gestart met een lagere werkdruk (ca. 2 bar) om te voorkomen dat het slib langs het filter werd geperst.
- Het filtraat wordt opgevangen in een maatcilinder.
- Na afloop wordt de dikte van de slibkoek gemeten, waarna het drogestofgehalte van de koek wordt bepaald.

AFBEELDING 3 MARECO FILTRATIE-EXPRESSIE CEL



### 3.6 TESTPROCEDURE

Voor het mengen van de benodigde chemicaliën en de PE-oplossing is gewerkt met een standaardprocedure. In de bijlage zijn deze procedures opgenomen.

### 3.7 ANALYSES

#### 3.7.1 DROGESTOFGEHALTE VAN HET UITGEGISTE EN ONTWATERDE SLIB

Van zowel het uitgedroogde slib als het ontwaterde slib is het drogestofgehalte (DS%) bepaald. Het slib wordt in keramische kroesjes gebracht en na weging gedroogd bij 105°C. De test methode volgt de standard method zoals beschreven in Standard Methods (1995).

Het drogestofgehalte (DS%) wordt als volgt bepaald:

$$\% \text{ DS} = \frac{(\text{drooggewicht monster} + \text{bakje}) - (\text{drooggewicht bakje})}{(\text{natgewicht monster} + \text{bakje}) - (\text{drooggewicht bakje})} \times 100$$

#### 3.7.2 SAMENSTELLING VAN FILTRAAT EN SLIB

Van het filtraat van de Mareco pers zijn monsters genomen. Van de gefiltreerde monsters is de concentratie bepaald van de volgende stoffen/elementen:

- NH<sub>4</sub>-N (NEN 6646)
- PO<sub>4</sub>-P (NEN-EN-ISO 15681-2)
- Kalium (NEN-EN-ISO 17294-2)
- Natrium (NEN-EN-ISO 17294-2)
- Calcium (NEN-EN-ISO 17294-2)
- Magnesium (NEN-EN-ISO 17294-2)
- IJzer (NEN-EN-ISO 17294-2)

De methode NEN-EN-ISO 17294-2 hanteert ICP-MS als analysemethode.

Tevens is een aantal maal de samenstelling van de droge stof van het slib bepaald. Hierbij zijn met uitzondering van ammonium dezelfde kationen bepaald als in het filtraat (metalen: ontsluiting conform NEN 6961 en meting conform NEN-EN-ISO 17294-2). Aanvullend is het gehalte aan Kjeldahl stikstof bepaald (ontsluiting conform NEN-EN 13342 en meting conform NEN 6646) en totaal fosfor (ontsluiting conform NEN-EN 14672 en meting conform NEN-EN-ISO 15681-2).

De analyses zijn uitgevoerd door een geaccrediteerd laboratorium.

# 4

## VERKENNEND ONDERZOEK

### 4.1 OPZET ONDERZOEK

Het verkennende onderzoek heeft de volgende opzet:

- Uitvoeren jartesten met mesofiel en thermofiel slib voor selectie meest geschikte PE voor ontwatering
- Uitvoeren persproeven met mesofiel en thermofiel slib en geschikt PE bij verschillende doseringen. Vaststellen standaard condities voor uitvoering persproef (NB eerder onderzoek liet zien dat een goede persing moeilijk was uit te voeren).

### 4.2 SELECTIE PE'S

Het doel van het verkennende onderzoek is het vinden van het juiste type PE en de dosering om te komen tot een goed te vergelijken onderzoek ten aanzien van de ontwaterbaarheid van thermofiel slib van de pilot en het mesofiele slib van de full scale vergisting op rwzi Bath.

De monsternamen van de pilotinstallatie was half juli toen de pilot installatie stabiel draaide. De samenstelling van de verzamelde monsters was als volgt:

1. Mesofiel slib (full scale) DS 4,8%, pH 7,4
2. Thermofiel slib (pilot) DS 5,0%, pH 7,8

Om te komen tot een selectie van een geschikte PE is een brede range van PE's getest, variërend in lading (kation) en vertaktheid. Naast het PE dat momenteel wordt gebruikt op de locatie (K232L) zijn ook andere PE's getest. Doel hiervan is om te komen tot een optimaal PE voor de ontwatering van mesofiel slib en één voor ontwatering van thermofiel slib. Er is gewerkt met een oplossing van 0,25% actief PE. De eerste stap was om te testen of het betreffende PE een vlok gaf met het slib. Dit is gedaan op basis van bekeerglas proeven. De resultaten van de bekeerglasproeven zijn indicatief omdat deze zijn uitgevoerd in bekeerglaasjes van 100 ml. Deze hoeveelheid is wel voldoende om te beoordelen of het betreffende PE een vlok kan vormen. Met de PE's die een vlok gaven is aansluitend getest met jartesten om de stevigheid en de juiste dosering te beoordelen.

In tabel 1 staan de eigenschappen van de PE's die zijn getest. Het betreft een mix van lineaire en vertakte polymeren. Hierbij is gevarieerd in lading (kationiciteit) en vertaktheid (alleen van toepassing bij vertakte PE's).

TABEL 1

EIGENSCHAPPEN VAN GETEST PE'S

	Lading	Vertakt / lineair
K 131 L	+	Lineair
K133	+	Lineair
K232 (huidig op locatie)	++	Vertakt
K255	++++	Vertakt
Mix K133/255 (1:1)	++	Lineair + vertakt
BC 470	++	Lineair
BC 270	++	Vertakt
BC 55	+++	Lineair

De geteste PE's geven met het mesofiele slib een goede vlok. Bij de geteste PE's samen met thermofiel slib, ontstaat er redelijk snel draadvorming, een teken dat het PE reageert met het slib. Er ontstaat geen vlok waarbij een goede slib-waterscheiding ontstaat. Het verhogen van de dosering geeft geen vlokken, maar een slijmerige massa. Bij een hoge dosering (richting 20 g PE<sub>actief</sub>/kg ds) ontstaan grotere vlokken. Het centraat blijft echter zwart, totdat er nogmaals een extra dosering (+/- 20% erbij) wordt toegevoegd. Van de geteste PE's reageert K133 het snelst, maar vlokvorming blijft ook daar lang uit.

Nadat het PE een vlok heeft gevormd met het thermofiele slib, leidt menging tot het weer uiteenvallen van de vlokken. Indien het PE in één keer wordt toegevoegd is dit effect van uit elkaar vallen sterker dan wanneer het PE geleidelijk wordt toegevoegd. De beste vlok wordt gevormd indien het PE rustig handmatig wordt geroerd in plaats van de procedure met mechanische menging. Dit geeft aan dat de combinatie PE-slib niet leidt tot een stevige vlok.

Om te kijken of het verschil in effect tussen mesofiele en thermofiele slib wordt veroorzaakt door het pH verschil van het slib, is de pH van het thermofiele slib verlaagd van 7,8 naar 7,3. Dit heeft geen merkbaar effect op de benodigde dosering. Er is een indicatieve test uitgevoerd met dosering van ijzer. Met een hoge dosering rond 20 meq/l is er geen verandering waarneembaar in de vlokvorming.

#### 4.3 INSCHATTING ONTWATERBAARHEID

Om de ontwaterbaarheid van de slibstromen in te schatten zijn op 13 juli de volgende monsters genomen:

1. Mesofiel slib (full scale)
2. Thermofiel slib (pilot)

In de onderstaande tabel is de samenstelling van deze stromen weergegeven.

TABEL 2

DS% OS% EN PH VAN MESOFIEL EN THERMOFIEL SLIB

	Mesofiel	Thermofiel
DS%	4,6	4,8
OS% (van DS)	54,1	54,4
pH	7,4	7,8

### 4.3.1 CST

Om een eerste indruk te krijgen van de ontwaterbaarheid van de slibstromen is de CST bepaald. Dit wordt bepaald zonder dosering van PE. In onderstaande tabel zijn de CST waarden weergegeven. Een toename in de CST komt overeen met een slib met een lagere ontwaterbaarheid.

TABEL 3 CST WAARDEN (SECONDEN) VAN MESOFIEL EN THERMOFIEL SLIB

Slibstroom	CST (seconden)
Mesofiel (13 juli)	560
Thermofiel (13 juli)	1.450
Thermofiel (13 juli) met Fe dosering (1.500 meq/kg DS)	1.080

Op basis van de CST waarden komt naar voren dat de ontwaterbaarheid van het thermofiele slib lager is dan het mesofiele slib. De CST waarden voor thermofiel slib zijn hoger dan die van het mesofiele slib. Daarom is er voor gekozen om bij het verkennende onderzoek al te kijken naar de invloed van chemicaliëndosering op de ontwaterbaarheid. Er is getest met dosering van ijzer met een hoge dosering (0,8 meq/g DS, 40 meq/l). Dit leidde tot een verlaging van de CST naar 1.080 sec. Een duidelijke verbetering, maar nog steeds aanzienlijk langer dan de CST waarde van mesofiel slib.

### 4.3.2 PE DOSERING

#### *Mesofiel slib*

Er zijn verkennende testen uitgevoerd met mesofiel slib. Er is getest bij welke PE dosering een vlok ontstond, wanneer deze stevig genoeg was om te persen en wanneer het centraat helder is.

TABEL 4 BENODIGD PE-VERBRUIK (G PE<sub>ACTIEF</sub>/KG DS) OM TE KOMEN TOT OPTIMALE VLOKVORMING EN HELDER CENTRAAT BIJ MESOFIEL SLIB

PE-type	PE-dosering tot vlokvorming	PE-dosering tot voring stevige vlok	PE-dosering voor verkrijgen helder centraat
470 BC	9	9	9
BC 270	10	11	10
255 xi	10	10	10
K232L	10	12	11
BC 55	8	8	8
K133L	8	8	8

Bij de meeste PE's leidt de benodigde PE dosering om een vlok te vormen ook tot een stevige vlok en een helder centraat. Dit geeft aan dat het vlokvormingsproces goed verloopt.

#### *Thermofiel slib*

In onderstaande tabel zijn de getallen voor het thermofiele slib weergegeven.

TABEL 5 BENODIGD PE-VERBRUIK (G PE<sub>ACTIEF</sub>/KG DS) OM TE KOMEN TOT OPTIMALE VLOKVORMING EN HELDER CENTRAAT BIJ THERMOFIEL SLIB

PE-type	PE-dosering tot vlokvorming	PE-dosering tot voring stevige vlok	PE-dosering voor verkrijgen helder centraat
470 BC	17	17	17
270 BC	17	21	22
255 xi	17	21	22
K232L	20	23	26
BC 55	13	15	16
<b>K133L</b>	<b>13</b>	<b>15</b>	<b>15</b>

De benodigde PE dosering voor vlokvorming is significant hoger voor het thermofiele dan het mesofiele slib. Bij PE 255xi is vanaf een dosering van 26 g PE<sub>actief</sub>/kg DS pas een schoon centraat. Op basis van deze testen is besloten om persproeven uit te voeren met 470 BC en K133L.

#### 4.3.3 PERSPROEVEN

Op basis van bovenstaande bevindingen zijn een aantal persproeven uitgevoerd met PE 470 BC en K133L. Om te beoordelen of een vertakt PE een ander resultaat geeft met persen dan een lineair PE is ook een test gedaan met K232. In onderstaande tabel zijn de resultaten voor de persproeven met het mesofiele slib weergegeven.

TABEL 6 RESULTATEN PERSPROEVEN MESOFIEL SLIB BIJ VERSCHILLENDE FE DOSERINGEN

	PE-dosering tot vlok (g PE <sub>actief</sub> /kg DS)	DS%	Centraat	Opmerkingen
<b>Mesofiel</b>				
470 BC				
0,3 eq Fe/kg DS	9	21,1	helder	Laat makkelijk los
0,6 eq Fe/kg DS	11	19,5	helder	Laat slecht los
1,0 eq Fe/kg DS	13	21,5	helder	Laat redelijk los
K133L				
0,3 eq Fe/kg DS	7,5	23,3	helder	Laat goed los
0,6 eq Fe/kg DS	9	23,1	helder	Laat goed los
1,0 eq Fe/kg DS	10	20,3	helder	Laat slecht los
K232	12	21,1	helder	Laat niet goed los

De lineaire PE's geven de hoogste ontwaterbaarheid, met name K133L.

In onderstaande tabel zijn de resultaten van de persproeven met het thermofiele slib weergegeven.

TABEL 7 RESULTATEN PERSPROEVEN THERMOFIEL SLIB BIJ VERSCHILLENDE FE DOSERINGEN

	PE-dosering tot vlok (g PE <sub>actief</sub> /kg DS)	DS%	Centraat	Opmerkingen
470 BC				
0,3 eq Fe/kg DS	14,5	19,4	donker	Laat slecht los
0,6 eq Fe/kg DS	17,0	21,8	helder	Laat slecht los
1,0 eq Fe/kg DS	n.b.	n.b.	n.b.	(niet te persen bij hogere dosering)
K133L				
0,3 eq Fe/kg DS	15,5	19,7	Donker	Laat slecht los
0,6 eq Fe/kg DS	14,5	16,8	Helder met vlokjes	Laat slecht los
1,0 eq Fe/kg DS	17,0	16,7	helder	Laat slecht los
K232				
0,3 eq Fe/kg DS	20	17,9	Zwart	Laat slecht los
0,6 eq Fe/kg DS	23	18,3	Donker	Laat slecht los
1,0 eq Fe/kg DS	26	20,0	helder	Laat slecht los

Ondanks de hogere doseringen, zijn de resultaten voor de ontwatering met thermofiel slib lager dan die van het mesofiele slib. Het geperste slib laat slecht los van het filterdoek, wat een indicatie is van een zwakke vlok. Dit wordt ook onderbouwd door de aanwezigheid van slib in het filtraat.

Door de dosering van Fe is minder PE nodig om te komen tot vlokvorming. Visueel leidt toevoeging van ijzer tot een betere vlok. Zodra er echter druk op het slib wordt gezet, blijkt de sterkte van de vlok niet optimaal te zijn. Het slib plakt vast aan het zeefdoek, wat een indicatie is voor een niet optimale persing. Mogelijk dat de fijne vlokken het zeefdoek laten verstoppert, waardoor een goed ontwateringsresultaat niet kan worden aangetoond. Het centraat blijkt nu wel helder.

#### 4.4 BEVINDINGEN VERKENNENDE TESTEN

Op basis van de verkennende testen komt naar voren dat het mesofiele slib goed ontwatert. Met een PE-verbruik van 8-12 g PE<sub>actief</sub>/kg DS wordt een goede vlok gevormd met een helder centraat. Deze vlokken zijn goed te persen. PE BC470 en K133 lijken een betere ontwatering te geven van mesofiel slib dan het huidige PE K232.

Thermofiel slib is lastiger te ontwateren. Het vormen van een stevige vlok die geperst kan worden met schoon centraat is sterk afhankelijk van de dosering en manier van toedienen van het PE. Er is daarom geoptimaliseerd om te komen tot een PE met goede ontwateringsresultaten. Het beste resultaat wordt verkregen met PE BC470L en K133L, beide lineair PE's. Dit PE is 41% actief en heeft een kationiteit van ca 70%. Het is een lineair polymeer. K133L is ook een lineair polymeer met een activiteit van 46%. De kationiteit is met 60% iets lager dan dat van BC470L.

Voor een ontwatering van het thermofiele slib is een dosering nodig van 13- 17 g PE<sub>actief</sub>/kg DS. Bij het persen blijft de slibkoek makkelijk plakken aan het filterdoek en gaat er regelmatig slib door het filter. Dit geeft aan dat de gevormde vlok niet optimaal is.

Toevoeging van Fe aan het thermofiele slib leidt tot een verlaging van het benodigde PE om te komen tot vlokvorming. De vlok is visueel beter, maar dit komt niet naar voren uit de resultaten van de persproeven.

De verkennende testen geven aan dat voor beide slibsoorten PE BC470 en K133 goede vlokvorming geeft met een schoon centraat. Daarom zijn deze PE's voor beide slibsoorten gebruikt in het verdere onderzoek.



# 5

## VERDIEPENDE TESTEN

### 5.1 TESTEN MET GESTRIPT SLIB DOOR BELUCHTING

Het pilotonderzoek bestond naast een thermofiele vergisting ook uit een stap waarbij stikstof uit het uitgegist slib werd verwijderd. In de eerste fase van het onderzoek, werd dit gedaan door het slib te beluchten, waardoor de pH omhoog ging. Hierdoor is het  $\text{NH}_4$  uit het slib gestript. De batch duurde in totaal 24 uur, waarbij na 6 uur en na afloop monsters zijn verzameld. De hoeveelheid slib die na 6 uur beschikbaar was, was beperkt (ca. 10 liter) om het verloop van de batch niet te beïnvloeden. Op 18 augustus zijn monsters verzameld van de volgende stromen:

1. Mesofiel slib (full scale)
2. Thermofiel slib (pilot)
3. Thermofiel slib na beluchting na 6 uur
4. Thermofiel slib na beluchting na 24 uur

In de onderstaande tabel is de samenstelling van deze stromen weergegeven.

TABEL 8 DS%, OS% EN PH VAN MESOFIEL, THERMOFIEL EN GESTRIPT SLIB

	x100	Thermofiel	Thermofiel (gestript) 6 uur	Thermofiel (gestript) 24 uur
DS%	4,2%	4,0	4,3	4,6
OS% (van DS)	53,8%	54,6	55,5	54,7
pH	7,4	7,9	9,4	8,1

Opvallend is de hoge pH van het monster dat gedurende 6 uur is gestript. Na 24 uur strippen is de pH weer gezakt.

#### 5.1.1 CST

Van de verschillende slibstromen is de CST bepaald. In onderstaande tabel zijn de resultaten weergegeven.

TABEL 9 CST WAARDEN VAN MESOFIEL, THERMOFIEL EN GESTRIPT SLIB NA DOSERING VAN FE

CST (seconden)				
<i>Fe-dosering meq/g ds</i>	-	0,3	0,6	1,0
Mesofiel	420	305	250	185
Thermofiel	1.260	1.060	890	820
Thermofiel (gestript) 6 uur	1.665	n.b.	1.130	895
Thermofiel (gestript) 24 uur	1.960	1.470	1.155	865

De CST van zowel het mesofiele als het thermofiele slib zijn verbeterd ten opzichte van de verkennende testen. De CST van het thermofiele slib is nog steeds aanzienlijk langer dan die van het mesofiele slib. De CST van het gestripte slib is nog langer dan het niet gestripte slib. Naarmate de batchtijd langer is, wordt ook de gemeten CST langer. Zoals uit eerder onderzoek

naar voren is gekomen, heeft beluchten een negatieve invloed op de ontwaterbaarheid van uitgegist slib.

Dosering van Fe aan de verschillende slibstromen leidt tot een duidelijke afname van de CST. Bij het thermofiele slib lijkt een afvlakking van het effect bereikt te worden bij een CST waarde van ca 800-900 seconden. Er is niet met een hogere dosering getest bij de verdiepende testen. Bij de verkennende testen is wel een hogere dosering (1,5 meq/g DS) getest met thermofiel slib, maar dit leidde tot een waarde van 1.080 seconden.

Hoewel de CST van het thermofiele slib aanzienlijk afneemt na dosering van Fe, blijft het verschil ten opzichte van het mesofiele slib groot.

TABEL 10 CST WAARDEN VAN MESOFIEL, THERMOFIEL EN GESTRIPT SLIB NA DOSERING VAN MG

CST (seconden)				
Mg-dosering meq/g ds	-	0,3	0,6	1,0
Mesofiel	420	360	355	355
Thermofiel	1.260	1.105	1.085	1.050
Thermofiel (gestript) 6 uur	1.665	n.b.	1.405	1.245
Thermofiel (gestript) 24 uur	1.960	n.b.	n.b.	1.420

Vanwege de zeer lange CST is met magnesium alleen getest met de hogere doseringen. Verhoging van de dosering van Mg bij de mesofiele slibstroom leidt bij 0,6 en 1,0 meq/g DS niet tot een verbetering ten opzichte van de dosering van 0,3 meq/g DS. Bij de dosering aan het thermofiele slib is ook een beperkte verbetering waarneembaar na het verhogen van de dosering. Het grootste effect is te zien bij het gestripte slib. Hoewel de verbetering hier het grootst is, is de CST na een dosering van 1 meq/g DS nog hoger dan het thermofiele slib.

Het effect van dosering van Mg op het thermofiele slib is minder sterk dan dosering van Fe. Het grootste effect is te zien op het gestripte slib.

TABEL 11 CST WAARDEN VAN MESOFIEL, THERMOFIEL EN GESTRIPT SLIB NA DOSERING VAN CA

CST (seconden)				
Ca-dosering meq/g ds	-	0,3	0,6	1,0
Mesofiel	420	350	330	300
Thermofiel	1.260	n.b.	n.b.	950
Thermofiel (gestript) 6 uur	1.665	n.b.	n.b.	1.070
Thermofiel (gestript) 24 uur	1.960	n.b.	n.b.	1.470

Dosering van Ca leidt bij het mesofiele slib tot een verlaging van de CST. Deze verlaging is groter dan met dosering van Mg, maar lager dan dosering van Fe. Ditzelfde geldt voor het thermofiele slib. Bij het gestripte slib is het effect van dosering van Ca op de batch na 6 uur groter dan dosering van Mg, maar bij het slib van de batch na 24 uur lager dan bij dosering van Mg. In alle gevallen blijft de CST ver achter in vergelijking met het mesofiele slib. De CST van het gestripte slib van de batch na 6 uur ligt nu wel lager dan het thermofiele slib zonder dosering.

### 5.1.2 STREAMING CURRENT

In onderstaande tabellen zijn de hoeveelheden PE opgenomen die nodig zijn geweest om per slibsoort het iso elektrisch punt (= 0 mV) te bereiken. Deze waarden zijn omgerekend van toegevoegde hoeveelheid milliliter PE naar specifiek PE-verbruik (g PE<sub>actief</sub>/kg DS). Voor beide slibsoorten is gebruik gemaakt van PE BC470.

TABEL 12

## BENODIGDE PE DOSERING NA DOSERING FE OM TE KOMEN TOT 0 MV BIJ GENOEMDE SLIBSTROMEN

g PE <sub>actief</sub> /kg DS				
<i>Fe-dosering meq / g ds</i>	-	0,3	0,6	1,0
Mesofiel	16,8	19,2	15,0	13,8
Thermofiel	26,0	24,4	20,3	19,2
Thermofiel (gestript) 6 uur	49,8	n.b.	28	21,5
Thermofiel (gestript) 24 uur	40,8	45	30	23

De hoeveelheid PE bij het mesofiele slib is lager dan de overige slibstromen. Bij het thermofiele slib is de hoeveelheid om te komen tot het iso electrisch punt met bijna 50 g PE/kg DS hoog. Hoewel deze waarde in triplo is bepaald, lijkt het niet een realistische waarde. Wat wel duidelijk wordt is dat voor het thermofiele en gestripte slib aanzienlijk meer PE nodig is voor een optimale vlokvorming. Dit was ook uit de verkennende testen met PE naar voren gekomen.

Toevoeging van Fe aan het thermofiele slibmonster leidt tot een verlaging van de negatieve lading van -920 mV bij geen dosering tot -720 mV na dosering van 1,0 meq/g DS. De beginlading van het thermofiele slib na strippen is -1.100 mV. Dit neemt af naar -660 mV na dosering van 1,0 meq/g DS.

TABEL 13

## BENODIGDE PE DOSERING NA DOSERING VAN MG OM TE KOMEN TOT 0 MV BIJ GENOEMDE SLIBSTROMEN

g PE <sub>actief</sub> /kg DS				
<i>Mg-dosering meq / g ds</i>	-	0,3	0,6	1,0
Mesofiel	16,8	15,8	13,9	12,7
Thermofiel	26,0	23,8	22,7	21,9
Thermofiel (gestript) 6 uur	49,8	n.b.	31,2	36,3
Thermofiel (gestript) 24 uur	40,8	n.b.	n.b.	38,9

Dosering van Mg leidt bij alle slibstromen tot een verlaging van de benodigde PE dosering om te komen tot 0 mV. Opvallend is de toenemende waarde bij het gestripte slib (6 uur) na dosering van 1,0 meq/g DS. Wat wel duidelijk is dat deze waarden allen meer dan 100% hoger zijn dan voor mesofiel slib en meer dan 50% hoger in vergelijking met het niet gestripte thermofiele slib.

TABEL 14

## BENODIGDE PE DOSERING NA DOSERING VAN CA OM TE KOMEN TOT 0 MV BIJ GENOEMDE SLIBSTROMEN

g PE <sub>actief</sub> /kg DS	Blanco	CaCl <sub>2</sub> meq/g ds		
Slibstroom		0,3	0,6	1,0
Mesofiel	16,8	n.b.	n.b.	n.b.
Thermofiel	26,0	n.b.	n.b.	n.b.
Thermofiel (gestript) 6 uur	49,8	n.b.	30	32
Thermofiel (gestript) 24 uur	40,8	n.b.	n.b.	32

Vanwege de benodigde tijd per monster, is met calcium alleen gekeken naar het effect op het gestripte slib. Het effect van dosering van 1,0 meq/g DS is bij Ca hoger van bij Mg, maar lager dan bij dosering van Fe. Evenals bij verhoging van de dosering van 0,6 naar 1,0 meq/g DS bij het gestripte slib na 6 uur, neemt de benodigde PE dosering om te komen tot 0 mV toe.

### 5.1.3 PERSPROEVEN

In onderstaande tabel staande resultaten weergegeven van de persproeven van de diverse slibstromen.

TABEL 15 RESULTATEN PERSPROEVEN MESOFIEL EN THERMOFIEL SLIB

	PE-dosering	DS%	Centraat
<b>Mesofiel</b>			
470 BC			
Blanco	9	23%	helder
470 BC			
0,6 eq Fe / kg DS	7	23,5%	
1,0 eq Fe / kg DS	7	23,5%	helder
<b>Thermofiel</b>			
Blanco	15	18%	
470 BC			
0,6 eq Fe / kg DS	10	20%	
1,0 eq Fe / kg DS	10	19,5%	
470 BC			
0,6 eq Mg / kg DS	10	17,5%	
1,0 eq Mg / kg DS	10	18%	
<b>Thermofiel gestript na 24h</b>			
Blanco	10	17,5%	
470 BC			
0,6 eq Fe / kg DS	10	17,5%	
1,0 eq Fe / kg DS	10	18%	
470 BC			
0,6 eq Mg / kg DS	10	18%	
1,0 eq Mg / kg DS	10	20%	
470 BC			
0,6 eq Mg / kg DS	12	19%	
0,6 eq Mg / kg DS	14	21%	

Op basis van de persproeven komt naar voren dat dosering van Fe een positieve invloed heeft op de ontwaterbaarheid. Door toevoeging van Fe is een lagere PE-dosering nodig om te komen tot vlokvorming. De toevoeging van Fe leidt niet tot een structureel hoger DS% van de slibkoek. De ontwaterbaarheid van thermofiel slib, en zeker dat van gestript slib, blijft duidelijk achter bij het mesofiele slib.

Dosering van Mg in plaats van Fe leidt bij het thermofiele slib niet tot een verbetering van het ontwateringsresultaat. Dosering aan het gestripte slib laat wel een hoger drogestofgehalte van de slibkoek zijn. Dit resultaat wordt echter vertekend doordat er ook een hogere PE dosering nodig is voor een goede vlokvorming.

### 5.2 TESTEN MET GESTRIPT SLIB NA DOSERING MAGNESIUMHYDROXIDE

Aansluitend aan de verkennende testen en de verdiepende testen van het mesofiele, thermofiele en gestripte slib, zijn verdiepende testen uitgevoerd met gestripte slib na dosering magnesiumhydroxide.

Op 2 september zijn monsters verzameld van de volgende stromen:

1. Mesofiel slib (full scale)
2. Thermofiel slib (pilot)
3. Thermofiel slib na strippen na 6 uur (na dosering magnesiumhydroxide)

In de onderstaande tabel is de samenstelling van deze stromen weergegeven.

TABEL 16

DS%, OS% EN PH VAN MESOFIEL, THERMOFIEL EN GESTRIPT SLIB

	Mesofiel	Thermofiel	Thermofiel (gestript) 6 uur**	Thermofiel (gestript) 6 uur***
DS%	4,1%	3,5	7,3 *	3,4
OS% (van DS)	63,2%	63,8	26,6 *	n.b.
pH	7,5	7,9	9,4	n.b.

\* = afwijkende waarde door aanwezigheid van struviet.

\*\* = Na dosering van  $Mg(OH)_2$  (monster 2 september)

\*\*\* = Na beluchting (monster van 20 september)

Het thermofiele gestripte slib heeft met een DS% van 7,3 een afwijkende waarde. Het organische stofgehalte van het slibmonster is sterk verlaagd, wat een duidelijke indicatie is dat er een anorganische stof (zand/struviet/neerslag) in het slib aanwezig is. Visueel is het slib wel vloeibaar en komt daarmee overeen met het slib van 18 augustus. Bij nadere bestudering blijken er 'korreltjes' in het slib te zitten. Het is niet duidelijk of dit struviet is of dat het gaat om neerslag van MgO of  $Mg(OH)_2$ . De fosfaatconcentratie in het slib is beperkt en daarmee lijkt het niet voor de hand te liggen dat de gehele verandering is veroorzaakt door de vorming van struviet. Mogelijk zijn de gedoseerde kristallen niet goed opgelost.

Door de afwijkende drogestofgetallen is de dosering voor kationen en PE nu gebaseerd op een vergelijkbaar organische stofgehalte als in eerdere monsters. Er wordt nu dus gedoseerd op basis van het 'slib'-drogestof en niet op het 'totaal'-drogestof. Door de aanwezigheid van neerslag en struviet is nu goed te testen wat de invloed is van het struviet op de ontwaterbaarheid van het slib.

Aanvullend op de monsters na dosering van  $Mg(OH)_2$  zijn op 20 september monsters genomen van het slib dat gestript is zonder dosering van Mg, maar met beluchting. De bevindingen van de ontwateringstesten zijn hieronder beschreven.

### 5.2.1 CST

Van de verschillende slibstromen is de CST bepaald. In onderstaande tabel zijn de resultaten weergegeven.

TABEL 17

CST WAARDEN VAN MESOFIEL, THERMOFIEL EN GESTRIPT SLIB NA DOSERING VAN FE

CST (seconden)				
Fe-dosering meq / g ds	-	0,3	0,6	1,0
Mesofiel	421	334	244	184
Thermofiel	1262	1063	920	821
Thermofiel (gestript) 6 uur	1664	-	1129	896
Thermofiel (gestript) 24 uur	1960	1471	1158	868
Thermofiel (gestript) 6 uur, 2 <sup>e</sup> batch	2159	-	-	1060

De blanco waarden van CST van Thermofiel slib zijn meer dan 3 keer hoger dan het mesofiele slib. Zelfs na dosering van de hoge dosering aan ijzer is de CST nog twee keer hoger dan de blanco voor mesofiel. Dit geeft aan dat de ontwaterbaarheid van het thermofiele slib slechter is dan het mesofiele slib. Dosering van ijzer verbetert de ontwaterbaarheid wel, maar ook dit van het mesofiele slib.

TABEL 18 CST WAARDEN VAN MESOFIEL, THERMOFIEL EN GESTRIPT SLIB NA DOSERING VAN MG

CST (seconden)				
Mg-dosering meq / g ds	-	0,3	0,6	1,0
Mesofiel	421	359	358	355
Thermofiel	1262	1103	1084	1050
Thermofiel (gestript) 6 uur	1664	-	1458	1246
Thermofiel (gestript) 24 uur	1960	-	-	1423
Thermofiel (gestript) 6 uur, 2 <sup>e</sup> batch	2159	-	-	1514

Dosering van magnesium leidt tot een verlaging van de CST waarden, maar voor het thermofiele slib is nog steeds een sterk verhoogde CST gemeten ten opzichte van de mesofiele waarden. Bij dosering van Magnesium aan het mesofiele en thermofiele slib is er beperkte invloed van de hoogte van de dosering. Bij het thermofiele slib is alleen getest met de hoge dosering omdat de CST waarden zeer lang duurden.

TABEL 19 CST WAARDEN VAN MESOFIEL, THERMOFIEL EN GESTRIPT SLIB NA DOSERING VAN CA

CST (seconden)				
Ca-dosering meq / g ds	-	0,3	0,6	1,0
Mesofiel	421	350	330	299
Thermofiel	1262	-	-	954
Thermofiel (gestript) 6 uur	1664	-	-	1073
Thermofiel (gestript) 24 uur	1960	-	-	1470
Thermofiel (gestript) 6 uur, 2 <sup>e</sup> batch	2159	-	-	1563

Dosering van Calcium laat een verlaging van de CST waarden zien van het mesofiele en het thermofiele slib. De CST waarden van het thermofiele slib nemen fors af ten opzichte van de blanco's, maar zijn dan nog steeds 2 tot 3 keer hoger dan de CST waarde van mesofiel slib zonder dosering.

### 5.2.2 STREAMING CURRENT

Op basis van testen die door het waterschap zijn uitgevoerd lijkt er een grote relatie te zitten tussen de pH en de ontwaterbaarheid. Interessant hierbij is het effect van de pH in relatie tot de toegevoegde chemicaliën.

Het is van belang om na te gaan of het effect van de pH verlaging een verbetering veroorzaakt, of dat de toegevoegde chemicaliën hiervoor verantwoordelijk zijn. Er is daarom een test uitgevoerd met het thermofiele slib waarbij gekeken is naar de CST en de streaming current waarde met en zonder dosering van ijzer, bij verschillende pH's. Eerst is het ijzer gedoseerd (hoge dosering) en daarna is de pH aangepast.

Aan thermofiel slib is de hoge dosering ijzer toegevoegd. Dit geeft een verlaging van de pH van 7,9 tot 7,0. Slib met ijzer en zonder ijzertoevoeging is vervolgens met HCl op pH van 7,0, 6,0 en 5,0 gebracht. Er zijn ook testen uitgevoerd met het thermofiele slib zonder ijzerdosering, de zogenaamde blanco.

TABEL 20

VERGELIJKING CST EN STREAMING CURRENT BIJ THERMOFIEL SLIB BIJ VERSCHILLENDE PH'S

	CST (sec)	Beginlading (mV)	PE-verbruik (g PE <sub>actief</sub> /kg DS)	CST (sec)	Beginlading (mV)	PE-verbruik (g PE <sub>actief</sub> /kg DS)
		<i>met ijzerdosering</i>			<i>zonder ijzerdosering</i>	
pH 5	620	-61	14,26	760	-390	19,30
	510	-261	12,74	780	-334	18,29
	520	-302	13,32	780	-399	18,86
pH 6	620	-528	14,76	885	-608	31,68
	600	-461	15,70	845	-577	27,14
	585	-478	14,83			0,00
pH 7	690	-671	15,48	1020	-700	28,66
	690	-651	16,78			
		-586	16,70			
Blanco (pH 7,9)				1250	-390	19,30
				1270	-334	18,29
				1265	-399	18,86

Een verlaging van de pH van 7,9 naar 7 leidt al tot een verlaging van de CST waarden, zowel met als zonder dosering van ijzer. Een verder verlaging van de pH tot pH 5 leidt voor de situatie zonder ijzerdosering tot een verder verlaging van de CST waarde. Voor de situatie met ijzerdosering lijkt een verdere verlaging van de pH tot 5 weinig effect te hebben. In alle gevallen is de CST met dosering van ijzer lager dan zonder dosering van ijzer. Dit verschil komt helemaal duidelijk naar voren in de streaming current waarden. De hoeveelheid PE die nodig is om het isoelectrisch punt (= 0 mV) te bereiken is voor dosering met ijzer aanzienlijk lager dan zonder ijzerdosering. Het grootste effect lijkt dus te verwachten van ijzerdosering en minder van pH verlaging. Met het slib zijn verder geen proeven uitgevoerd om het effect te onderzoeken.

### 5.2.3 PERSPROEVEN

#### *Mesofiel slib*

Bij mesofiel slib is bij meerdere PE's een goede vlokvorming gevonden. De vlok ontstaat makkelijk, is stevig, en er ontstaat een goede scheiding met helder water. Het persen gaat goed met mesofiel slib. Er wordt weinig slib langs het filter geperst, het filtraat is helder, de koek haalt een goed DS percentage en laat goed los van het doek.

#### *Thermofiel en gestript slib*

Thermofiel slib reageert slechter. Het PE van Praestol, type BC 470 L, wat bij de verkennende test bij de verschillende slibben een behoorlijke vlok opleverde, voldeed nu niet. Ook testen met K131 L, K232L, K255L, BC 270L, K222L gaven geen tot beperkte vlokvorming. Er zijn diverse PE's, maar die geven pas bij een hogere (bijna 2 keer zoveel) PE-dosering een vlok, die niet al te stevig is. De vlok is iets minder stevig, bij te hard roeren gaat hij weer kapot.

Het gestripte slib, geeft bij slechts een zeer beperkt aantal PE's een vlok, maar deze is zeer instabiel. Het doseren en mengen luistert heel nauw en de resultaten laten zien, dat het persen van slib niet leidt tot representatieve resultaten. Bij het persen wordt veel slib langs het filterdoek geperst, waardoor een te dunne slibkoek overblijft.

Bij de eerste batch (2 september, dosering van MgOH<sub>2</sub>) is het wel gelukt om een vlok te krijgen met BC470. Daarvoor is wel een zeer hoge dosering nodig, en een aangepaste mengprocedure. 4/5 van het PE wordt onder hard mengen gedoseerd, waardoor het PE optimaal mengt en

er veel kleine vlokjes ontstaan. Door daarna onder rustig mengen het laatste deel PE toe te voegen ontstaat een redelijke vlok.

Bij een tweede batch (20 september, beluchting) reageerde het gestripte slib nog slechter. Ondanks testen met diverse PE's is het niet gelukt om een goed resultaat te halen met de persproef. Zelfs bij hoge dosering PE bleef het water zwart, en de vlok die ontstond ging bij lage druk (<1 bar) al kapot.

Dosering van PE aan het gestripte slib leidt tot 'sliertvorming' in het slib, wat wel duidt op een binding tussen het slib en het PE. *Tijdens PE doseren ontstaat na dosering van ca. 1/3 van het PE een slijmerige massa. Het slib reageert wel, maar er is nog eens 1/3 nodig voordat het vlokjes worden. Dan is nog eens 1/3 nodig om het water helder te krijgen.* Een verhoging van de PE-dosering leidt echter niet altijd tot een scheiding tussen water en slib. Zolang deze scheiding niet aanwezig is, is het ontwateren van slib niet mogelijk. Immers dient het vrije water uit de slibvlok geperst te worden.

Bovenstaande bevindingen geven aan dat de combinatie PE – slib niet optimaal is. De PE's die geselecteerd zijn door Necarbo blijken op het gestripte slib geen van allen een optimaal resultaat te geven. Een deel van het slib lijkt goed te reageren, maar vermoedelijk de fijne deeltjes in het slib reageren vrijwel niet.

Om een indruk te krijgen of de verslechtering van het ontwateringsresultaat is ontstaan door de vorming van colloïdale deeltjes in het thermofiele slib zijn aanvullende testen uitgevoerd. In het geval van aanwezigheid van colloïdale deeltjes, is namelijk mogelijk een PE nodig dat minder lading bevat (lager kationisch).

Het slib is 20 minuten op 4500 rpm gecentrifugeerd. Uit deze test is naar voren gekomen dat er een duidelijke verdeling is tussen de slibvlokken. Een aanzienlijk deel is met centrifugeren niet goed af te scheiden en blijft in de waterfractie aanwezig. Met deze fractie zijn diverse testen uitgevoerd om te bepalen of dit materiaal na dosering van PE een vlok kan vormen. Hiervoor zijn kationische, anionische en polyamine PE's gedoseerd. In verschillende hoeveelheden en combinaties. Bij geen van de geteste combinaties was sprake van vlokvorming, waarbij het slib in de minipers ontwaterd kon worden.

*Er zijn aanvullende testen gedaan met combinaties van PE, (50/50mix van 470/122, eerst 470 aangevuld met 122) maar zonder significante verbetering.*

Naast de kationische PE's is daarom ook beoordeeld of anionische PE's (diverse Magnaflocs) invloed hadden op de vlokvorming. Dit bleek niet het geval. Op basis van positieve praktijkervaringen met thermofiele vergisters is door Kemira C-577 (polyamine) ter beschikking gesteld. Hiermee is getest met een pure dosering, verdunde dosering en in diverse combinaties met PE's. Vaak is te zien dat het slib wel dikker wordt, maar er treedt geen slib-water scheiding op.

Om de invloed van het doseren van kationen te beoordelen is begonnen met het toevoegen van de een hoge dosering van 1,0 meq/g DS. Bij ijzer, magnesium en calcium leidde dit niet tot een verbetering van het vlokformingsproces. Aangezien dit een essentiële voorwaarde is voor het doen van representatief onderzoek, was het niet mogelijk om hiermee verder te testen.

In onderstaande tabel zijn de resultaten van de persproeven weergegeven met de diverse slibstromen.



TABEL 21 RESULTATEN PERSPROEVEN MESOFIEL EN THERMOFIEL SLIB

	PE-dosering (gr/kg DS)	DS% persproef	Centraat	Opmerking
Mesofiel (2-9)	12	22-24%	helder	Mengt makkelijk, koek laat goed los van filterdoek
Thermofiel 2-9	21	18-20%	Komen snel kleine vlokjes mee	Mengt redelijk, laat matig los van doek
Gestript 6 uur (2-9)	-	-		Geen stabiele vlok voor representatieve persing
Gestript 24 uur (20-9)	25	17-19%		Lastig te mengen, laat niet los van filterdoek
Gestript 24 uur 2-9	-	-		Geen stabiele vlok voor representatieve persing

Wat opvalt is dat ondanks de fors hogere PE-dosering er geen hoger DS% van het ontwaterde slib ontstaat.

### 5.3 ANALYSES

#### 5.3.1 SAMENSTELLING SLIBSOORTEN

Voor de proeven is gewerkt met twee verschillende slibsoorten: mesofiel en thermofiel vergist slib, waarbij mesofiel bij 35 °C is vergist en thermofiel slib bij 55 °C. Daarnaast is er gewerkt met gestript slib.

De onderstaande tabel geeft de samenstelling van het slib en het filtraat weer van deze slibstromen.

TABEL 22 RESULTATEN ANALYSES SLIB EN FILTRAAT VAN PERSPROEVEN VAN MESOFIEL EN THERMOFIEL SLIB TIJDENS TESTEN

Parameter	Eenheid	Mesofiel	Thermofiel	Mesofiel	Thermofiel	Gestript
		17-aug	17-aug	14-sep	14-9	14-sep
<b>Slibsamenstelling</b>						
Indamprest	% ds	4,5	4,75	4,02	3,5	4,07
N	g/kg ds	67	64	69	71	55
P	g/kg ds	31	29	39	34	30
Ca	g/kg ds	29	28	33	35	35
Mg	g/kg ds	4,5	4,5	5,6	5,2	5
Fe	g/kg ds	58	56	14 (55 obv meting SNB)	14	15
K	g/kg ds	5,9	6,7	7,4	7,1	6,4
Na	g/kg ds	11	12	16	18	15
<b>Slibwater (filtraat Marecopers)</b>						
NH <sub>4</sub>	mg N/l	919	1.100	917	800	330
PO <sub>4</sub>	mg P/l	36	30	14	19	20
Ca	mg/l	66	56	72	59	69
Mg	mg/l	24	14	34	21	34
Fe	mg/l	0,54	0,66	0,5	0,36	1,5
K	mg/l	170	170	170	150	160
Na	mg/l	420	390	510	450	500
<b>Kentallen kationen (Higgins, 1997)</b>						
Ca	meq/l	3,3	2,8	3,6	3,0	3,5
Mg	meq/l	1,9	1,1	2,7	1,7	2,7
Verhouding Ca/Mg	meq/meq	1,7	2,5	1,3	1,8	1,3
Verhouding Na/ (Ca+Mg)	meq/meq	3,5	4,3	3,5	4,2	3,5

De analyse resultaten van ammonium voor de mesofiele en thermofiele vergister geven zeer lage waarden. Deze zijn niet representatief en daarom zijn in de tabel de waarden opge-

nomen van de analyses van de full scale en pilotvergister, in plaats van het slibwater van de persproeven.

De samenstelling van de monsters van het mesofiele en thermofiele slib verschilt tussen augustus en september. Waar de concentraties van Ca en Mg in het slib in augustus hoger zijn dan in september, is de concentratie Fe juist lager in september. Indien de concentratie Fe in het slib van de pilot wordt vergeleken met het uitgegiste slib van de full scale reactor, valt op dat deze in juli vergelijkbaar is (full scale 55 g/kg DS en pilot 58 g/kg DS) en in september voor de pilot en full scale aanzienlijk lager zijn, met in de pilot 14 g/kg DS en in de full scale 15 g/kg DS). Echter geven de analyses van de slibeindverwerker een concentratie voor Fe van 55 g/kg DS voor de full scale vergister. Hoogstwaarschijnlijk is er een fout opgetreden in de analyse van deze monsters. De concentratie van fosfaat in het slibwater is in september ook lager dan in augustus. In september is het aandeel primair slib om laag gegaan in vergelijking tot de maand augustus. Dit heeft effect op de omzetting van organische stof, aangezien de afbreekbaarheid van primair slib groter is dan secundair slib. Dit kan de afname van het ammonium- en fosfaatgehalte verklaren.

In hoofdstuk 2 wordt onderzoek (Higgins, 1997) beschreven waarin wordt geconcludeerd dat de Ca en Mg concentratie minimaal 0,7 tot 2,0 meq/l moeten zijn voor een goede ontwatering. Bovendien zou de concentratie van beide ionen ongeveer gelijk moeten zijn. Op grond van deze vuistregel is het gehalte aan Ca in het slibwater van de verschillende slibstromen aan de hoge kant. Voor wat betreft het Mg voldoen beide monsters in augustus nog, maar in september voldoet alleen het thermofiele slib nog.

Hetzelfde onderzoek concludeert ook dat de ontwaterbaarheid verslechtert als verhouding natrium ten opzichte van de divalente kationen (Ca & Mg) groter is dan 2. Deze verhouding is voor alle slibstromen groter dan 2.

### 5.3.2 VERKENNENDE SLIBTESTEN

Tijdens de persproeven zijn er monsters genomen van het filtraat van mesofiel en thermofiel slib en van thermofiel slib waaraan  $\text{FeCl}_3$  is gedoseerd. In onderstaande tabel is de samenstelling van het filtraat weergegeven.

TABEL 23 RESULTATEN ANALYSES FILTRAAT VAN PERSPROEVEN VAN MESOFIEL EN THERMOFIEL SLIB MET VERKENNENDE TESTEN

		Mesofiel	Mesofiel	Thermofiel	Thermofiel	Thermofiel	Thermofiel
						2 eq Fe/kgDS	2 eq Fe/kgDS
$\text{NH}_4\text{-N}$	mg/l	-	-	-	-	-	-
$\text{PO}_4\text{-P}$	mg/l	36	32	30	27	0,02	0,02
Ca	mg/l	66	64	56	53	94	71
Fe	ug/l	540	320	660	500	2.500	660
K	mg/l	170	160	170	170	200	180
Mg	mg/l	24	23	14	14	25	20
Na	mg/l	420	410	390	400	450	420
<b>Kentallen kationen (Higgins, 1997)</b>							
Ca	Meq/l	3,3	3,2	2,8	2,7	4,7	3,6
Mg	Meq/l	1,9	1,8	1,1	1,1	2,0	1,6
Verhouding Ca/Mg	Meq/meq	1,7	1,7	2,5	2,4	2,4	2,2
Verhouding Na/(Ca+Mg)	Meq/meq	3,5	3,5	4,3	4,6	2,9	3,5

Opvallend is dat de dosering van Fe zorgt voor een toename van Ca en Mg. Waarschijnlijk verdringt Fe het Ca en Mg in neerslagen. De aanname is dat ijzerfosfaat bv stabiel is dan calciumfosfaat of struviet. Door het vrijmaken van Ca en Mg verbetert de verhouding mono-valent/divalente kationen.

Evenals bij de eerdere analyses worden voor ammonium zeer lage concentraties gemeten. Deze zijn niet representaties en daarom niet opgenomen in de tabel.

De verhouding van Ca/Mg is bij het mesofiele slib het gunstigst. Bij het thermofiele slib is deze met een waarde van 2,2-2,5 beduidend hoger. De verhouding Na/(Ca+Mg) is voor het thermofiele slib het hoogst. Voor mesofiel en thermofiel slib met dosering van FeCl<sub>3</sub> is deze redelijk gelijk. Waarschijnlijk is alle Fe dat gedoseerd is neergeslagen. De fosfaatconcentratie in beide monsters met Fe dosering is laag, wat deze aanname versterkt.

### 5.3.3 VERDIEPENDE TESTEN

In onderstaande tabel zijn de analyse resultaten gegeven van de analyse resultaten van de monsters die genomen zijn tijdens de verdiepende testen. Van de stromen zijn de blanco's getest, zonder dosering van FeCl<sub>3</sub>. Daarna is per stroom een dosering van 1,0 eq/kg DS getest bij zowel een PE-verbruik van 5,5 als bij 9 g PE<sub>actief</sub>/kg DS.

TABEL 24 RESULTATEN ANALYSES FILTRAAT VAN PERSPROEVEN VAN MESOFIEL EN THERMOFIEL SLIB MET VERDIEPENDE TESTEN MET 1,0 EQ FE/KG DS

PE		9		5,5		9		5,5		
		Mesofiel		Thermofiel		Gestript 24h				
		blanco	Fe	Fe	blanco	Fe	Fe	blanco	Fe	Fe
NH <sub>4</sub> -N	mg/l	-	-	-	-	-	-	330	350	370
PO <sub>4</sub> -P	mg/l	14	0,21	0,013	19	0,02	0,09	20	0,05	0,15
Ca	mg/l	72	130	94	59	110	97	69	195	160
Fe	mg/l	0,50	4,0	0,60	0,36	2,80	2,2	1,5	13	7
K	mg/l	170	170	170	150	160	170	160	165	175
Mg	mg/l	34	45	39	21	32	30	34	60	55
Na	mg/l	510	490	490	450	470	510	500	550	550
<b>Kentallen kationen (Higgins, 1997)</b>										
Ca	Meq/l	3,6	6,5	4,7	3,0	5,5	4,9	3,5	8,0	9,8
Mg	Meq/l	2,7	3,6	3,1	1,7	2,6	2,4	2,7	4,4	4,8
Verhouding Ca/Mg	Meq/meq	1,3	1,8	1,5	1,8	2,1	2,0	1,3	1,8	2,0
Verhouding Na/(Ca+Mg)	Meq/meq	3,5	2,1	2,7	4,2	2,5	3,0	3,5	1,9	1,6

De monsters van het gestripte slib zijn 5 maal verdund voorafgaand aan filtratie. Anders waren de monsters niet te filteren. De waarden in de tabel zijn de analyse resultaten gecorrigeerd voor de verdunning.

Door dosering van het FeCl<sub>3</sub> wordt het in het slib aanwezige fosfaat geheel gebonden. In het thermofiele slib is meer fosfaat dan in het mesofiele slib. Opvallend is de relatief hoge concentratie van het ijzer in het gestripte slib na dosering van ijzer. De ijzerconcentratie in het filtraat na ontwatering van het mesofiele slib met 5,5 g PE is met 0,6 mg/l lager dan verwacht. De verhouding tussen Ca/Mg neemt toe na dosering van FeCl<sub>3</sub>. De verhouding Na/(Ca+Mg) neemt juist af na dosering van FeCl<sub>3</sub>. De verhouding is nu gunstiger voor ontwatering van het slib.

Evenals bij de resultaten van de verkennende testen, in tabel 24, is bij de verdiepende testen, tabel 25, te zien dat dosering van Fe leidt tot release van Ca en Mg. Bij het stowa onderzoek 2016-11 nam het gehalte opgelost Mg toe door de dosering van Fe. Mogelijk dat de Fe dosering

struviet in oplossing laat gaan of dat Fe uitgewisseld wordt tegen Mg in de slibmatrix. Echter werd in datzelfde onderzoek gemeten dat het gehalte opgelost Ca afneemt door de dosering van Fe. Dit verschilt met de metingen uit onderliggend onderzoek. Om uit te zoeken of dit specifiek is voor dit slib om voor thermofiele slibgisting, is aanvullend onderzoek nodig.

In onderstaande tabel zijn de analyse resultaten gegeven van de analyse resultaten van de monsters die genomen zijn tijdens de verdiepende testen. Van de stromen zijn de blanco's getest, zonder dosering van  $MgCl_3$ . Daarna is per stroom een dosering van 1,0 eq/kg DS getest bij zowel een PE-verbruik van 5,5 als bij 9 g  $PE_{actief}/kg$  DS.

TABEL 25 RESULTATEN ANALYSES FILTRAAT VAN PERSPROEVEN VAN MESOFIEL EN THERMOFIEL SLIB MET VERDIEPENDE TESTEN MET  $MgCl_3$

PE		5,5		9		9		5,5		5,5		9	
		Mesofiel				Thermofiel				Gestript 24h			
		blanco	Mg	Mg	blanco	Mg	Mg	blanco	Mg	Mg	blanco	Mg	Mg
$NH_4$ -N	mg/l	-	-	-	-	-	-	-	-	330	360	360	
$PO_4$ -P	mg/l	14	1,7	1,10	19	0,98	1,80	20	27,5	24			
Ca	mg/l	72	110	120	59	110	97	69	125	140			
Fe	mg/l	0,50	0,30	0,30	0,36	1,10	1,10	1,5	1,5	1,5			
K	mg/l	170	170	160	150	170	170	160	180	190			
Mg	mg/l	34	250	450	21	360	230	34	275	430			
Na	mg/l	510	480	460	450	490	500	500	550	550			
<b>Kentallen kationen (Higgins, 1997)</b>													
Ca	Meq/l	3,6	5,5	6,0	3,0	5,5	4,9	3,5	6,3	7,0			
Mg	Meq/l	2,7	20	36	1,7	28,8	18,4	2,7	22	34,4			
Verhouding Ca/Mg	Meq/ meq	1,3	0,3	0,2	1,8	0,2	0,3	1,3	0,3	0,2			
Verhouding Na/(Ca+Mg)	Meq/ meq	3,5	0,8	0,5	4,2	0,6	0,9	3,5	0,8	0,6			

De monsters van het gestripte slib zijn 5 maal verdund voorafgaand aan filtratie. Anders waren de monsters niet te filtreren. De waarden in de tabel zijn de analyse resultaten gecorrigeerd voor de verdunning.

De monsters van het mesofiele en thermofiele slib hebben een opvallend lage ammoniumconcentratie. Deze zijn niet representatief en daarom niet opgenomen in de tabel. De concentratie ammonium in het gestripte filtraat is wel representatief.

Bij het mesofiele en thermofiele slib waaraan Mg is gedoseerd is het fosfaatgehalte lager dan in de blanco's. Dit geldt niet voor het gestripte slib. Dosering van Mg leidt tot een toename van het fosfaatgehalte. Deze filtraatmonsters zijn voor filtratie verdund en mogelijk heeft dit een invloed gehad. Dit lijkt voor de hand te liggen aangezien de concentraties voor Ca en Na ook toenemen na dosering van Mg.

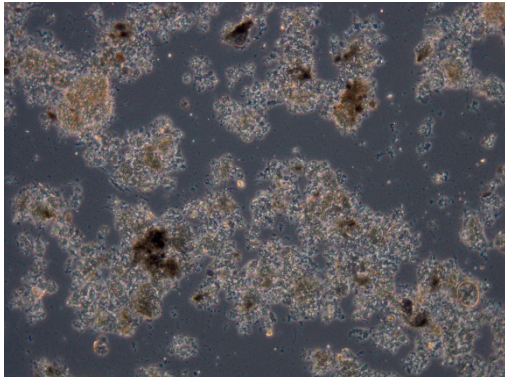
Zoals eerder naar voren kwam is een Ca en Mg concentratie van minimaal 0,7 tot 2,0 meq/l optimaal voor een goede ontwatering. Bovendien zou de concentratie van beide ionen ongeveer gelijk moeten zijn. De concentratie van Mg is na dosering van Mg veel hoger dan 2,0. De concentratie van Ca neemt na dosering toe, maar de verhouding Ca/Mg komt erg scheef te liggen.

De verhouding Na en Mg verbetert na dosering van  $MgCl_3$ .

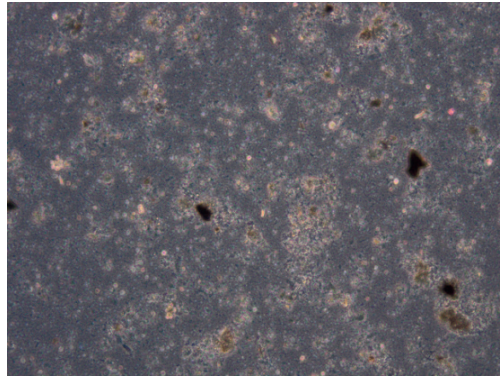
## 5.4 AANVULLENDE BEOORDELING SLIBVLOKKEN

### 5.4.1 MICROSCOPISCH SLIBBEELD

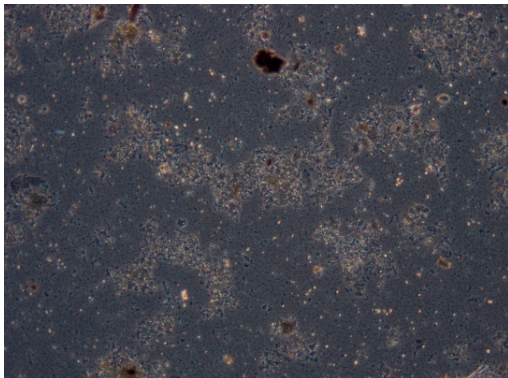
Op basis van de visuele waarneming tijdens de persproeven, lijkt het thermofiele slib veel fijner dan het mesofiele slib. Om hier een indruk van te krijgen zijn de verschillende slibstromen microscopisch beoordeeld. Er is tevens gekeken naar slib na dosering van ijzer en thermofiel slib met een pH van 6.



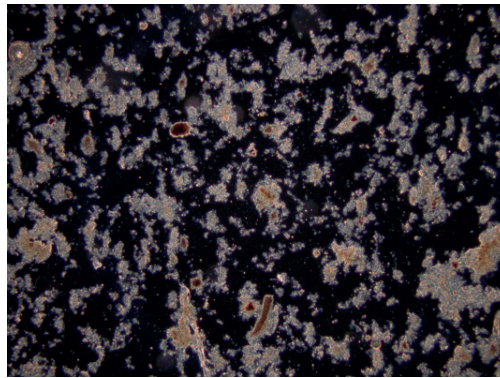
MESOFIEL SLIB



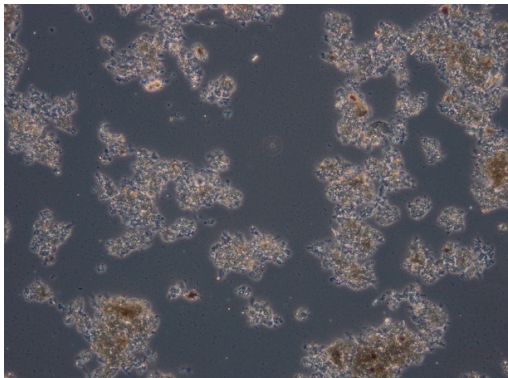
THERMOFIEL SLIB



THERMOFIEL GESTRIPT SLIB



GESTRIPT THERMOFIEL MET IJZER



GESTRIPT THERMOFIEL MET PH = 6 (VERDUND EN VERGROOT)

De slibvlokken van het mesofiele slib zijn aanzienlijk groter dan die van het thermofiele slib. Het thermofiele slib is veel fijner van structuur.

### 5.4.2 DEELTJESGROOTTEVERDELING

Omdat de ontwaterbaarheid van het slib duidelijk achterbleef bij de verwachting, is door Safic-Alcan Nocarbo BV de deeltjesgrootteverdeling van mesofiel, thermofiel slib en gestript

slib bepaald. Dit was om in te schatten hoe de deeltjesgrootteverdeling verandert in de verschillende stromen. In onderstaande tabel zijn de resultaten weergegeven.

TABEL 26 RESULTATEN VAN DEELTJESGROOTTEVERDELING VAN MESOFIEL, THERMOFIEL VERGIST EN GESTRIPT SLIB VAN DE PILOT

	< 0,4 $\mu\text{m}$	< 1 $\mu\text{m}$	< 5 $\mu\text{m}$	< 10 $\mu\text{m}$	< 25 $\mu\text{m}$	< 50 $\mu\text{m}$	< 75 $\mu\text{m}$	< 100 $\mu\text{m}$
Mesofiel	0,0044%	0,40%	2,32%	4,84%	15,4%	35,5%	51,9%	65,3%
Thermofiel	0,019%	1,36%	7,79%	15,1%	34,9%	68,6%	97,1%	100%
Gestript	0,018%	1,74%	10,6%	18,4%	19,0%	73,2%	99,9%	100%

TABEL 27 RESULTATEN VAN DEELTJESGROOTTEVERDELING VAN MESOFIEL, THERMOFIEL VERGIST EN GESTRIPT SLIB VAN DE PILOT

	( $\mu\text{m}$ )	Gemiddelde grootte	$d_{10}$	$d_{50}$	$d_{90}$
Mesofiel		86,0	17,6	70,6	186,6
Thermofiel		36,5	6,4	34,2	67,7
Gestript		32,7	4,6	32,1	60,9

Het mesofiele slib heeft een gemiddelde waarde van 86,01  $\mu\text{m}$ . Van het thermofiele slib is de gemiddelde waarde 36,53  $\mu\text{m}$ , wat duidelijk lager is. Opvallend is tevens dat 100% van de deeltjes kleiner is dan 100  $\mu\text{m}$ . De gemiddelde deeltjesgrootte van het gestripte slib is 32,73  $\mu\text{m}$ . 99,9% van de deeltjes is al kleiner dan 75  $\mu\text{m}$ . Waar voor het mesofiele slib nog een fractie van 35% groter is dan 100  $\mu\text{m}$ , is dit voor het thermofiele slib 0%! Dit geeft aan dat het thermofiele slib een sterke invloed heeft op de deeltjesgrootteverdeling. Het strippen zorgt voor een verdere verkleining van het slib.

De deeltjesgrootteverdeling is van sterke invloed op de effectiviteit van het PE. Immers als er veel meer kleine slibvlokjes zijn, zullen meer actieve bindingen nodig zijn om een persbare vlok te krijgen.

## 5.5 BEVINDINGEN VERDIEPENDE TESTEN

De ontwaterbaarheid van de verschillende slibstromen gebaseerd op de CST laat zien dat die van het thermofiele slib lager is dan van het mesofiele slib. Het gestripte slib heeft de laagste ontwaterbaarheid. De ontwaterbaarheid van het gestripte slib neemt af bij een langere verblijftijd in het stripproces.

Dosering van  $\text{FeCl}_3$  leidt tot verbetering van de CST waarden voor alle stromen. Het effect neemt toe bij hogere doseringen. De afname van de CST bij gestript slib is het grootst bij doseringen tot 1,0 eq/kg DS. Hoewel de CST van het thermofiele slib aanzienlijk afneemt na dosering van Fe, blijft het verschil ten opzichte van het mesofiele slib groot.

Dosering van  $\text{MgCl}_2$  leidt bij een dosering van 0,3 eq/kg DS tot een verbetering van de CST voor de drie slibstromen. Een verdere verhoging bij mesofiel en thermofiel slib leidt niet tot een verdere verlaging van de CST. Bij het gestripte slib is nog wel een verdere verlaging te zien.

Dosering van  $\text{CaCl}_2$  leidt voor het mesofiele slib tot een beperkte afname van de CST. Bij het thermofiele en gestripte slib is bij een dosering van 1,0 eq/kg DS een duidelijke verbetering van de ontwaterbaarheid te zien.

Het effect van dosering van Mg op het thermofiele slib is minder sterk dan dosering van Fe. Het grootste effect is te zien op het gestripte slib.

Deze resultaten worden bevestigd door de testen met streaming current. De benodigde PE dosering om te komen tot het iso-electrisch punt is na dosering van Fe lager dan na dosering van Mg of Ca. Na dosering van 1,0 eq Fe/kg DS liggen de benodigde hoeveelheden PE voor thermofiel en gestript slib met respectievelijk 19,2 en 21,5 g PE<sub>actief</sub>/kg DS redelijk bij elkaar. Eenzelfde dosering van Mg leidt voor het thermofiele slib ook tot een PE dosering van 21,9, maar voor het gestripte slib tot 36 g. Bij het gestripte slib na dosering van 1,0 eq Ca/kg DS is de benodigde PE dosering met 32 g ook hoog.

Het beeld dat naar voren komt uit de CST testen en de streaming current testen wordt bevestigd met de persproeven. Het beste resultaat is te halen met het mesofiele slib gevolgd door het thermofiele slib. Om voor het thermofiele slib een redelijke ontwatering te krijgen is wel dosering van ijzer nodig. Dosering van magnesium aan het gestripte slib laat wel een hoger drogestofgehalte van de slibkoek zien. Dit resultaat wordt echter vertekend doordat er ook een hogere PE dosering nodig is voor een goede vlokvorming.

De testen met het gestripte slib na dosering van Mg(OH)<sub>2</sub> laten zien dat de CST toeneemt. Doseringen van Fe, Mg en Ca laten de CST wel afnemen, maar deze afname is minder dan bij het gestripte slib na beluchting.

De pH lijkt een grote invloed te hebben op de ontwaterbaarheid (als CST) van het thermofiele slib. Een verlaging van de pH zonder dosering van Fe leidt tot een duidelijke afname van de CST. Dosering van Fe leidt bij een pH van 7 al tot een halvering van de CST waarde ten opzichte van de blanco. Bij het slib met alleen pH correct is deze afname 25%. Bij een pH van 5 is het in beide gevallen bijna 50%. Voor de PE dosering is een ander beeld te zien. Alleen pH correctie leidt bij pH 7 nog tot een hoge PE dosering, terwijl dit na dosering van Fe al duidelijk is afgenomen. Een verlaging van de pH leidt zonder Fe dosering nog tot een verdere verlaging van het benodigde PE dosering, maar bij de dosering van Fe is deze afname van PE dosering bij een pH verlaging beperkt.

Met betrekking tot de persproeven kan gesteld worden dat het verkrijgen van een stabiele vlok bij het gestripte slib problematisch was. Hierbij is geen verbetering te zijn bij gebruik van lineair, vertakt, anionisch of een mix aan PE's. De microscopische analyse en de deeltjes-grootteverdeling van de verschillende slibstromen laten zien dat het thermofiel vergisten van slib leidt tot een fijner slib met een kleinere gemiddelde deeltjesgrootte. Het strippen van slib leidt tot een verdere verkleining van het slib. Het binden van PE aan dit fijne slib is hiermee niet effectief wat leidt tot hoge PE doseringen.

Het Fe gehalte in het slib in de monsters van augustus is beduidend hoger dan in de monsters van september. Op basis van de gegevens van de waterlijn van rwzi Bath is de Fe dosering tbv van fosfaatverwijdering in de waterlijn niet significant aangepast in die periode. Het fosfaat in het filtraat is in de monsters van september lager dan in die van augustus. De concentratie magnesium is hoger in augustus en de concentratie fosfaat is lager. Mogelijk dat de gisting beter is gaan werken, waardoor meer magnesium vrijkomt als gevolg van de hogere afbraak van celmassa. Dit magnesium zal ook deels weer neerslaan met polyfosfaat in de gisting als struviet. Mogelijk dat ook een deel van het calcium neerslaat als calciumfosfaat.

De verhouding Ca/Mg van 1, met een voorwaarde dat de concentraties tussen de 0,7 en 2,0 meq/l ligt, zou een voorwaarde zijn voor goede ontwatering (Higgins, 1997). Bij de verkennende testen ligt deze verhouding bij het mesofiele slib gunstiger dan bij het thermofiele slib. Dosering van 2,0 eq Fe/kg DS aan het thermofiele slib leidt niet tot een verandering van de

verhouding Ca/Mg, maar wel tot een verbetering van de verhouding Na/(Ca+Mg). De dosering van Fe zorgt voor een verbetering van de ontwaterbaarheid. Naast een gunstige beïnvloeding van de verhouding Na/(Ca+Mg), leidt dosering van Fe volgens de theorie ook tot het wegvangen van eiwitten en colloïdale deeltjes. Dit heeft ook een positief effect op de ontwaterbaarheid.

Bij de slibmonsters van de verdiepende testen was de verhouding Ca/Mg relatief hoog is met waarden rond de 1,5. Het is gunstig voor de ontwaterbaarheid als deze verhouding is de buurt van de 1 ligt. Dosering van Fe laat echter een toename zien in de verhouding Ca/Mg. Er is evenals bij de verkennende testen wel een afname te zien in de verhouding Na/(Ca+Mg) wat gunstig is voor de ontwaterbaarheid. Onderzoek (Higgins, 1997) concludeert ook dat de ontwaterbaarheid verslechtert als verhouding natrium ten opzichte van de divalente kationen (Ca en Mg) groter is dan 2. Dosering van Fe verlaagt deze verhouding bij het gestripte slib van 3,5 naar 1,6. Dosering van Mg van het gestripte slib verlaagt de verhouding Na/(Ca+Mg) zeer sterk tot een waarde van 0,8. Deze gunstige verhouding resulteert echter niet in een verbeterde ontwaterbaarheid ten opzichte van niet gestript slib of mesofiel slib. Wel ten opzichte van het slib zonder dosering van Fe of Mg.

Op basis van deze bevindingen komt naar voren dat een verbeterde verhouding mono ten opzichte van divalente kationen in dit geval niet altijd leidt tot een verbeterde ontwaterbaarheid. Het gedrag van de kationen is niet de enige verklaring voor de waargenomen verschillen in de ontwaterbaarheid. Door de toename in afbraak in de thermofiele slibgisting, neemt ook de hoeveelheid colloïdale deeltjes (eiwitten) toe. Deze hebben een sterke invloed op de ontwaterbaarheid van slib. De literatuur suggereert dat de dosering van Fe leidt tot afname van deze deeltjes door neerslagreacties. Dosering van Mg leidt niet tot de vorming van neerslagen met deze deeltjes. Dit kan een verklaring zijn in het verschil in effect van Fe en Mg.



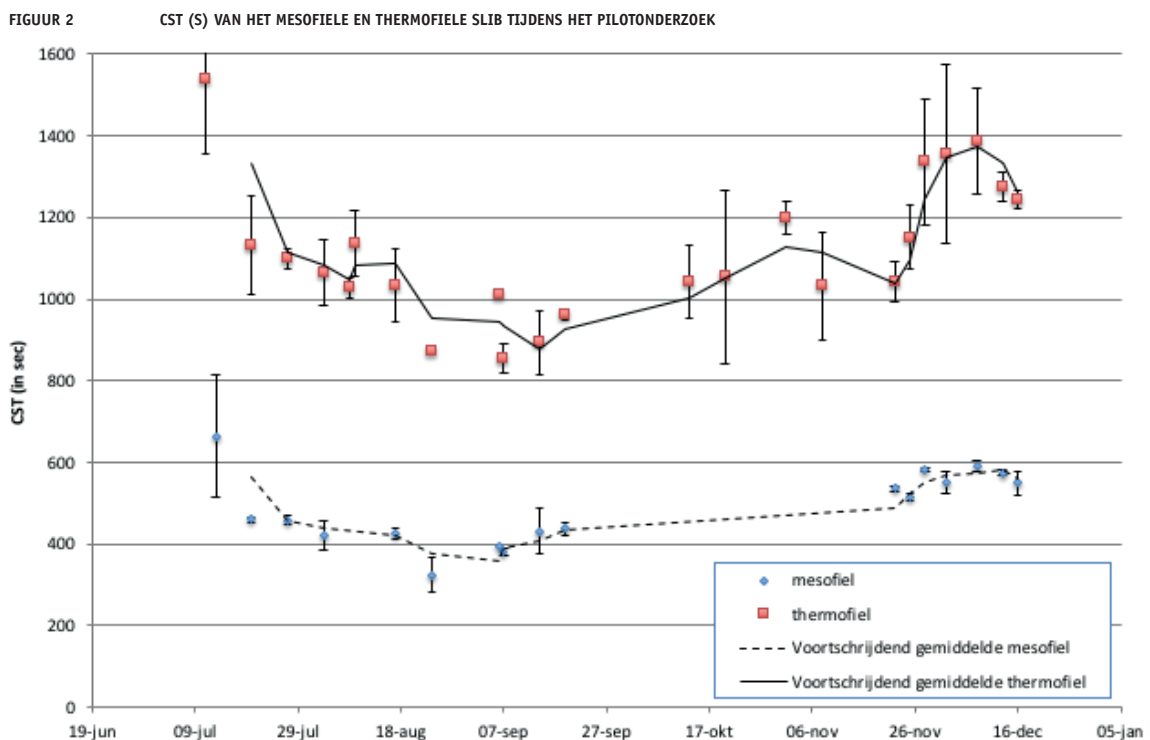
# 6

## MONITORINGSONDERZOEK CST

Tijdens het pilotonderzoek is het gekeken naar de CST van het mesofiele en thermofiele slib. Deze testen, het zogenaamde monitoringsonderzoek, zijn uitgevoerd door Laura Castañares Pérez en Patrisha Maghanay van Avans. In dit hoofdstuk zijn naast het monitoring van de testen ook de resultaten beschreven van het onderzoek naar de invloed van de pH op de CST en van de dosering van ijzer op de CST. In hoofdstuk 3 is de werkwijze beschreven voor de meting van CST van het slib en van het verlagen van de pH en doseren van  $\text{FeCl}_3$ . Tot slot worden in dit hoofdstuk testen beschreven waarbij het slib wordt gewassen. De procedure hiervoor is beschreven in hoofdstuk 3.

### 6.1 THERMOFIEL SLIB: PILOTRESULTATEN

De CST van het thermofiele slib is gedurende de pilot periode wekelijks gemeten. In onderstaande figuur staan de CST waarden van het mesofiele en thermofiele slib weergegeven.



In de CST waarden van het thermofiele slib is een duidelijke variatie te zien. Er is een verschil tussen de waarden in het begin (juli-augustus) en aan het einde (oktober-december) van het pilotonderzoek. Gedurende de periode juli – augustus nemen de waarden voor CST af, wat een indicatie is voor een verbeterde ontwaterbaarheid van het slib. De eerste meting van de CST op 10 juli wijkt duidelijk af van de overige metingen en lijkt niet representatief. Voor de eerste

meting van het mesofiele slib lijkt dit ook voor de hand te liggen. De overige waarden van het mesofiele slib zijn redelijk constant, behalve de meting in de tweede helft van augustus. Het thermofiele slib laat in die periode ook een verlaging zijn, dus mogelijk is er een link met de slibsamenstelling van het ingaande slib.

Aan het einde van het onderzoek is een duidelijke opwaartse trend in de CST waarden te zien. Dit is een indicatie voor een verslechterende ontwaterbaarheid van het thermofiele slib. Zowel de CST van het thermofiele als van het mesofiele slib neemt toe in de maand november.

De CST waarden liggen voor het thermofiele slib gedurende de gehele periode hoger dan de mesofiele waarden. Het gemiddelde van de CST metingen in de periode juli-augustus is voor het mesofiele slib 415 seconden en voor het thermofiele slib 1.010 seconden. In de periode oktober-december is de CST voor het mesofiele slib 550 seconden en voor het thermofiele slib 1.300 seconden.

## 6.2 VERBETERING CST THERMOFIEL SLIB

Zoals naar voren komt liggen de CST waarden voor het thermofiele slib hoger dan voor het mesofiele slib. In deze paragraaf wordt met twee testen onderzocht of de CST waarden van het thermofiele slib verlaagd kunnen worden door middel van;

- het verlagen van de pH
- het doseren van  $\text{FeCl}_3$  met een constante pH van 7.

### 6.2.1 EFFECT VAN VERLAGEN PH

Op 26 september is aan het thermofiele slib HCl toegevoegd om de pH te verlagen. Het DS% van het slib was 3,42%. In onderstaande tabel staan de toegevoegde hoeveelheden om te komen tot de gemeten pH-waarden. Bij de verschillende pH's is vervolgens de CST gemeten.

TABEL 28 RELATIE TUSSEN PH DOSERING EN CST BIJ THERMOFIEL SLIB

pH	HCL consumptie (mol/kg DS)	CST (s)
7,9	0	985
7,0	0,5	
6,0	2,0	790
5,0	2,7	
4,1	3,4	715

Een verlaging van de pH leidt tot een verlaging van de CST waarden. Het ligt in de verwachting dat een verlaging van de pH naar 7,0 voor de hand ligt. De CST waarde is niet gemeten bij deze pH maar is ingeschat op 880 seconden op basis van lineaire interpolatie.

### 6.2.2 EFFECT VAN DOSERING $\text{FeCl}_3$

Om de invloed te onderzoeken van dosering van  $\text{FeCl}_3$  aan het slib op de CST waarden is  $\text{FeCl}_3$  in verschillende hoeveelheden toegevoegd aan het thermofiele slib. De pH is daarna op 7 gebracht om de invloed van een verlaging van de pH niet de resultaten te laten beïnvloeden. In onderstaande tabel zijn de resultaten opgenomen.

TABEL 29

RELATIE TUSSEN  $\text{FeCl}_3$  DOSERING EN CST BIJ THERMOFIEL SLIB

pH ( $\approx$ 7)	Fe (eq/ kg DS)	CST (s)
7,01	0	885
7,01	0,61	745
6,97	1,21	480
6,98	1,82	280
6,98	2,42	110

Dosering van  $\text{FeCl}_3$  leidt tot een duidelijke verbetering van de CST waarden. In het stowa onderzoek (2016-11) is getest met een maximale dosering van 0,66 eq/kg DS. Op basis van deze test is een dosering van  $\text{FeCl}_3$  nodig van ca. 1,5 eq/kg DS om te komen tot een CST van 400 seconden, wat vergelijkbaar is met de CST van het mesofiele slib.

### 6.3 GESTRIPT SLIB: PILOT RESULTATEN

Onderdeel van de pilottesten is het toepassen van een processtap waarbij het slib bij een temperatuur van 60°C gedurende 6 uur verblijft om het in de vergister vrijgekomen  $\text{NH}_4$  uit het slib te halen. Er zijn drie methoden getest:

- Zonder dosering van een base
- Dosering van  $\text{Mg}(\text{OH})_2$
- Dosering van NaOH

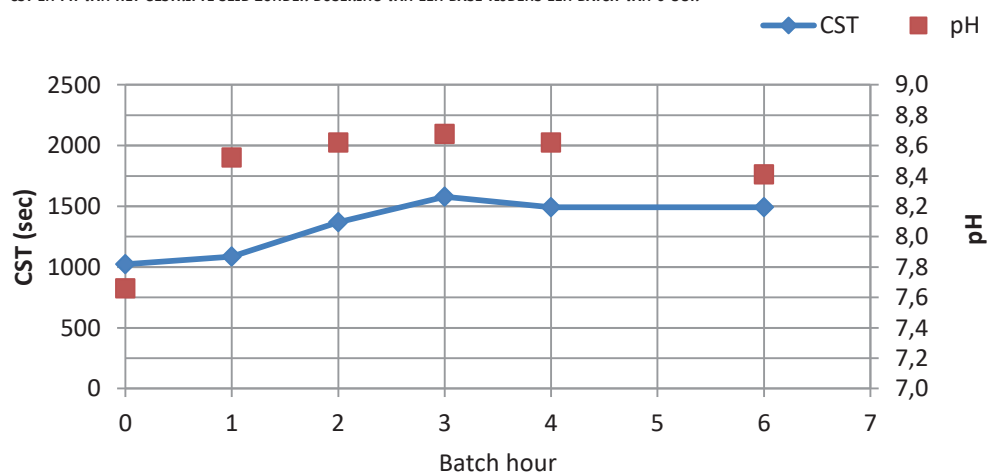
In onderstaande paragrafen is voor de verschillende methoden weergegeven welke base is toegevoegd en met welke dosering. Door de CST te monitoren wordt de invloed van het strippen op de CST inzichtelijk.

#### 6.3.1 DOSERING ZONDER BASE

De eerste methode was verwarmen van slib zonder dat er een base is toegevoegd. Het slib werd hierbij alleen belucht. In onderstaande grafiek is de CST en de pH gedurende de verblijftijd weergegeven.

FIGUUR 3

CST EN PH VAN HET GESTRIPT SLIB ZONDER DOSERING VAN EEN BASE TIJDENS EEN BATCH VAN 6 UUR

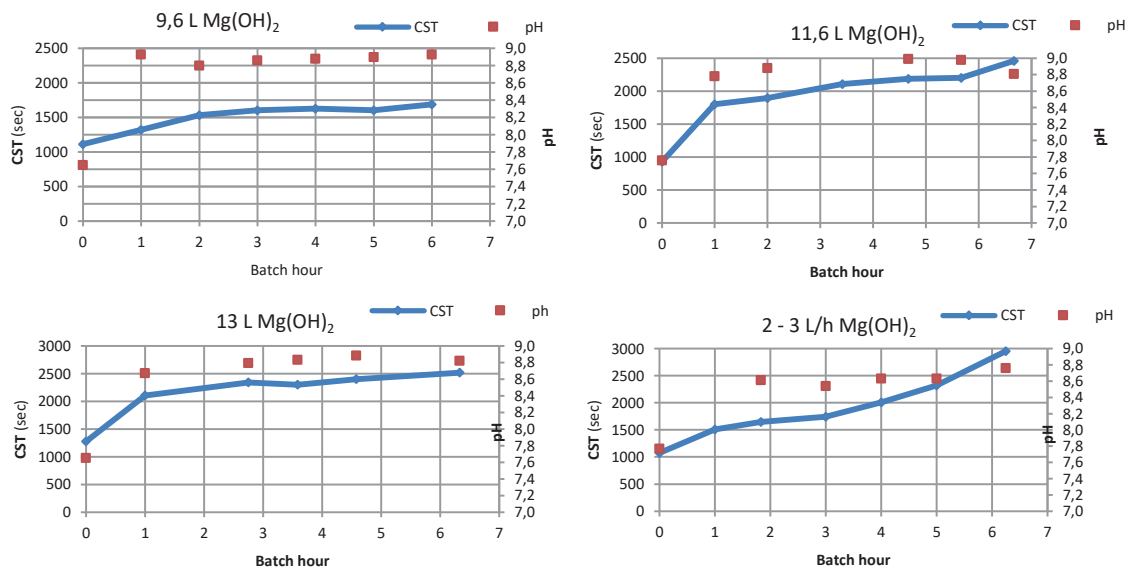


De CST neemt toe tijdens de eerste drie uur van het batchproces. Daarna blijft de CST stabiel op 1.500 seconden. De pH neemt vooral in het eerste uur toe van 7,6 naar 8,5. Daarna is slechts nog een lichte stijging te zien naar 8,7 na drie uur, waarna de pH weer daalt naar 8,5 aan het einde van het batchproces (na 6 uur). Deze processtap leidt tot een duidelijke verhoging van de CST.

### 6.3.2 DOSERING VAN $Mg(OH)_2$

Vervolgens is dosering van  $Mg(OH)_2$  als base getest. Hierbij zijn drie verschillende doseringen test: 9,6 l, 11,6 l en 13 l, welke bij aanvang van het batchproces zijn gedoseerd. Tot slot is er een test gedaan waarbij het  $Mg(OH)_2$  gedoseerd is met 2-3 liter per uur in plaats van alles bij aanvang van de betreffende batch. Deze dosering komt overeen met 39 meq/kg DS. De resultaten zijn grafisch weergegeven in onderstaande figuren.

FIGUUR 4 CST EN PH VAN HET GESTRIPT SLIB MET DOSERING VAN EEN  $Mg(OH)_2$  TIJDENS EEN BATCH VAN 6 UUR BIJ VERSCHILLENDE DOSERINGEN EN TIJDSTIPPEN VAN DOSERING



Bij de batches waarbij  $Mg(OH)_2$  bij aanvang is gedoseerd neemt de pH tot na het eerste uur tot ca. 8,8 en blijft op deze waarde gedurende het batchproces. Bij de test waarbij  $Mg(OH)_2$  geleidelijk wordt gedoseerd is de pH na een uur met een waarde van 8,6 beperkt lager. De pH na 6 uur is vergelijkbaar met de overige batches.

De invloed van dosering op de CST waarden is groter dan de invloed op de pH. Uitgaande van een aanvangs CST van ca. 1.000 – 1.200 seconden, neemt de CST toe tijdens het verloop van de batches. Dosering van 9,6 l leidt tot een verhoging naar 1.700 s en een dosering van 13 l tot een verhoging naar 2.500 seconden. Dosering van 11 l leidt na een procestijd van 6 uur tot een verhoging van 2.100 seconden. Na 7 uur deze echter opgelopen naar 2.500 seconden. Niet duidelijk is waardoor deze verhoging wordt veroorzaakt en wanneer deze verhoging is ingezet.

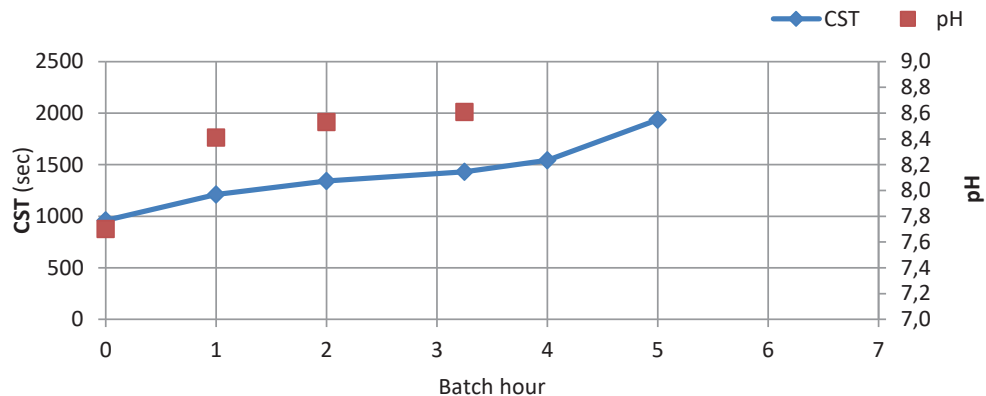
Een geleidelijke dosering van 2 liter gedurende de eerste vier uur en daarna van 3 l/uur geeft over 5 uur een totale dosering van 1 l/h. Dit leidt aanvankelijk tot een lagere toename van de CST gedurende de eerste uren, maar de CST na 6 uur is toegenomen tot boven de 2.500 seconden en heeft daarmee de hoogste CST na 6 uur.

### 6.3.3 DOSERING VAN NaOH

Om de invloed van een andere base, in dit geval NaOH, te testen is een batch uitgevoerd. In onderstaand figuur zijn de resultaten weergegeven. Het NaOH is na 4 uur toegevoegd.

FIGUUR 5

CST EN PH VAN HET GESTRIPTE SLIB MET EEN DOSERING VAN 2,5 L NaOH TIJDENS EEN BATCH VAN 6 UUR



In de eerste 4 uur is de toename in CST vergelijkbaar aan dit van de batch zonder toevoeging base (paragraaf 7.3.1). Immers betreft dit ook dezelfde procescondities. Na 4 uur is er eenmalig 2,5 liter NaOH gedoseerd. De pH is na deze tijd niet gemeten, waardoor niet duidelijk is welke pH bereikt wordt na 6 uur. De invloed op de CST is duidelijk te zijn, want deze neemt toe van 1.500 naar 2.000 seconden.

### 6.3.4 SAMENVATTING

De resultaten van de testen met dosering van verschillende bases zijn samengevat in onderstaande tabel.

TABEL 30

PROCESOMSTANDIGHEDEN VAN HET STRIPPEN TIJDENS HET PILOTONDERZOEK.

Datum van monstername	Type base	Dosering (l)	Dosering (eq/kg DS)	DS% <sup>3</sup>	CST (na 6 uur)	pH na 6 uur	paragraaf
06/09/2016	-	0	-	4,19 - ?	1,495	8,4	7.3.1
29/08/2016	Mg(OH) <sub>2</sub>	9,6	5,7	3,74 - 5,71	1,685	8,93	7.3.2
01/09/2916	Mg(OH) <sub>2</sub>	11,6	6,9	3,59 - ?	2,460	8,81	7.3.2
30/08/2016	Mg(OH) <sub>2</sub>	13,0	7,7	3,74 - 8,09	2,520	8,82	7.3.2
31/08/2016	Mg(OH) <sub>2</sub>	14 <sup>1</sup>	10,7	3,74 - 9,14	2,950	8,76	7.3.2
19/09/2916	NaOH	2,5 <sup>2</sup>	-	3,46 - -	1,935	9,11	7.3.3

<sup>1</sup> dosering 2 l/h gedurende de eerste 4 uur, daarna 3 l/h gedurende twee uur,

<sup>2</sup> hoeveelheid toegevoegd na 4 uur,

<sup>3</sup> DS% van het thermofiele slib bij aanvang en na 24 uur strippen

Op basis van de resultaten komt naar voren dat de CST in elke geteste procesomstandigheid verhoogt.

De verslechtering van de CST zonder dosering geeft aan dat het strippen zelf al bijdraagt aan de verhoogde CST waarden. Dit is ook zichtbaar in de eerste 4 uur van de proef waarbij pas na 4 uur NaOH wordt toegevoegd. De CST stijgt door het strippen van 1.000-1.200 seconden naar 1.500 seconden.

Onderscheid in de invloed van de verschillende basen is niet goed te maken doordat er voor NaOH alleen getest is met een dosering na 4 uur na start van het strippen. Wat wel duidelijk is, is dat een verhoging van de dosering Mg(OH)<sub>2</sub> leidt tot een verdere toename van de CST.

## 6.4 VERBETERING CST GESTRIPT SLIB

### 6.4.1 GESTRIPT SLIB: ZONDER DOSERING

Om in te kunnen schatten of de CST van het gestripte slib zonder dosering van een base verbeterd kan worden, is evenals met het thermofiele slib getest wat de invloed is van verlagen van de pH en van het doseren van  $\text{FeCl}_3$ . Er zijn in de periode tussen 8 en 16 september 4 testen uitgevoerd. Het slib had een DS% van 4,0 %.

#### EFFECT VAN VERLAGING PH

Door HCl aan het slib toe te voeren en vervolgens bij verschillende pH's de CST te meten wordt de invloed van de pH inzichtelijk. De resultaten zijn weergegeven in onderstaande tabel.

TABEL 31 RELATIE TUSSEN PH DOSERING EN CST BIJ THERMOFIEL GESTRIPT SLIB ZONDER DOSERING VAN EEN BASE

pH	HCL consumptie (mol/kg DS)	CST (s)
9,24	0	1640
7,83	0,50	-
6,94	0,79	1175
5,01	1,74	-
4,01	2,21	767

Een verlaging van de pH leidt tot een duidelijke verlaging van de CST. Een verlaging van de pH met HCl leidt tot een toename in Cl- concentratie in het effluent. Dit is niet wenselijk. Voor een pH van 7 betekent dat er na dosering van 0,79 mol/kg DS uitgegaan kan worden van een CST van 1.200 seconden.

#### EFFECT VAN DOSERING $\text{FeCl}_3$

Aan gestript slib is  $\text{FeCl}_3$  gedoseerd in verschillende hoeveelheden. Om het pH effect van deze dosering op te heffen is de pH op constante waarden gehouden. Bij de ene test op een pH van 7 en bij de andere op 4,5.

TABEL 32 RELATIE TUSSEN  $\text{FeCl}_3$  DOSERING EN CST BIJ THERMOFIEL GESTRIPT SLIB

Fe (eq/ kg DS)	CST (s) bij pH 7	CST (s) bij pH 4,5
0	1.270	825
0,52	735	390
1,04	470	195
1,56	150	120
2,08	35	90

In beide gevallen leidt een toename van de dosering tot een afname van de CST. Bij een pH van 4,5 is er een effect tot een dosering van 1,5 eq/kg DS waarna de CST afvlakt op een waarde van 100 seconden. Bij een pH van 7 is deze afvlakking niet waarneembaar. Het verlagen van de pH zonder dosering van  $\text{FeCl}_3$  leidt ook al tot een verbetering van de CST. Dit komt overeen met de resultaten van de testen naar de verlaging van de pH.

#### 6.4.2 GESTRIPT SLIB NA DOSERING $Mg(OH)_2$

Om te kunnen inschatten of de CST van het gestripte slib na dosering van  $Mg(OH)_2$  verbeterd kan worden, is evenals met het thermofiele slib getest wat de invloed is van verlagen van de pH en van het doseren van  $FeCl_3$ . De test is uitgevoerd op 2 september met een batch waarbij 11,6 liter  $Mg(OH)_2$  is gedoseerd. Het monster is genomen na een batchtijd van 6 uur. Het DS% van het slib was 4%.

##### EFFECT VAN VERLAGING PH

Het verloop van de pH na dosering van HCl is weergegeven in onderstaande tabel.

TABEL 33 RELATIE TUSSEN PH DOSERING EN CST BIJ THERMOFIEL GESTRIPT SLIB NA DOSERING VAN  $Mg(OH)_2$

pH	HCL consumptie (mol/kg DS)	CST (s)
9,7	0	2.200
7,04	1,15	1.690
6,36	3,6	-
6,9	5,9	-

Een verlaging van de pH van 9,7 naar 7,04 leidt tot een verlaging van de CST, wat duidt op een betere ontwaterbaarheid. Door de buffercapaciteit van het slib, leidt een verdere verlaging van de pH tot een sterke toename in HCl consumptie. Dit is geen wenselijke praktijksituatie en daarom is hierbij niet verder getest. Uitgaande van een pH van 7 leidt een HCl dosering van 1,15 mol/ kg DS tot een CST van ca. 1.700 seconden.

##### EFFECT VAN DOSERING $FeCl_3$

De initiële CST bij pH 7 is hoger dan het gestripte slib zonder dosering van een base. Toevoeging van  $FeCl_3$  bij een gelijkblijvende pH van 7 leidt tot een sterke afname van de CST. Er lijkt een afvlakking te zijn van de CST tot 100 seconden bij doseringen boven de 2,0 eq/kg DS.

TABEL 34 RELATIE TUSSEN  $FeCl_3$  DOSERING EN CST BIJ THERMOFIEL GESTRIPT SLIB MET DOSERING VAN  $Mg(OH)_2$

Fe (eq/ kg DS)	CST (s) bij pH 7
0	1.690
1,04	610
1,56	230
2,08	100

De CST is voor alle doseringen hoger dan die bij het gestripte slib zonder dosering van een base.

#### 6.4.3 GESTRIPT SLIB NA DOSERING NaOH

Om in te kunnen schatten of de CST van het gestripte slib na dosering van NaOH verbeterd kan worden, is evenals met het thermofiele slib getest wat de invloed is van verlagen van de pH en van het doseren van  $FeCl_3$ . De testen zijn uitgevoerd in de periode 22-26 september. Het geteste monster is genomen na 5 uur van de batch waarbij na 4 uur 2,5 liter NaOH is toegevoegd. Het DS% van het slib bedroeg 3,51%.

**EFFECT VAN VERLAGING PH**

Dosering van HCl aan het monster leidt tot een verlaging van de CST zoals blijkt uit de resultaten in de onderstaande tabel.

TABEL 35 RELATIE TUSSEN PH DOSERING EN CST BIJ THERMOFIEL GESTRIPT SLIB ZONDER DOSERING VAN NAOH

pH	HCL consumptie (mol/kg DS)	CST (s)
9,75	0	1.935
9,03	0,49	-
7,59	0,98	-
7,06	1,18	1.470

Uitgaande van een pH van 7 is ca. 1 mol/kg DS nodig om de CST te verlagen van 1.935 naar 1.470 seconden.

**EFFECT VAN DOSERING FECL<sub>3</sub>**

De initiële CST is bij een pH van 7 lager dan met het gestripte slib na dosering van Mg(OH)<sub>2</sub> maar hoger dan het gestripte slib zonder dosering. Dosering van FeCl<sub>3</sub> leidt tot een verlaging van de CST. Een toename van de dosering leidt tot een lineaire afname van de CST.

TABEL 36 RELATIE TUSSEN FECL<sub>3</sub> DOSERING EN CST BIJ THERMOFIEL GESTRIPT SLIB MET DOSERING VAN NAOH

Fe (eq/ kg DS)	CST (s) bij pH 7
0	1.470
0,59	725
1,18	500
1,77	35

**6.4.4 GESTRIPT SLIB: DOSERING OM TE KOMEN TOT BETERE CST**

Op basis van de hierboven beschreven testen is in onderstaande tabel een samenvatting gegeven van de benodigde doseringen om per genoemde slibstroom tot een vergelijkbare CST te komen. Uitgangspunt hierbij is dat de CST van het huidige mesofiele slib (415 seconden) een vergelijkbare ontwatering geeft als het thermofiele slib.

TABEL 37 BENODIGDE DOSERINGEN OM TE KOMEN TOT EEN VERGELIJKBARE CST ALS HET MESOFIELE SLIB

Slibstroom	Fe (eq/kg DS)	HCl (mol/kg ds) voor pH 7	CST (sec)
Mesofiel	-	-	415
Thermofiel	1,40	0,50	
Gestript	1,20	0,79	
Gestript met Mg(OH) <sub>2</sub>	1,25	1,15	
Gestript met NaOH	1,40	1,0	

De benodigde dosering van FeCl<sub>3</sub> is bij het thermofiele slib en het gestripte slib na dosering van NaOH het grootst om te komen tot een vergelijkbare CST als het mesofiele slib. De benodigde dosering bij het gestripte slib zonder dosering van een base en na dosering van Mg(OH)<sub>2</sub> is onderling vergelijkbaar.

In de benodigde HCl dosering om te komen tot een pH van 7 zitten aanzienlijke verschillen. Bij het gestripte slib met Mg(OH)<sub>2</sub> is het meeste HCl nodig om te komen tot een pH van 7. De hoeveelheid is meer dan twee keer zoveel als het niet gestripte slib.



## 6.5 VERDUNNINGSTEST

Door de aanwezigheid van ‘fijn slib’ in het thermofiele slib, is een testmethode ontwikkeld om het slib te wassen om zodoende dit fijne slib af te kunnen scheiden. Het gaat hier om indicatieve testen. De methode van het wasproces is beschreven in hoofdstuk 3. De slibmonsters voor de testen met centrifugeren zijn genomen in de periode van 22-26 september. De slibmonsters voor de testen met bezinking zijn genomen op 3 oktober.

TABEL 38 CST VAN THERMOFIEL EN GESTRIPT (MET NaOH) SLIB NA WASSEN VAN HET SLIB

	Thermofiel	Gestript (NaOH)	Gestript (NaOH)
	<i>Centrifuge</i>	<i>Centrifuge</i>	<i>Gravitair</i>
<b>Onbehandeld</b>			
• DS%	3,42	3,5	3,5
• pH	7,8	9,75	-
• CST	985	2,105	1,695
<b>Gewassen</b>			
• DS%	3,7	3,0	2,2
• pH	8,2	9,5	-
• CST	100	75	225
• SS (g/l) in supernatant	0,30	0,43	0,10

Het bleek niet mogelijk om het thermofiele slib gravitair te laten indikken, zelfs niet na toedienen van PE. Daarom zijn er geen proeven uitgevoerd met het gewassen thermofiel slib na gravitatie bezinking.

De toename van de CST door behandeling van slib in een centrifuge neemt toe met minder dan 0,02%. De invloed hiervan op de uitkomst is hierdoor te verwaarlozen in relatie tot het effect van het verdunnen.

De afname van de CST door het wassen van het slib is opvallend groot. De CST daalt door het wassen van 2.175 naar 75 seconden voor thermofiel slib. CST meet de hoeveelheid vrij water in een slibmonster. Deze lage waarden van het gewassen slib doen vermoeden dat spoelen van het slib leidt tot een toename van vrij water in het slib, wat leidt tot deze lagere CST waarde. Het effect dat gemeten wordt is daarom mogelijk te optimistisch.

## 6.6 BEVINDINGEN MONITORINGSONDERZOEK CST

Op basis van de in dit hoofdstuk beschreven testen zijn de volgende bevindingen gedaan:

- Thermofiel vergist slib heeft een hogere CST dan mesofiel vergist slib;
- Gestript slib heeft een hogere CST dan niet gestript slib;
- De procescondities tijdens het stripproces zijn van invloed op de CST van het gestripte slib;
- Naar mate de batchtijd tijdens het strippen toeneemt, verslechtert de CST (neemt toe);
- Het doseren van een base tijdens de processtap van het strippen heeft een negatieve invloed op de CST van het slib;
- Het tijdstip van doseren van de base is van invloed op de CST; een eenmalige dosering leidt na 6 uur tot een minder grote toename van de CST dan een dosering per uur;
- De pH is van invloed op de CST, een verlaging van de pH leidt tot een verlaging van de CST;
- De dosering van FeCl<sub>3</sub> is van invloed op de CST, een toename van dosering leidt tot een verlaging van de CST;
- Op basis van een indicatieve test lijkt het wassen van het slib, om de fractie fijn slib te verwijderen, een positief effect te hebben op de CST.

## 7

## MONITORINGSONDERZOEK PERSPROEVEN

Tijdens het pilotonderzoek met de thermofiele vergister zijn er persproeven uitgevoerd om de ontwikkeling van de ontwaterbaarheid van het slib te kunnen volgen. Dit onderzoek is uitgevoerd door Rob Sjoukes van Waterschap Brabantse Delta.

## 7.1 OPZET ONDERZOEK

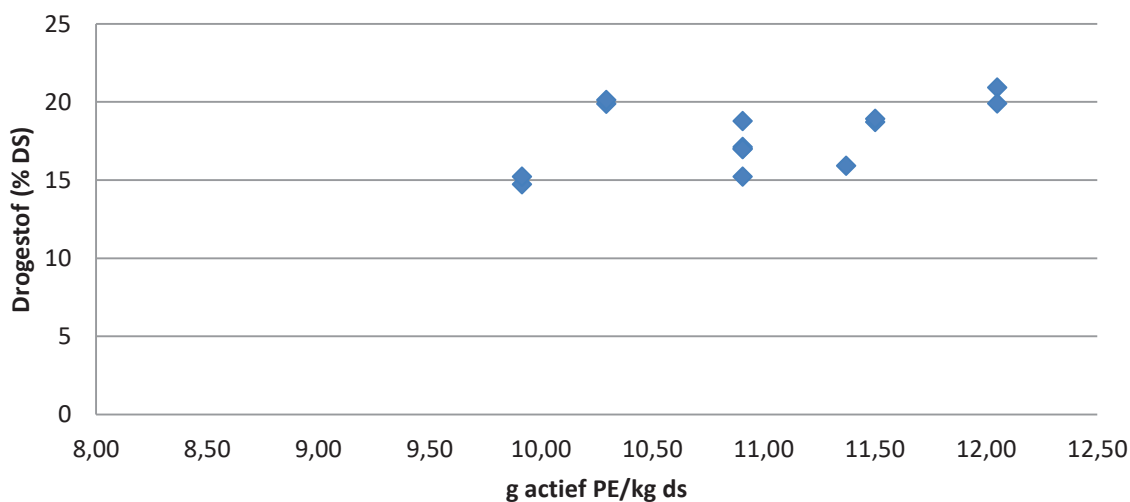
De persproeven met mesofiel slib en het huidige PE (K232L) zijn voor een periode van 3 maanden (juli, augustus en september) wekelijks uitgevoerd. Voor de mesofiel slib persproeven is altijd slib van gistingstank 1 genomen, de gistingstank wordt gevoed met primair en secundair slib, De verhoudingen hiertussen staan in hoofdstuk 3. De resultaten van de persproeven met mesofiel slib dienen als referentie voor de thermofiele persproeven.

De thermofiel slibmonsters zijn genomen direct uit de thermofiele gistingstank, De mesofiele slibmonsters zijn genomen bij het verwarmingsgebouw, er is altijd slib gebruikt van slibgistingstank 1, De slib monsters van de striptest zijn genomen door Colsen na 6 uur stippen.

## 7.2 MESOFIEL EN THERMOFIEL SLIB (PE K232L)

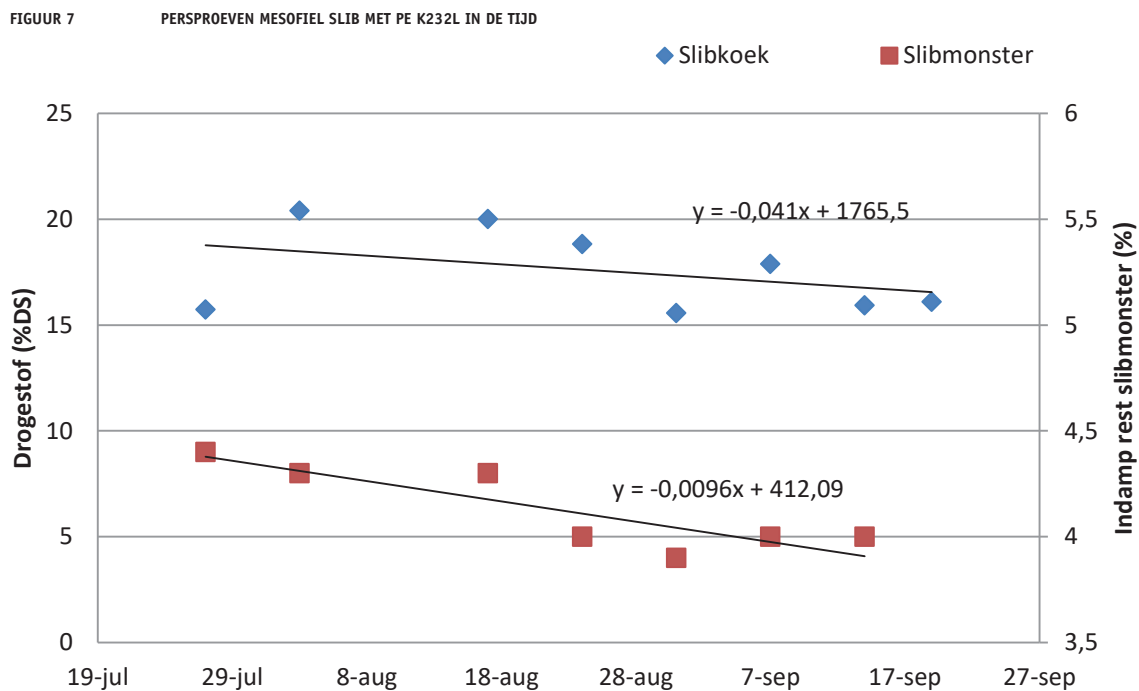
In onderstaande figuur zijn de resultaten weergegeven van het DS% van het ontwaterde mesofiele slib met gebruik van PE K232L. Hierdoor wordt de relatie inzichtelijk tussen het PE-verbruik en het drogestofgehalte. K232L wordt momenteel ook bij de zeefbandpersen gebruikt bij de ontwatering op rwzi Bath.

FIGUUR 6 PERSPROEVEN MESOFIEL SLIB MET HET PE K232



Het gemiddelde PE verbruik voor deze proeven is 11 g PE/kg d,s ( $\pm 0,6$ ) en het gemiddelde DS% van de slibkoek is 18% ( $\pm 2,0$ ). Deze resultaten zijn lager dan de resultaten van de full scale ontwatering op rwzi Bath. Daar wordt een gemiddelde droge stof concentratie gehaald van 21,2% met een PE verbruik van 9,8 kg PE<sub>actief</sub>/ton d,s,

Tijdens het pilotonderzoek zijn periodiek slibmonster genomen van het mesofiele slib. De resultaten van de persproeven met dit slib dienen als referentie voor dit onderzoek. In onderstaande figuur zijn de DS% van het te ontwateren en het ontwaterde mesofiele slib weergegeven.

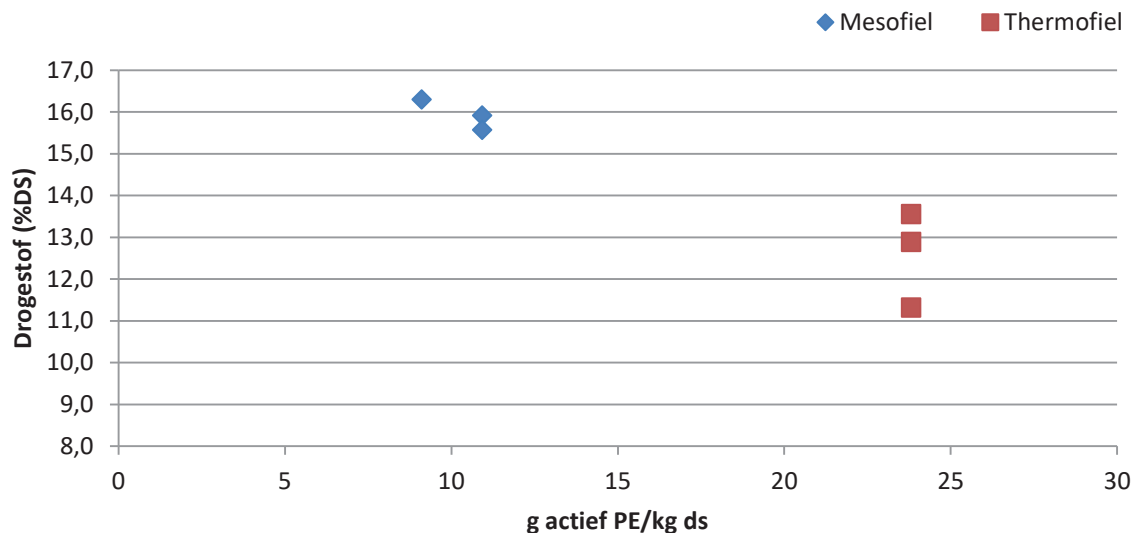


De grafiek hierboven laat zien dat de indamp rest gemiddeld is afgenomen in de tijd, gemiddeld 1,23% per maand ( $-0,041 \cdot 30$  dagen). Dit geeft aan dat het slib aan het eind van de meetperiode wellicht iets moeilijker te ontwateren was en dat de slibkwaliteit veranderd is. De indamp resten van de slibmonsters daalden van 4,4 tot 4,0%.

Het DS% van het ontwateringsresultaat op praktijkschaal in de periode van 1 juli 2016 tot 30 september 2016 is tussen de 18,5 en 22,8%. Er is geen duidelijke trend in afname of toename van DS% waar te nemen.

Voor de eerste persproeven (27 juli 2016) die uitgevoerd zijn is het PE gebruikt dat op dit moment op Bath gebruikt wordt voor het ontwateren van slib, dit is het PE K232L. De resultaten van deze persproeven staan in onderstaande figuur. Beide slib monsters hadden een droge stof concentratie van 4,4%.

FIGUUR 8 PERSPROEVEN MESOFIEL EN THERMOFIEL SLIB MET PE K232



Uit de eerste persproeven blijkt dat het thermofiele slib ongeveer 2,5 keer zoveel PE nodig had om tot persbare vlokken te komen 24 g/kg d.s. tegenover 10 g/kg d.s. Lagere doseringen zorgen ervoor dat er veel slib in het filtraat terecht komt en dat slib door de band geperst wordt. Het DS% van het ontwaterde thermofiele slib is met 13% lager dan dat van 16% van het mesofiele slib. De ontwatering van het mesofiele slib op de full scale zeefbandpersen op rwzi Bath leidt tot een DS% van gemiddeld 21,2%. Het PE-verbruik is ca 21,5%.

Waarnemingen tijdens de testen:

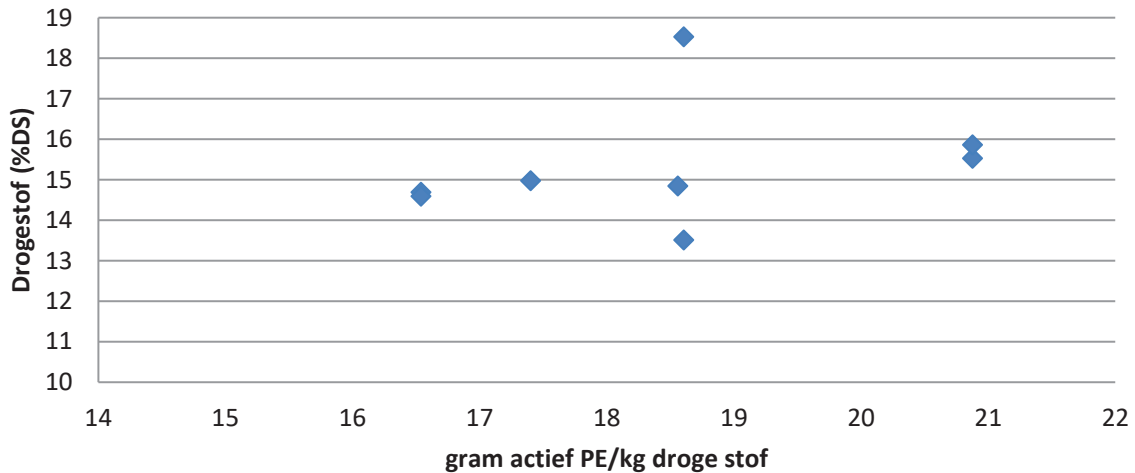
- Filtraat van het mesofiel slib was helder
- Filtraat van het thermofiel slib was in een aantal metingen niet helder en zelfs geheel zwart door de aanwezigheid van slibvlokjes
- In het vrije water bij thermofiel slib blijven lang kleine slibdeeltjes zweven, dit zorgt ervoor dat het vrije water een lange tijd zwart blijft. Om deze kleine deeltjes te laten vlokken is een hogere dosering nodig
- Het thermofiele slib wordt sneller door de band heen geperst

Op basis van de testen is gebleken dat het mesofiele slib prima ontwaterd met gebruik van PE K232L. Ontwatering met dit PE van thermofiel slib is daarentegen lastig.

### 7.3 MESOFIEL EN THERMOFIEL SLIB (PE BC470L)

Op basis van PE testen is samenwerking met Necarbo is naar voren gekomen dat het PE BC470L beter geschikt is voor de ontwatering met thermofiel slib. Dit PE is gebruikt om persproeven mee uit te voeren op thermofiel gegist slib, zie de resultaten hieronder. Door de PE dosering aan te passen ontstaat inzicht in de relatie tussen het PE-verbruik en het haalbare DS% van de slibkoek.

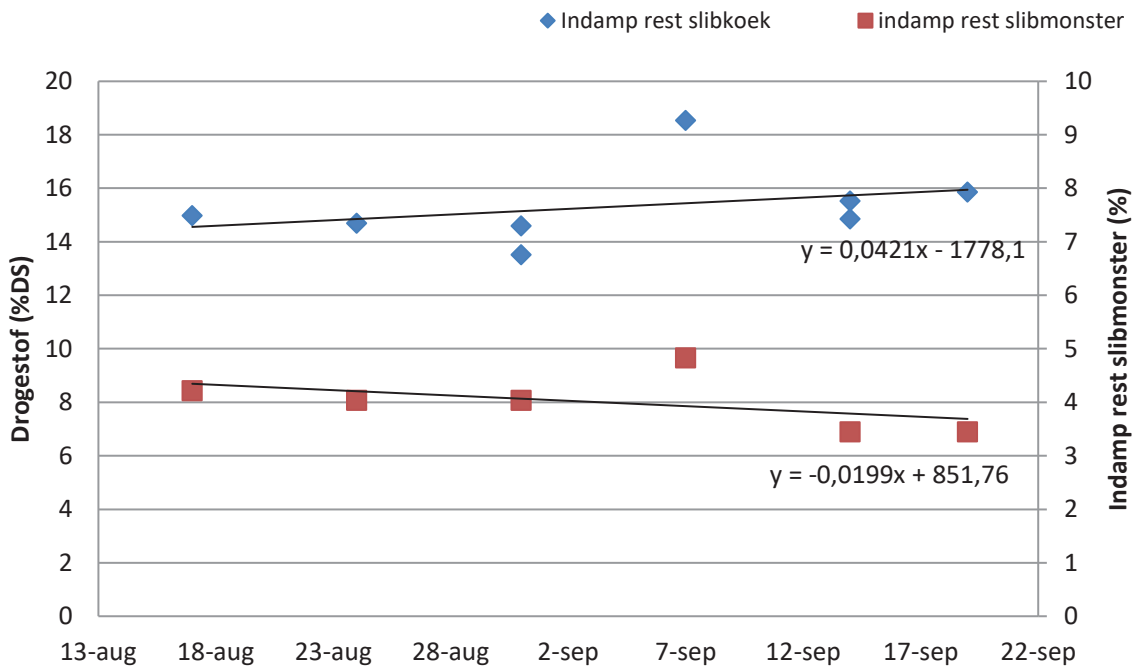
FIGUUR 9 PERSPROEVEN MET THERMOFIEL GEGIST SLIB EN HET PE BC470



Uit de metingen blijkt dat het PE BC470L beter werkt op het thermofiele slib dan het PE K232L. De dosering is afgenomen van 24 g/kg d.s. naar gemiddeld 19 g/kg d.s ( $\pm 1,8$ ). Het DS% van de slibkoek is bij BC470l hoger (16% d.s.) dan bij K232L (13%).

Evenals voor de testen met PE K232L zijn voor de testen met BC470L ook periodiek slibmonsters van het mesofiele en thermofiele slib genomen. Door hiermee persproeven te doen ontstaan een goed beeld van de ontwikkeling van de ontwaterbaarheid tijdens het pilotonderzoek. In onderstaande figuur zijn de resultaten van de persproeven met het thermofiele slib met PE BC470L weergegeven.

FIGUUR 10 PERSPROEVEN MET THERMOFIEL GEGIST SLIB EN PE BC470L IN DE TIJD



Er lijkt een lichte verbetering te zijn in de ontwatering van thermofiel slib. De indamprest van het thermofiele slib daalt licht.

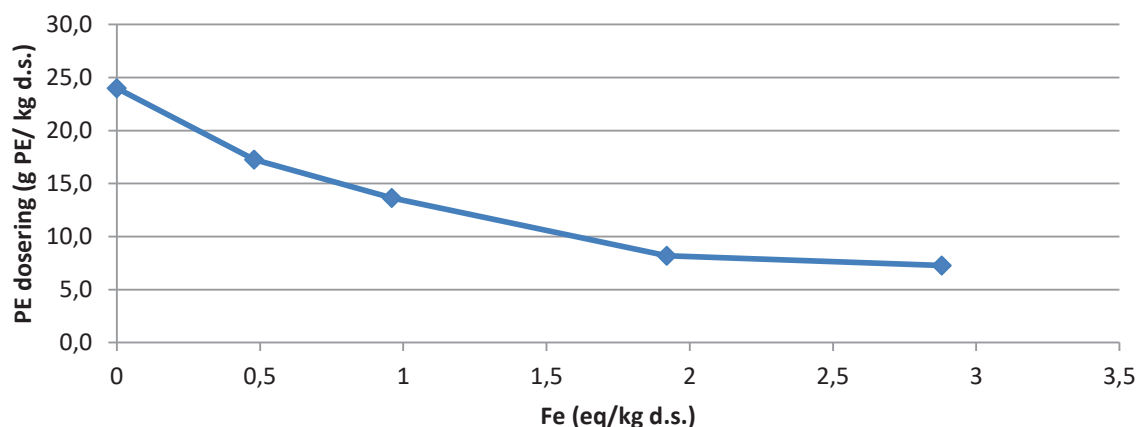
Het slib vlokt beter met dit PE dan met K232L. Bij een dosering van 16 g/kg ds is het filtraat vaak troebel. Hierdoor kan het zijn dat in de praktijk om een goed filtraat te krijgen een hogere dosering nodig is dan de minimale dosering die in deze proeven is gebruikt.

## 7.4 THERMOFIEL SLIB MET IJZER DOSERING

### 7.4.1 VLOKTESTEN

Om de ontwatering te verbeteren zijn er proeven uitgevoerd met ijzer ( $\text{FeCl}_3$ ) dosering. Ijzer kan door de positieve lading een gunstig effect hebben op de coagulatie. Om het effect van ijzer toevoeging te bepalen zijn er vloktesten uitgevoerd. Hierbij werd een bepaalde hoeveelheid ijzer toegevoegd aan het thermofiele slib en daarna PE toegevoegd totdat er goede vlokken ontstonden en het vrije water helder was. De proeven zijn eerst met PE BC470 uitgevoerd, maar het bleek dat de combinatie met ijzer niet de optimale vloksterkte gaf. Daarom is bij deze testen gebruik gemaakt van het PE K232L. De effecten van verschillende ijzerdoseringen is opgenomen in paragraaf 9.4.

FIGUUR 11 EFFECT VAN IJZERDOSERING OP HET PE VERBRUIK

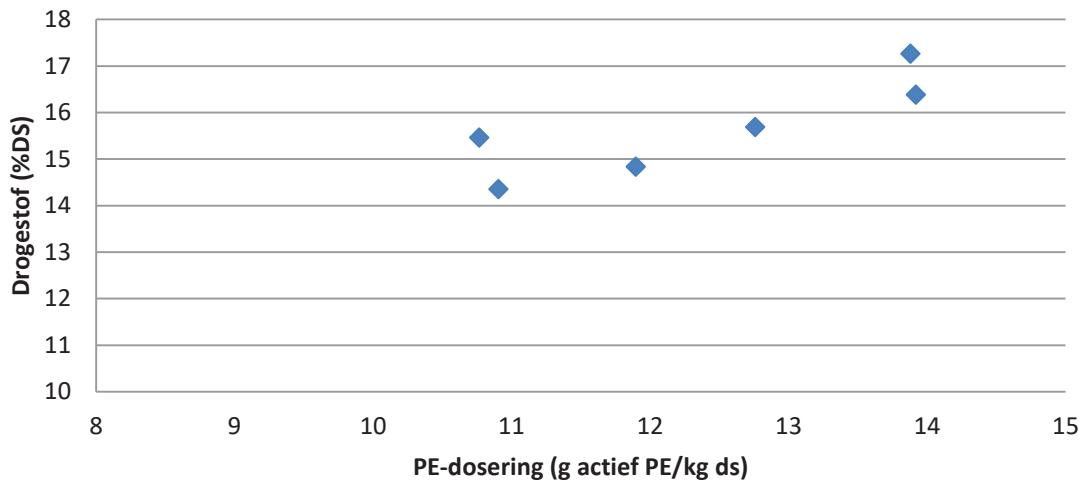


Uit bovenstaande figuur blijkt dat het toevoegen van ijzer ( $\text{FeCl}_3$ ) een positief effect heeft op het benodigde PE verbruik. Bij een dosering van 1 eq Fe/kg d.s. neemt het PE verbruik met 43% af van 24 g/kg d.s. tot 14 g/kg d.s. Bij een dosering van bijna 2 eq Fe/kg d.s. neemt het PE verbruik 66% af.

### 7.4.2 PERSPROEVEN

Doordat de vloktesten een positief effect lieten zien zijn er persproeven uitgevoerd met ijzer dosering op thermofiel slib. Eerst zijn persproeven uitgevoerd waarbij PE BC470L gedoseerd is. Dit PE had een hoger PE verbruik (24 g actief/kg d.s.) waardoor ervoor gekozen is om in het vervolg persproeven uit te voeren met K232L.

FIGUUR 12 PERSPROEVEN MET THERMOFIEL SLIB EN IJZERDOSERING



Uit de resultaten in bovenstaande figuur is te zien dat ijzer toevoegen aan het thermofiel gegiste slib een positief effect heeft op het PE verbruik. Het gemiddelde actief PE verbruik in bovenstaande grafiek is 12 g/kg d.s ( $\pm 1,4$ ). Dit is een afname van 7 g/kg d.s. ten opzichte van het PE BC470L.

Het DS% van de slibkoek is gemiddeld 16% ( $\pm 1,0$ ). Dit is hetzelfde als de droge stof concentratie die gehaald wordt bij het gebruik van PE BC470L.

Ten opzichte van de persproeven met het mesofiel slib is er 9% meer PE nodig (1 g/kg d.s.) en is de ontwatering 11% slechter (16% droge stof tegenover 18%).

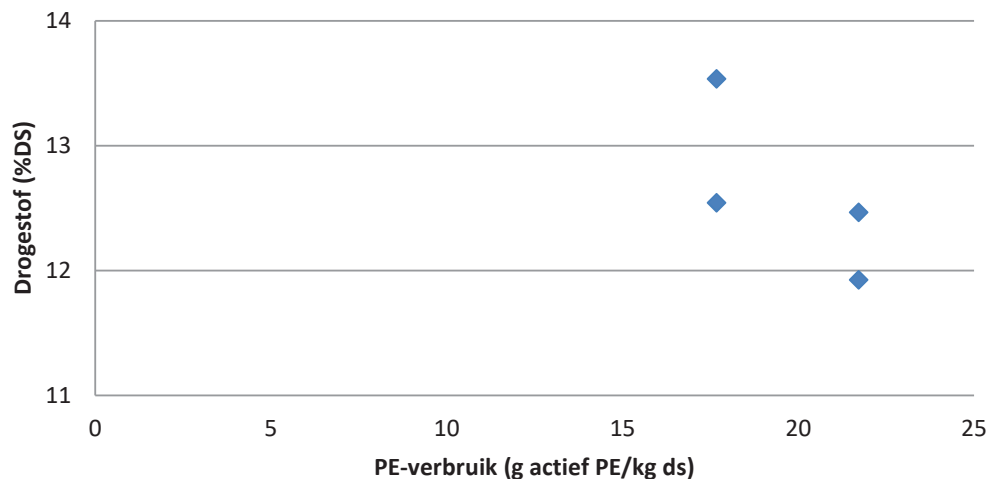
### 7.5 GESTRIPT SLIB MET IJZERDOSERING

Uit verkennende CST testen van het gestipte slib bleek dat de ontwatering slechter was dan zowel mesofiel als thermofiel slib. De CST tijd van gestipt slib na 6 uur stippen kan oplopen tot 2.500 seconden, waar deze voor mesofiel gemiddeld 414 seconden is en voor thermofiel 1.008 seconden.

Voor persproeven die uitgevoerd zijn is ijzerchloride gedoseerd (1 eq/kg d.s.) en is het PE K232L gebruikt. Er zijn persproeven uitgevoerd zonder ijzerchloride maar dat gaf een hoog verbruikt van PE (39 g PE/kg d.s.) en ging het slib door het filter.

In de grafiek zijn alleen de persproeven weergegeven waarbij geen slib door het filter is geperst en zijn zijn hele hoge PE doseringen (30 g actief PE/kg d.s.) weggelaten.

FIGUUR 13 PERSPROEVEN MET GESTRIPT SLIB NA DOSERING 1 EQ FE/KG DS



Voor het verkrijgen van een stevige vlok om de persproeven mee uit te kunnen voeren, is een hogere PE-dosering nodig dan mesofiel slib. Het gemiddelde PE verbruik was 18,1 g PE/kg d.s wat leidde tot een DS% van de slibkoek was gemiddeld 13%.

Het gestripte slib is moeilijk te vlokken. Het vrije water blijft lang bruin. De vlokken zijn erg zwak, het slib wordt snel door de band heen geperst. Het slib laat moeilijk los van de band na het persen, dit kan in de praktijk gevolgen hebben dat de band snel verstopt raakt en daardoor niet meer goed functioneert.

## 7.6 AANVULLEND ONDERZOEK NA OKTOBER

De beschreven testen zijn in de periode juli – september uitgevoerd. Zoals eerder vermeld is de verhouding van primair en secundair slib in de voeding naar de pilotinstallatie niet constant geweest. Na september is de verhouding beter gemonitord wat resulteerde in een verhouding die vergelijkbaar is met die van de full scale vergister. In de periode oktober- december zijn aanvullende CST testen en persproeven uitgevoerd om ontwaterbaarheid te monitoren.

Op basis van de bevindingen komt naar voren dat gebruik van PE BC 470L beter werkt dan tijdens de periode van aug – sep. De resultaten zijn zelfs beter dan destijds met dosering van Fe. Met een PE-dosering van 13 g PE<sub>actief</sub>/kg DS wordt een DS% van 20% gehaald. In de voorliggende periode was het DS% ca 16% bij een PE dosering van 17 g PE<sub>actief</sub>/kg DS.

De stabiliteit van de vlok na dosering van PE is flink toegenomen ten opzichte van september. Hierdoor is de vlok beter te persen. Niet alleen leidt een lagere dosering tot een beter resultaat, ook het type PE dat een goede vlok vormt is anders. Waar in september het lineaire PE BC470L het beste resultaat gaf, is dat nu het vertakte PE K232L dat op de rwzi wordt gebruikt.

De verbeterde ontwaterbaarheid van het thermofiele slib in de periode oktober-december in vergelijking met de eerste periode juli-augustus, kan mogelijk veroorzaakt worden doordat de thermofiele vergister beter geadapteerd is geraakt aan het te vergisten slib. De lagere drogestofgehaltes van het uitgegiste slib zijn hiervoor wel een indicatie. Het is niet duidelijk of ook een seizoensinvloed een rol heeft gespeeld. Het slib in de zomer heeft over het algemeen een andere samenstelling dan in de winter, maar de periode is te kort om hier een conclusie over te kunnen trekken.

Er is mogelijk ook een effect van de verhouding primair en secundair slib, maar dit lijkt niet direct de voornaamste oorzaak. In de periode half augustus – september is de verhouding primair/secundair slib relatief laag geweest in de voeding naar de pilot. Op basis van de resultaten van de monitoringspersproeven, lijkt hier geen effect van te zijn op de ontwaterbaarheid van het slib. De resultaten van augustus en september laten weinig correlatie zien met de verhouding primair slib. Ook in december is deze correlatie niet duidelijk te zien.

## 7.7 BEVINDINGEN MONITORINGSONDERZOEK PERSPROEVEN

Het PE BC470L geeft betere ontwateringresultaten bij de ontwatering van thermofiel slib dan het PE K232L (huidige PE op locatie). Er is minder PE nodig en het DS% van de slibkoek is hoger. Het PE verbruik blijft ten opzichte van mesofiel slib hoog (19 ± 1,8 tegenover 11 ± 0,6 g/kg d.s.), een toename van 72%. Het DS% van de slibkoek is iets lager dan bij mesofiel (16% ± 1,6 tegenover 18% ± 2,0).



Het doseren van Fe heeft een positief effect op de ontwaterbaarheid van thermofiel slib. Een hogere dosering leidt tot een betere ontwaterbaarheid. Het doseren van ijzer aan thermofiel slib heeft een positief effect op het PE verbruik. De dosering van PE is echter nog wel hoger dan bij mesofiel slib en de ontwatering is ook iets slechter.

Het gestripte slib is moeilijker te ontwateren dan het thermofiel gegiste slib. Het hoge PE verbruik en de lage indamp rest concentraties van het slibkoek zorgen ervoor dat het strippen van thermofiel slib op deze manier niet rendabel zou zijn.

Uit de vergelijking tussen de resultaten van persproeven met mesofiel en thermofiel gegist slib blijkt dat thermofiel slib moeilijker te ontwateren is. Voor het ontwateren van thermofiel slib is toevoeging van een coagulant noodzakelijk om goede vlokvorming te krijgen. Ijzerchloride blijkt een goede werking te hebben. Ondanks het toevoegen van ijzerchloride (1 eq/kg d.s.) is er een toename van 9% in het PE verbruik nodig ten opzichte van ontwatering van het mesofiele slib. Het filtraat blijft troebel, ook bij hogere PE-doseringen. De vloksterkte is niet optimaal wat resulteert in het makkelijk uit elkaar vallen van de vlok bij persen.

Thermofiel gestript slib is erg moeilijk te ontwateren. Er kan weinig druk op het slib worden uitgeoefend anders gaat het slib door de band. Het hoge PE verbruik en de lage concentraties van de indamp resten van de slibkoek laten zien dat dit geen optie is.

Naast de persproeven zijn er ook CST (capillary suction time) testen uitgevoerd. De CST testen gaven op dezelfde meetdag (27 juli) 2,4 keer zo lange tijd aan voor thermofiel slib (1.099 seconden) dan het mesofiel slib (458 seconden). Uit CST testen kwam het positieve effect van ijzer doseren ook naar voren. Bij een dosering van ongeveer 1 eq Fe/ kg d.s. nam de CST-tijd met 42% af.

De ontwaterbaarheid van het thermofiele slib is verbeterd in de periode november – december. Bij een verlaging van de PE-dosering werden hogere drogestofgehalte gehaald met de persproeven. Op basis van de testen komt naar voren dat gebruik van PE BC 470L beter werkt dan tijdens de periode van aug –sep. De resultaten van de persproeven zonder dosering van Fe zijn in november –december zelfs beter dan in augustus-september met dosering van Fe. Met een PE-dosering van 13 g PE<sub>actief</sub>/kg DS wordt een DS% van 20% gehaald. In de voorliggende periode was het DS% ca 16% bij een PE dosering van 17 g PE<sub>actief</sub>/kg DS.

# 8

## ONDERZOEK RELATIE SLIBEIGENSCHAPPEN EN ONTWATERBAARHEID

### 8.1 INLEIDING

Alexandra Prodănescu heeft tijdens haar afstudeeropdracht voor het behalen van de Master of Science titel aan TU Delft onderzocht wat de oorzaken zijn voor de slechtere ontwatering van vergist slib (Prodănescu, 2017). Tijdens haar onderzoek heeft ze de ontwaterbaarheid en mogelijke oorzaken voor verslechtering van de ontwaterbaarheid van de voeding van de vergister, mesofiel digestaat (MD), thermofiel digestaat (TD) en ammonia gestript thermofiel digestaat (ASTD) onderzocht.

### 8.2 ONDERZOEKSVRAGEN

Uit het uitgevoerde literatuuronderzoek kwam naar voren dat er meerdere oorzaken kunnen zijn voor verslechtering van de ontwaterbaarheid van vergist slib zoals deeltjesgrootteverdeling, deeltjes lading, EPS compositie en concentraties mono- en multivalente kationen. Naar aanleiding van het literatuuronderzoek waren de volgende onderzoeksvragen geformuleerd:

- Wat is de invloed van mesofiele vergisting, thermofiele vergisting en ammonia strippen van thermofiel digestaat op de ontwaterbaarheid?
- Is er een relatie tussen ontwaterbaarheid en deeltjesgrootteverdeling en/of deeltjes lading?
- Is er een relatie tussen ontwaterbaarheid en verschillen in de aanwezigheid van de EPS (koolhydraten, eiwitten en humuszuren) in de verschillende EPS fracties (“Bulk”, “Loosely bound”, en “tightly bound”)?
- Is er een relatie tussen ontwaterbaarheid en de concentratie aan mono- en multivalente kationen in de verschillende EPS fracties?

### 8.3 MATERIALEN EN METHODEN

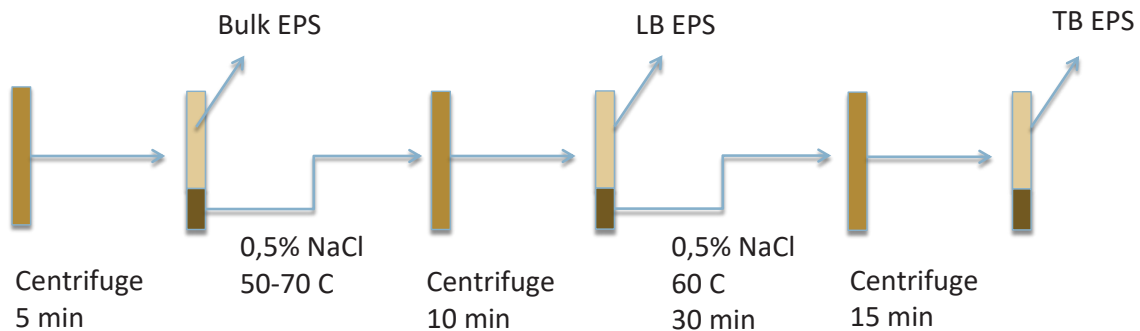
In tabel 39 is een overzicht van de gemeten parameters, inclusief bijbehorende meetmethodiek. Voor verdere toelichting op de meetmethodiek wordt verwezen naar de afstudeerrapportage van Alexandra Prodănescu (Prodănescu, 2017).

TABEL 39 MATERIALEN EN METHODEN

Gemeten parameters		Methodiek	
Droge stof en organisch droge stof		Standard Methods (Eaton et al., 2005).	
Deeltjesgrootte		laser diffraction method.	
Deeltjes lading		electrophoretic light scattering technique	
Sludge Resistance to filtration (SRF)		Christensen & Dick, 1985	
Capillary suction time (CST)		Standard methods (Eaton et al., 2005; Novak et al., 1988)	
"Bulk", "loosely bound" en "tightly bound" EPS	Chemisch zuurstof verbruik		
	Biopolymeren	Koolhydraten	photometric cell tests (Hach-Lange) te Poele 2006
		Eiwitten	
		Humuszuren	
	Kationen	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	ion chromatography procedure
		Na <sup>+</sup>	
		K <sup>+</sup>	
		Mg <sup>2+</sup>	
		Ca <sup>2+</sup>	
		Fe <sup>2+/3+</sup>	photometric cell tests (Merck)
		Al <sup>3+</sup>	

De "bulk", "loosely bound" en "tightly bound" EPS is ge-extraheerd volgens Li en Yang (2007). Hierbij zijn drie fracties EPS te bepalen: Bulk, Loosely bound (LB) en Tightly bound (TB).

AFBEELDING 4 METHODE EXTRACTIE VERSCHILLENDE EPS FRACTIES



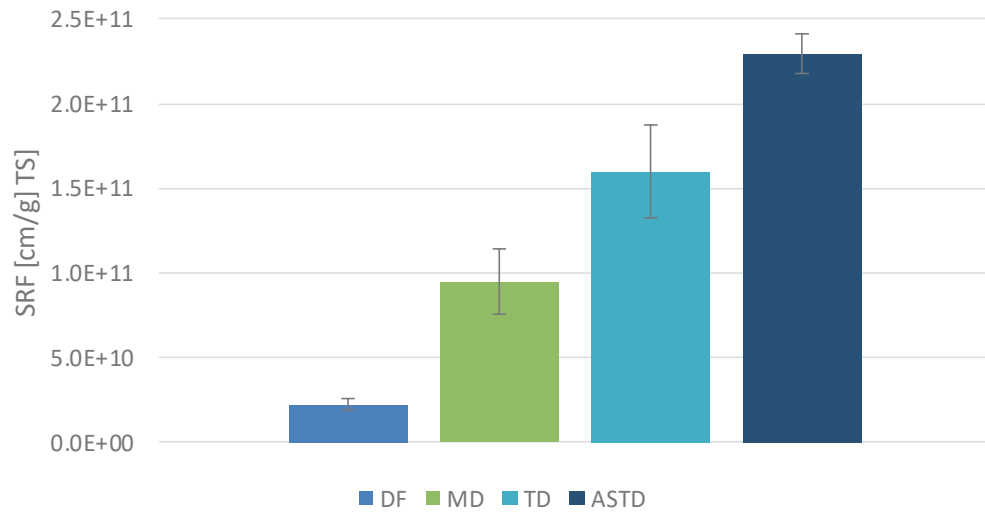
#### 8.4 RESULTATEN

In het onderzoek is de ontwaterbaarheid bepaald met CST metingen. Hieruit komt eenzelfde beeld naar voren als uit de eerder beschreven testen, namelijk een aanzienlijke toename van de CST van het thermofiele en met name het gestipte slib ten opzichte van het mesofiel vergiste slib.

Naast de CST metingen zijn ook SRF testen uitgevoerd. Figuur 13 laat een duidelijke toename zien van de SRF na vergisting. De grootste toename is bij het thermofiel vergiste en het gestripte slib. Het kost dus meer kracht om het vrije water uit het slib te persen.

FIGUUR 14

SPECIFIC RESISTANCE TOT FILTRATION (SRF) METINGEN MET DE VOEDING VAN DE VERGISTER, MESOFIEL DIGESTAAT (MD), THERMOFIEL DIGESTAAT (TD) EN AMMONIA GESTRIPT THERMOFIEL DIGESTAAT (ASTD)

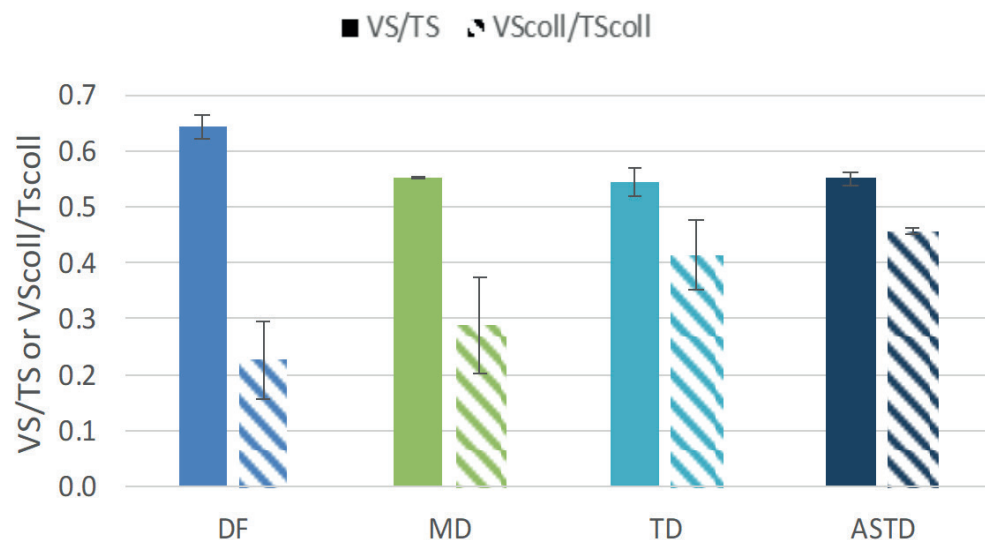


Om een beeld te krijgen van de invloed van de samenstelling van de verschillende slibstromen op de ontwaterbaarheid is de colloïdale fractie in het slib bepaald. Een toename van deze colloïdale fractie leidt in het algemeen tot een afname van de ontwaterbaarheid van het slib. In de onderstaande grafiek is de verhouding organische stof/drogestof in het ongefiltreerde monster en van de colloïdale fractie bepaald.

Waar deze verhouding in het ongefiltreerde monster slechts beperkt afneemt en voor de vergiste stromen nagenoeg gelijk is, is er een duidelijke verandering te zien in de fractie colloïdaal slib. Na gisting neemt de fractie colloïdale delen (deeltjesgrootte < 1 µm) duidelijk toe. Deze toename is bij thermofiel vergist slib groter dan in mesofiel vergist slib. De toename komt door een toename van organische stof in de colloïdale fractie.

FIGUUR 15

VS/TS VERHOUDING VAN DE VOEDING VAN DE VERGISTER, MESOFIEL DIGESTAAT (MD), THERMOFIEL DIGESTAAT (TD) EN AMMONIA GESTRIPT THERMOFIEL DIGESTAAT (ASTD)



In het onderzoek is de deeltjesgrootte verdeling van de verschillende slibstromen bepaald. Hieruit kwam naar voren dat er geen groot verschil optreedt in de gemiddelde deeltjesgrootteverdeling van de verschillende vergiste slibstromen. Dit is afwijkend met de bevinding in

paragraaf 5.4.2, waarbij een duidelijke toename werd vastgesteld van het aandeel kleine deeltjes voor het gestripte slib. De oorzaak van de verschillen kan liggen in de gebruikte meetmethode en monstervoorbehandeling.

Naast het vaststellen van de fractie colloïdale deeltjes en de deeltjesgrootteverdeling, is ook de lading van het slib van belang. Deze lading is immers van invloed op de binding met het PE. Ten opzichte van het niet vergiste slib vindt een verdubbeling plaats van de gemiddelde oppervlakte lading.

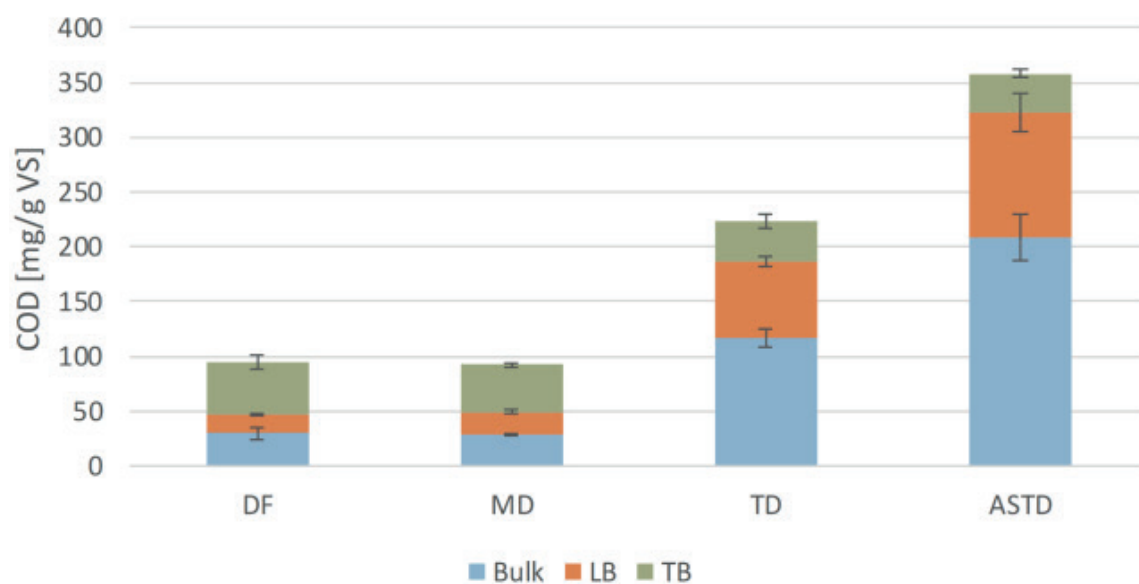
De oppervlaktelading van de deeltjes van de verschillende vergiste slibstromen is niet onderscheidend. Bij de Zeta-potentiaal is wel een toename te zien. De Zeta-potentiaal geeft de lading van een deeltje ter hoogte van de zogenaamde dubbellaag die ontstaat rondom een geladen deeltje door aantrekking van ionen uit de vloeistof. De Zeta potentiaal geeft dus een net iets andere waarde dan de oppervlakte lading van een deeltje en kan ook van invloed zijn op de binding tussen PE en het slib. In onderstaande tabel zijn de waarden weergegeven.

TABEL 40 OPPERVLAKTELADING VAN DE VOEDING VAN DE VERGISTER (DF), MESOFIEL DIGESTAAT (MD), THERMOFIEL DIGESTAAT (TD) EN AMMONIA GESTRIPT THERMOFIEL DIGESTAAT (ASTD)

Bron	Zeta potentiaal	Oppervlakte lading
	Gemiddelde [mV]	Gemiddelde [C/m <sup>2</sup> ]
• DF	-12,44	-0,0055
• MD	-15,73	-0,0093
• TD	-16,75	-0,0099
• ASTD	-17,86	-0,0100

Naast de deeltjeseigenschappen zoals grootte en lading is ook de hoeveelheid EPS in het slib van belang. Dit kwam al in eerder STOWA-onderzoek naar voren (Stowa 2016-11). Een toename van de EPS fractie laat in het algemeen een afname van de ontwaterbaarheid zien. In onderstaande grafiek is de COD concentratie van de verschillende EPS fracties van de verschillende slibstromen weergegeven.

FIGUUR 16 CZV METINGEN (BULK, LB=LOSELY BOUND EN TB=TIGHTLY BOUND) VAN DE VOEDING VAN DE VERGISTER, MESOFIEL DIGESTAAT (MD), THERMOFIEL DIGESTAAT (TD) EN AMMONIA GESTRIPT THERMOFIEL DIGESTAAT (ASTD)



In de figuur is het CZV gehalte weergegeven in de bulk, in de fractie Loosely-bound EPS en de fractie Tightly-bound EPS. Dit is gedaan voor de verschillende slibstromen. Op basis van de analyses is een duidelijke toename te zien in EPS gehalte (gemeten als CZV) in het thermofiel vergiste slib en vooral in het gestripte slib. De toename wordt met name veroorzaakt door een toename in de bulk en in de fractie Loosely Bound. In het onderzoek is de samenstelling van deze fracties bepaald. Bij het gestripte slib is een sterke toename te zien in zowel polysachariden, humuszuren als biopolymeren.

## 8.5 BEVINDINGEN

Ook dit onderzoek bevestigt de negatieve verandering van de ontwaterbaarheid van het slib door vergisting en laat zien dat dit te correleren is met fysieke en chemische veranderingen in de slibsamenstelling. De ontwaterbaarheid nam af in volgorde van mesofiel digestaat, thermofiel digestaat, naar ammonia gestript thermofiel digestaat. Toename van colloïdaal materiaal correleerde met een verslechtering van de ontwaterbaarheid. Dit viel ook samen met een verandering in deeltjesgrootte en lading van het colloïdaal materiaal. De correlatie met het supracolloïdaal materiaal waren minder sterk. Er was een sterke relatie tussen afname in ontwaterbaarheid en de toename in koolhydraat-, eiwit-, en humuszuurconcentraties in de “bulk” en “loosely bound” EPS en een afname van de eiwitconcentratie in de “tightly bound” EPS. Daarnaast was er een relatie tussen de afname in calcium concentratie dan wel toename van de ijzer concentratie in de “bulk” en “loosely bound” EPS en verslechtering in ontwaterbaarheid. Er was echter geen statisch significante relatie tussen een verandering in concentratie van natrium, kalium, ammonium en magnesium afzonderlijk in alle EPS fases en verslechtering van de ontwaterbaarheid.

# 9

## BEVINDINGEN

## ONTWATERINGSONDERZOEKEN

### 9.1 INLEIDING

Om de ontwaterbaarheid van thermofiel vergiste slib en van het ammoniak gestripte slib te bepalen zijn diverse ontwateringsproeven uitgevoerd in de periode juli – december 2016. In de eerdere hoofdstukken zijn de resultaten per onderzoek vastgelegd. In dit hoofdstuk worden de onderzoeken gezamenlijk beschouwd.

### 9.2 SAMENVATTING RESULTATEN ONTWATERINGSPROEVEN

Tijdens het onderzoek is regelmatig de CST-waarde van het slib bepaald. Dit is een simpele test die aangeeft hoe eenvoudig het vrije water uit het slib weg kan lopen. Voor mesofiel slib was de CST waarde gemiddeld 415 sec. Voor thermofiel slib was de CST waarde fors hoger: 1.010 sec. Door stripping van het ammoniak uit het slib nam de CST waarde nog verder toe tot waarden van 1.700-2.500 sec. Deze resultaten laten zien dat thermofiel slib op basis van deze test veel slechter ontwatert en dat strippen van het ammoniak de ontwaterbaarheid verder verslechtert. Bij het verkennende en verdiepende onderzoek dat is uitgevoerd door RHDHV, zijn ook CST metingen uitgevoerd. Hoewel dit minder frequent is gemeten zijn de resultaten in lijn met die van waterschap Brabantse Delta.

Naast de CST bepalingen zijn ook persproeven uitgevoerd met een Mareco pers. Hiertoe wordt het slib geflocculeerd met poly-elektrolyt (PE) en vervolgens in een mini filter pers ontwaterd over hetzelfde filtermateriaal als bij de bandfilterpersen op praktijkschaal. Deze proeven zijn methode afhankelijk en daarom niet geschikt om een voorspelling te doen van het ontwateringsresultaat op praktijkschaal. De proeven geven wel een nuttig inzicht in de relatieve verschillen in ontwaterbaarheid.

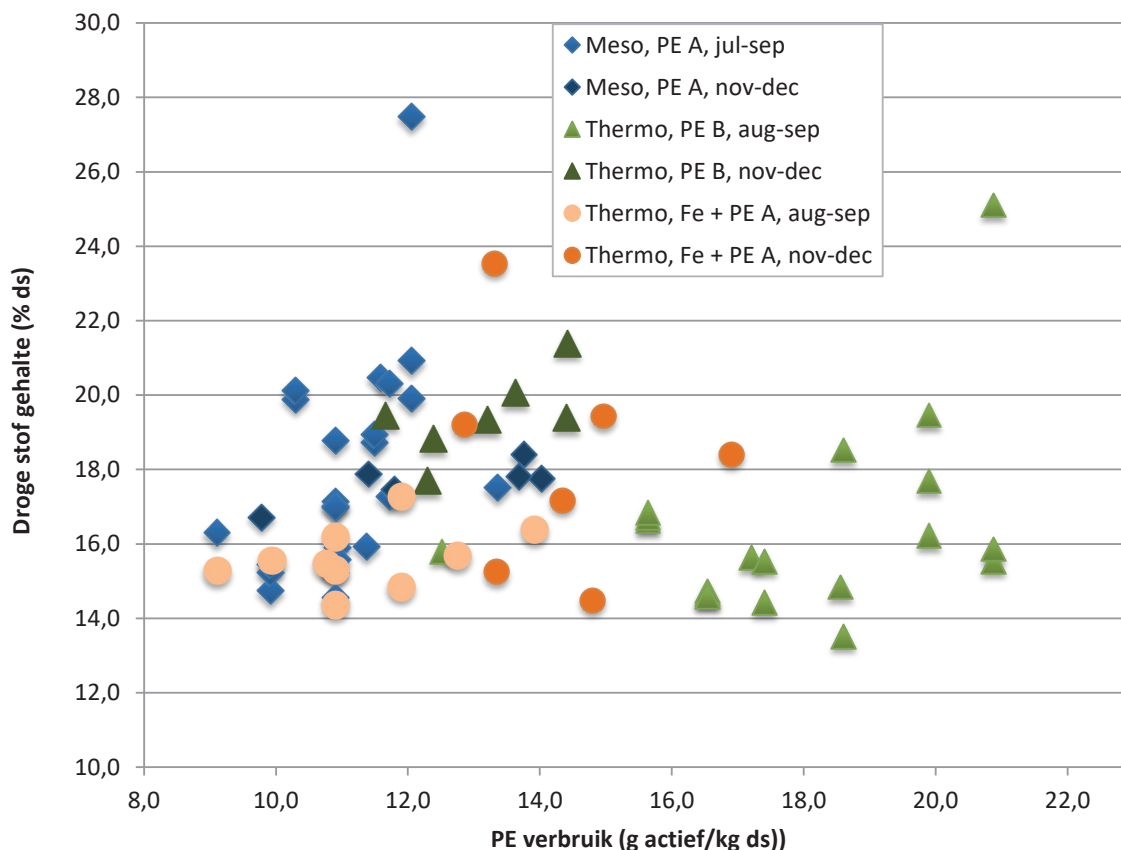
De uitgevoerde persproeven laten zien dat thermofiel gegist slib heel slecht flocculeert met het normale PE (K232L) dat gebruikt wordt voor mesofiel gegist slib. In overleg met de PE leverancier (Necarbo) is na het testen van diverse PE-soorten een alternatief PE geselecteerd: BC470L. Daarnaast zijn testen uitgevoerd met de additie van ijzerchloride om de ontwaterbaarheid te verbeteren. Met alle drie de gebruikte meetmethoden (CST, persproeven, Ladingtitratie) werd vastgesteld dat de additie van  $\text{FeCl}_3$  een positief effect heeft op de ontwaterbaarheid, met name door een afname van het PE verbruik. Deze resultaten zijn in lijn met de bevindingen van eerder STOWA onderzoek (rapport 2016-11). Ijzerchloride bleek beter te werken met PE K232L dan met BC470L.

Figuur 14 vat de resultaten samen van de persproeven die gedurende de pilotperiode zijn uitgevoerd. Het thermofiele slib blijkt lastig te flocculeren, hoewel dit tegen het einde van

de pilotperiode wel verbetert. In verhouding met het mesofiele slib moet er vrij veel PE gedoseerd worden om een helder filtraat te krijgen. De vlok is bovendien niet erg stevig. De persproeven laten verder zien dat het slib moeilijk los komt van het filtermateriaal. Dit zou op praktijkschaal een probleem kunnen vormen.

Na oktober is er een verbetering te zien in de ontwaterbaarheid van het thermofiele slib. Er is minder PE en een ander type PE nodig voor een goede vlokvorming. Deze verbetering is duidelijk te zien in figuur 14. In deze periode is het DS% vergelijkbaar met die van het mesofiele slib. Wel is hiervoor een hogere PE dosering nodig.

FIGUUR 17 PE-VERBRUIK EN DS% VAN HET MESOFIELE EN THERMOFIELE SLIB OP VERSCHILLENDE MOMENTEN



Flocculatie van het gestripte slib is extra moeilijk. De ontwaterbaarheid neemt duidelijk af door het strippen van het slib. De duur van het strippen heeft invloed op de verslechtering: een langere striptijd leidt tot een hogere CST waarde van het slib. Persproeven met het gestripte slib bleken moeilijk uitvoerbaar en een werkbare persing was alleen te krijgen door toevoeging van  $\text{FeCl}_3$ . Vanwege de tegenvallende ontwaterbaarheid zijn aanvullende onderzoeken uitgevoerd om de ontwaterbaarheid te verbeteren. Dit onderzoek laat zien dat neutralisatie van het slib tot pH 7 en additie van ijzerchloride de CST waarde significant konden verbeteren. Bij het gestripte slib waren de effecten van een bepaalde dosering groter dan bij thermofiel slib. Dit wijst erop dat de verminderde buffercapaciteit van het slib een rol kan spelen. Tabel 41 laat zien hoeveel zoutzuur nodig is om de pH van het slib terug te brengen naar 7 en hoeveel ijzerchloride nodig is om vervolgens een CST waarde van het slib te verkrijgen die overeenkomt met die van mesofiel slib. De tabel laat zien dat de benodigde doseringen voor gestript slib niet veel afwijken van die voor thermofiel slib, ondanks de sterke verschillen in de initiële CST-waarde.



TABEL 41

HCL EN FECL<sub>3</sub> DOSERING OM CST WAARDE VAN MESOFIEL SLIB TE KRIJGEN

Slib	HCl voor neutralisatie naar pH 7 (mol/kg ds)	Fe dosering tot CST = mesofiel (eq/kg ds)
Thermofiel	0,50	1,40
Gestript	0,79	1,20
Gestript met Mg(OH) <sub>2</sub>	1,15	1,25
Gestript met NaOH	1,00	1,40

Ook door RHDHV zijn proeven uitgevoerd om de ontwaterbaarheid van het slib vast te stellen. In aanvulling op de al beschreven CST bepalingen en persproeven zijn door RHDHV ladingtitratie's uitgevoerd. Hierbij wordt met een streaming voltage meter de lading van het slib gemeten. Vervolgens wordt met een polymeer met een bekende lading een titratie uitgevoerd totdat de lading van het slib geneutraliseerd is. Hierdoor geeft deze meting een indicatie voor het PE gebruik. Het resultaat van de meting is alleen bruikbaar als een vergelijkende waarde en niet als een voorspelling voor het absolute PE verbruik.

RHDHV heeft ook diverse PE soorten en combinaties van PE soorten getest. Dit onderzoek liet geen verbeteringen in ontwatering zien. Verder is door RHDHV de invloed van de additie van Fe, Mg en Ca-zouten onderzocht. De additie van Fe liet hierbij de grootste effecten zien en deze bevinding is in lijn met de bevinding van het waterschap. Het effect van de additie van Mg en Ca op de ontwaterbaarheid was beperkt. Tabel 42 vat de belangrijkste resultaten van het onderzoek van RHDHV samen.

TABEL 42

## RESULTATEN ONTWATERINGSTESTEN RHDHV

Slib	CST (sec)	Ladingtitratie (%lading tov mesofiel)	Persproeven (DS% slibkoek)
Mesofiel	420	100%	23%
Thermofiel	1.260	147%	18%
Thermofiel + Fe	820	108%	20%
Thermofiel + Mg	1.050	130%	18%
Gestript (6 uur)	1.670	300%	-
Gestript (6 uur)+ Fe	895	132%	-
Gestript (6 uur) + Mg	1.245	215%	-
Gestript (24 uur)	1.960	265%	18%
Gestript (24 uur) + Fe	865	151%	18%
Gestript (24 uur) + Mg	1.420	230%	18%

De bevindingen dat het thermofiele slib minder goed ontwaterd, komt overeen met de conclusies uit het Stowa rapport (2014-23) waarin aangegeven is dat de ontwateringseigenschappen van het thermofiele slib anders zijn dan die van het mesofiele slib. De proeven op rwzi Bath destijds wijzen in de richting van een afname van de ontwaterbaarheid na thermofiele slibgisting. Destijds was het ook bij hoge PE-dosering niet mogelijk een goede vlokvorming te krijgen bij thermofiel slib, waardoor er toen geen verdere persproeven zijn uitgevoerd. Op basis van die proeven zijn dus geen uitspraken te doen over de ontwaterbaarheid. De proeven geven wel aan dat de polymeerkeuze heroverwogen moet worden bij het omschakelen van mesofiele naar thermofiele vergisting (Kramer, 2014).

### 9.3 VERBETERPERSPECTIEVEN

De proeven laten zien dat een werkbare ontwatering is te verkrijgen bij een juiste PE keuze (BC 470 L), maar dat er dan wel sprake is van een fors hoger PE verbruik. Het hoge extra PE verbruik is gebaseerd op de resultaten van de persproeven van het waterschap. Deze inschatting wordt bevestigd door ladingtitratie metingen door RHDHV die aangeven dat de lading in het slib 47% hoger was dan in het mesofiele slib. In de praktijk moet niet alleen de lading geneutraliseerd worden, maar moet ook een goede vlok worden verkregen en juist deze vlokvorming verloopt moeilijk bij thermofiel slib en dit kan de hogere PE dosering bij de persproeven verklaren. Het toevoegen van ijzerchloride zorgt voor een sterke verbetering van de ontwaterbaarheid waardoor slechts 10% meer PE nodig bleek bij de persproeven.

Ontwatering van het gestripte thermofiele slib bleek erg tegen te vallen. Persproeven door zowel het waterschap als RHDHV gaven maar met moeite een persbare slibvlok. Het onderzoek liet wel zien dat de ontwaterbaarheid te verbeteren is door neutralisatie van het slib met zoutzuur en additie van ijzerchloride. De werking van deze gecombineerde behandeling van het slib kon binnen het tijdsbestek van het onderzoek echter niet met persproeven worden geverifieerd.

Op basis van de bevindingen van de persproeven in november - december komt naar voren dat gebruik van PE BC 470L beter werkt dan tijdens de periode van augustus - september. De resultaten zijn zelfs beter dan destijds met dosering van Fe. Met een PE-dosering van 13 g PE<sub>actief</sub>/kg DS wordt een DS% van 20% gehaald. In de voorliggende periode was het DS% ca 16% bij een PE dosering van 17 g PE<sub>actief</sub>/kg DS. De stabiliteit van de vlok na dosering van PE is flink toegenomen ten opzichte van september. Hierdoor is de vlok beter te persen.

De verbeterde ontwaterbaarheid van het thermofiele slib in de periode november-december in vergelijking met de eerste periode augustus-september, kan mogelijk veroorzaakt worden doordat de thermofiele vergister beter geadapteerd is geraakt aan het te vergisten slib. Het is niet duidelijk of ook een seizoensinvloed een rol heeft gespeeld. Het slib in de zomer heeft over het algemeen een andere samenstelling dan in de winter, maar de periode is te kort om hier een conclusie over te kunnen trekken.

In paragraaf 3.2 is aangegeven dat de verhouding primair en secundair slib tijdens het onderzoek niet constant is geweest. Voorafgaand aan de metingen in november en december is er een periode geweest dat verhouding primair:secundair slib hoger was dan gemiddeld en er is niet helemaal uit te sluiten dat dit een positief effect heeft gehad op de betere ontwaterbaarheid in deze periode. Tijdens de ontwateringsonderzoeken in november en december was de verhouding weer normaal. Daarnaast lieten de CST bepalingen in het monitoringsonderzoek nauwelijks een correlatie zien met de verhouding primair:secundair slib.

### 9.4 CONSEQUENTIES VOOR DE BUSINESS CASE THERMOFIEL VERGISTEN

De ontwaterbaarheid van thermofiel slib is een belangrijke parameter voor de rentabiliteit van thermofiel vergisten. Door een betere afbraak van het slib hoeft minder slib ontwaterd te worden. Dit scheelt kosten voor afvoer en PE (poly-elektrolyt) voor ontwatering. Als de ontwatering echter leidt tot een hoger specifiek PE gebruik en de noodzaak tot doseren van ijzerzouten worden de voordelen significant minder.

Tabel 43 laat de effecten op de business case zien voor een situatie waarbij 8.000 ton droge stof per jaar vergist wordt. Voor het rendement van de gisting zijn de kentallen gebruikt zoals die zijn bepaald tijdens de pilottesten op de rwzi Bath. Voor de thermofiele situatie zijn twee situaties doorgerekend. De eerste situatie is gebaseerd op de ontwateringsprestatie zoals die in de zomerperiode werd gemeten en de tweede situatie is gebaseerd op de verbeterde ontwatering zoals gemeten in december, na verlenging van de proef. Kosten voor de extra retourvracht voor stikstof (orde grootte 30 k€/jaar) en eventueel gasverbruik voor verwarming van de gisting zijn buiten beschouwing gelaten. In deze berekening is gerekend met een vast tarief per ton verwerkte slibkoek waarbij een reductie in het volume en een drogere koek direct leidt tot een verlaging van de slibverwerkingskosten. Of dit ook inderdaad het geval is hangt af van de contractuele condities tussen waterschap en slibverwerker.

De tabel laat zien dat de gemeten verschillen in ontwaterbaarheid tussen de zomer en de winterperiode een groot invloed hebben op de rentabiliteit van een thermofiele gisting. Het is daarom van belang om goed inzicht te hebben in de ontwaterbaarheid van het slib van een thermofiele gisting.

**TABEL 43** EFFECT VAN VERSCHILLEN IN ONTWATERBAARHEID OP DE RENTABILITEIT VAN THERMOFIELE GISTING

		Mesofiel	Thermofiel, slechte ontwatering	Thermofiel, goede ontwatering
<b>Volumes</b>				
Vracht onvergist slib	Ton ds/jaar		8.000	
Vracht vergist slib	Ton ds/jaar	5.760	5.150*	4.960
Productie slibkoek	Ton nat jaar	26.180	24.530	21.570
Biogasproductie	Nm <sup>3</sup> /jaar	1.928.000	2.408.000	2.408.000
<b>Kosten</b>				
Biogas	€/jaar	€ -327.953	€ -409.601	€ -409.601
Kosten Fe	€/jaar	€ -	€ 107.424	€ -
Kosten PE	€/jaar	€ 218.900	€ 216.300	€ 208.300
Kosten slib	€/jaar	€ 1.832.700	€ 1.716.800	€ 1.509.600
<b>Totaal kosten</b>	<b>€/jaar</b>	<b>€ 1.461.800</b>	<b>€ 1.385.700</b>	<b>€ 1.092.600</b>
Besparing	€/jaar		€ 76.100	€ 369.200
<b>Aannames</b>				
Biogas productie	Nm <sup>3</sup> /kg ds in	241	301	301
Afbraak in gisting	% van ds	28%	38%	38%
DS koek	%ds	22%	21%	23%
PE dosering	g/kg ds	9,5	10,5	10,5
Fe dosering	g/kg ds	0	19	0
Kosten PE	€/kg actief		4,0	
Kosten Fe	€/kg Fe		1,1	
Kosten slibafzet	€/kg natte koek		70	
Conversie biogas naar elektriciteit	kWh/Nm <sup>3</sup> gas		1.890	
Niet meegenomen	-	Kosten extra retourvracht stikstof, Gasverbruik t.b.v. verwarming gisting		

\* extra ds vracht aangenomen vanwege dosering van ijzer

# 10

## CONCLUSIES EN AANBEVELINGEN

### 10.1 CONCLUSIES

Op basis van het onderzoek kunnen de volgende conclusies getrokken worden voor het pilot-onderzoek op rwzi Bath met ontwaterbaarheid op labschaal:

1. Voor mesofiel slib was de CST waarde gemiddeld 415 sec.
2. Voor thermofiel slib was de CST waarde fors hoger: 1.010 sec.
3. Door stripping van het ammoniak uit het slib nam de CST waarde nog verder toe tot waarden van 1.700-2.500 sec.
4. Deze resultaten laten zien dat thermofiel slib op basis van deze test veel slechter ontwatert en dat strippen van het ammoniak de ontwaterbaarheid verder verslechtert.
5. Persproeven laten zien dat thermofiel gegist slib heel slecht flocculeert met het normale PE (K232L) dat gebruikt wordt voor mesofiel gegist slib.
6. De proeven laten zien dat een werkbare ontwatering is te verkrijgen bij een juiste PE keuze (BC 470 L).
7. Het thermofiele slib blijkt erg lastig te flocculeren. Er moet vrij veel PE gedoseerd worden om een helder filtraat te krijgen. De vlok is bovendien niet erg stevig.
8. De additie van kationen laat in het algemeen een positief effect zien. Dosering van Fe laat hierbij de grootste effecten zien. Het effect van de additie van Mg en Ca op de ontwaterbaarheid was beperkt.
9. Dosering van  $\text{FeCl}_3$  bij thermofiel slib heeft een positief effect op de ontwaterbaarheid, met name op het PE gebruik.
10. Flocculatie van het gestripte slib is extra moeilijk. De ontwaterbaarheid neemt duidelijk af door het strippen van het slib. De duur van het strippen heeft invloed op de verslechtering: een langere striptijd leidt tot een hogere CST waarde van het slib. Persproeven met het gestripte slib bleken moeilijk uitvoerbaar en een werkbare persing was alleen te krijgen door toevoeging van ijzerchloride.
11. Verlaging van de pH tot pH 7 en additie van  $\text{FeCl}_3$  verbeteren de CST waarde van zowel thermofiel als gestript slib significant. Bij het gestripte slib waren de effecten van een bepaalde dosering groter dan bij thermofiel slib. Dit wijst erop dat de verminderde buffercapaciteit van het slib een rol kan spelen.
12. De benodigde doseringen (HCl en  $\text{FeCl}_3$ ) om te komen tot een vergelijkbare CST van mesofiel slib, wijken voor gestript slib niet veel af van die voor thermofiel slib, ondanks de sterke verschillen in de initiële CST-waarde.
13. De ontwaterbaarheid van het thermofiele slib is in de periode november-december verbeterd ten opzicht van de periode juli-augustus. Mogelijke oorzaken hiervoor zijn: 1. Adaptatie van het slib, 2. Seizoenseffecten, 3. Verhouding prim/sec.

Ontwatering van het gestripte thermofiele slib bleek erg tegen te vallen. Persproeven gaven maar met moeite een persbare slibvlok. Het onderzoek liet wel zien dat de ontwaterbaarheid te verbeteren is door neutralisatie van het slib met zoutzuur en additie van ijzerchloride.

Op basis van de huidige inzichten blijven er echter belangrijke risico's over voor de ontwaterbaarheid van het gestripte slib op praktijkschaal. De ontwaterbaarheid van thermofiel slib was aan het begin van het onderzoek niet optimaal. Ondanks een hoge dosering PE, leidde dit tot lagere drogestofgehalten dan het mesofiele slib. Na verloop van een aantal maanden verbeterde de ontwaterbaarheid van het thermofiele slib. De resultaten zijn gebaseerd op persproeven en uit eerdere onderzoeken (STOWA 2016-11) is gebleken dat deze resultaten indicatief zijn. Zonder full scale ontwateringstesten is lastig een uitspraak te doen over het absolute effect op de ontwaterbaarheid van het thermofiele slib.

## 10.2 AANBEVELINGEN

Als overgegaan wordt op thermofiele gisting kan de ontwaterbaarheid van het slib verbeterd worden door ijzer toe te voegen aan het uitgegiste slib. Het is hierbij wel van belang om een dergelijke keuze te baseren op een situatie waarin het thermofiele slib goed geadapteerd is. Tevens verdient het aanbeveling om na te gaan of er seizoenseffecten zijn in de ontwaterbaarheid van het thermofiele uitgegiste slib.

Het thermofiele en met name het gestripte slib bestaat uit zeer fijne slibvlokjes. De gangbare PE's zijn niet altijd geschikt om met dit fijne slib een stabiele vlokvorming te garanderen. Het verdient aanbeveling om meer onderzoek te doen naar een PE dat zowel de kleine vlokjes invangt, maar tevens een stabiele vlok geeft. Dit inzicht kan verkregen worden door testen met o.a. PAC's en andere coagulanten in combinatie met diverse PE's. Een dergelijk onderzoek is echter zeer tijdsintensief.

Het fijne slib heeft een gebrek aan structuur waardoor een goede persing moeilijk is. Een mogelijkheid die niet onderzocht is, is het toevoegen van een stof die meer structuur geeft, zoals kalk, houtzaagsel e.d.

Het effect van een verlaging van de pH op de CST is onderzocht, waarbij een verbetering van de CST is aangetoond. Er is nader onderzoek nodig naar het effect van de pH en de ontwaterbaarheid door middel van persproeven.

# LITERATUUR

Abu-Orf, M., & Muller, C. (2004). Innovative technologies to reduce water content of dewatered municipal residuals. *Journal of Residuals Science & Technology*, 1(2), 83–91.

Afman, M., Bijleveld, M., & Mulder, M. (2012). *GER-waarden en milieu- impactscores productie van hulpstoffen in de waterketen*. STOWA 2012-06, ISBN 978.90.5773.548.6

Berkhof, D en Korving, L. (2016). *Invloed van kationen en beluchting op de slibontwatering*. STOWA 2016-11, ISBN 978.90.5773.712.1

Boesten, M., Poiesz, W., Reus, D. de, & Haijer, A. (2012). Gruisontwatering biedt nieuw perspectief op verbeteren slibverwerking. *H2O*, (22), 34–37.

Denkert, R., & Schulte, P. (2010). *Zusammenfassung - Aufstockung der Saeurekapazitaet und Einstellung des Kalk-Kohlensaure-Gleichgewichtes durch Dosierung von alkalischen Additiven in die biologische Stufe einer Klaranlage* (16 pagina's). Publicatie van Damman.

DWA . Kennwerte Der Klärschlammwässerung, Merkblatt DWA -M 383, 2008. ISBN 978-3-941089-29-7

Higgins, M. J., Chen, Y.-C., & Murthy, S. N. (2006). *Understanding factors affecting polymer demand for conditioning and dewatering* (p. 112). WERF & IWA Publishing, ISBN 1-84339-726-9

Higgins, M. J., & Novak, J. T. (1997a). Dewatering and Settling of Activated Sludges : The Case for Using Cation Analysis Dewatering The sludges : and case settling for using of activated analysis cation. *Water Environment Research*, 69(2), 225–232.

Higgins, M. J., & Novak, J. T. (1997b). The effect of cations on the settling and dewatering of activated sludges: laboratory results. *Water Environment Research*, 69(2), 215–224.

Jardin, N., & Popel, H. (1994). Phosphate release of sludges from enhanced biological P-removal during digestion. *Water Science and Technology*, 30(6), 281–292.

Kampschreur, Marlies J., et al. "Nitrous oxide emission during wastewater treatment." *Water research* 43.17 (2009): 4093-4103.

Korving, L. (2012). *Trends in slibontwatering* (p. 108). STOWA 2012-46, ISBN 978.90.5773.577.6

Kramer, F. (2014). *Haalbaarheid van thermofiele slibgisting in Nederland*. STOWA 2014-23, ISBN 978.90.5773.664.3

Li, J. (2005). Effects of Fe(III) on flocc characteristics of activated sludge. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 80(3), 313–319. doi:10.1002/jctb.1169

Li, X. Y., & Yang, S. F. (2007). Influence of loosely bound extracellular polymeric substances (EPS) on the flocculation, sedimentation and dewaterability of activated sludge. *Water Research*, 41(5), 1022–30. doi:10.1016/j.watres.2006.06.037

Li, H., Wen, Y., Cao, A., Huang, J., Zhou, Q., & Somasundaran, P. (2012). The influence of additives (Ca<sup>2+</sup>, Al<sup>3+</sup>, and Fe<sup>3+</sup>) on the interaction energy and loosely bound extracellular polymeric substances (EPS) of activated sludge and their flocculation mechanisms. *Bioresource Technology*, 114, 188–194. doi:10.1016/j.biortech.2012.03.043

Mikkelsen, Lene Haugaard, and Kristian Keiding. "Physico-Chemical Characteristics of Full Scale Sewage Sludges with Implications to Dewatering." *Water Research*, 36, no. 36 (2002): 2451–62.

Murthy, S., Novak, J., & Holbrook, R. (2000). Optimizing dewatering of biosolids from autothermal thermophilic aerobic digesters (ATA D) using inorganic conditioners. *Water Environment Research*. 72 (6), 714-721

Nielsen, P. H., & Keiding, K. (1998). Disintegration of activated sludge flocs in presence of sulfide. *Water Research*, 32(2), 313–320. doi:10.1016/S0043-1354(97)00235-2

Novak, J. T. (2010). The Role of Organic Colloids in Dewatering. *Drying Technology*, 28(7), 871–876. doi:10.1080/07373937.2010.490499

Novak, J. T., Sadler, M. E., & Murthy, S. N. (2003). Mechanisms of floc destruction during anaerobic and aerobic digestion and the effect on conditioning and dewatering of biosolids. *Water Research*, 37(13), 3136–3144. doi:10.1016/S0043-1354(03)00171-4

Prodănescu, A. (2017). Dewaterability of thermophilic digestate: Characteristics and underlying processes. A heuristic comparison of mesophilic digestion, thermophilic digestion and digestate ammonia stripping on the site of Bath WWTP, Netherlands, MSc thesis Delft University of Technology

Qi, Y., Thapa, K. B., & Hoadley, A. F. a. (2011). Application of filtration aids for improving sludge dewatering properties – A review. *Chemical Engineering Journal*, 171(2), 373–384. doi:10.1016/j.cej.2011.04.060

Sheng, G.-P., Yu, H.-Q., & Li, X.-Y. (2010). Extracellular polymeric substances (EPS) of microbial aggregates in biological wastewater treatment systems: A review. *Biotechnology Advances*, 28(6), 882–894. doi:10.1016/j.biotechadv.2010.08.001

Shimp, G. F., Barnard, J. L., & Bott, C. B. (2013). Seeking to Understand and Address the Impacts of Biological Phosphorus Removal on Biosolids Dewatering. *Proceedings of the Water Environment Federation*, 2013(9), 5668–5685. doi:10.2175/193864713813716309

Sobeck, D. C., & Higgins, M. J. (2002). Examination of three theories for mechanisms of cationinduced bioflocculation. *Water Research*, 36(3), 527–538. doi:10.1016/S0043-1354(01)00254-8

Veltman, 2014, persoonlijke communicatie

Wilén, B. M., Jin, B., & Lant, P. (2003). The influence of key chemical constituents in activated sludge on surface and flocculating properties. *Water Research*, 37, 2127–2139. doi:10.1016/S0043-1354(02)00629-2

Wilén, B.-M., Keiding, K., & Nielsen, P. H. (2000). Anaerobic deflocculation

# A1

## BIJLAGE TEST PROCEDURE

Voor het mengen van het de benodigde chemicaliën en de PE-oplossing is gewerkt met een standaardprocedure, welke hieronder staan beschreven.

### A1.1 MENGEN VAN HET CHEMICALIËN EN HET SLIB

Bij het mengen van slib en chemicaliën is het van belang om dit goed te doseren, zodat het met het gehele slibmengsel kan reageren. Omdat de mengtijd en -intensiteit een rol spelen is de volgende procedure gevolgd:

- Slib op kamertemperatuur laten komen, aangezien het bewaard wordt in de koelkast;
- 500 ml slib in een 1 liter bekersglas schenken;
- Voeg de gewenste hoeveelheid stockoplossing toe;
- Meng het slib:
  - 2 minuten bij 200 tpm
  - 4 minuten bij 40 tpm.

De menger is zo ingesteld dat de vloeistof goed gemengd wordt, zonder dat er lucht in het mengsel geslagen wordt. Het snelle mixen zorgt voor een goede menging met het slib en het langzame mengen zorgt voor de benodigde reactietijd.

### A1.2 MENGEN VAN PE-OPLOSSING EN SLIB

Voor de ontwateringstest wordt per test 250 ml slib ingezet, in totaal 500 ml voor een duplo bepaling. Deze hoeveelheid is verhoogd of verlaagd, afhankelijk van het drogestofgehalte, om te komen tot een optimale koekdikte na ontwatering. Het mengen van de PE-oplossing met het slib is uitermate belangrijk voor het verkrijgen van een optimaal ontwateringsresultaat. Niet alleen tijd van mengen, maar ook de intensiteit spelen hierbij een belangrijke rol. Op basis van eerder onderzoek is een procedure vastgesteld voor het mengen:

- Voeg PE-oplossing toe (1 uur voorafgaand aan de test gemaakt) aan 250 ml slib;
- Mix het PE-slib-mengsel;
  - 15 sec bij 250 tpm;
  - 1 min bij 22 tpm;
- Ontwater het slib in de Marecopers.

Voor het mengen van PE oplossing met thermofiel slib is gebruik gemaakt van handmatig mengen, omdat bovenstaande procedure niet leidde tot een goede vlokvorming.



**A1.3 PROCEDURES MONITORINGSONDERZOEK (VERLAGEN PH EN DOSERING  $\text{FeCl}_3$ )***Verlaging pH*

- 250 ml slibmonster
- Toevoegen (ondertussen mengen) benodigd volume (0,5, 1,0, 1,5, 2,0 ...) ml van HCl (10%)
- pH meten
- CST meten bij specifiek pH

*Toevoeging  $\text{FeCl}_3$* 

- 250 ml slibmonster
- Toevoegen (ondertussen mengen) benodigd volume (0,5, 1,0, 1,5, 2,0 ...) ml van HCl (10%)
- pH meten
- Toevoegen (ondertussen mengen) benodigd volume (0,5, 1,0, 1,5, 2,0 ...) ml van  $\text{FeCl}_3$  (40%)
- pH meten
- CST meten bij specifiek dosering  $\text{FeCl}_3$

**A1.4 SLIB WASSEN MET CENTRIFUGEREN EN BEZINKING**

- Voeg 100 ml slib toe aan plastic bekerglas
- Verdun dit monster 10 keer met leidingwater tot 1 liter
- Schenk de oplossing in een fles en schud deze na sluiten,
- Centrifugeer dit monster als volgt:
  - a.  $\approx 333$  ml  $\rightarrow$  40,000 rpm; 8 min, Verzamel een deel van het supernatant in een plastic fles S en het depot in een andere plastic fles D met behulp van een lepel,
  - b.  $\approx 333$  ml  $\rightarrow$  10,000 rpm; 8 min, Verzamel een deel van het supernatant in een plastic fles S en het depot in fles D,
  - c.  $\approx 333$  ml  $\rightarrow$  5,000 rpm; 8 min, Verzamel een deel van het supernatant in plastic fles S en het depot in fles D,

(Op bovenstaande manier ontstaat er een mix van de drie stappen met fles S voor het supernatant en fles D met het depot,)
- Voeg vervolgens supernatant uit fles S met een lepel toe aan fles D, Herhaal dit totdat er een mengsel ontstaat dat vergelijkbaar is met het originele slibmonster, Hierbij is het van belang dat het verschil in DS% niet te groot wordt,
- Meet aansluitend de CST,

*Slib wassen met gravitaire bezinking*

- Voeg 100 ml slib toe aan plastic bekerglas
- Verdun dit monster 10 keer met leidingwater tot 1 liter
- Voeg 2 g PE/kg DS toe aan het monster
- Wacht minimaal 24 uur
- Verwijder het supernatant met een injectiespuit
- Verzamel het bezonken monster, controleer de DS% van beide monsters en corrigeer voor eventuele afwijkingen
- Meet de CST