

Fundamentele aspekten van slibontwatering ; Deel 6 : Karakterisering van slibben

Citation for published version (APA):

Herwijn, A. J. M., Heij, Ia, E. J., Janssen, P. M. H., Coumans, W. J., & Kerkhof, P. J. A. M. (1994). Fundamentele aspekten van slibontwatering ; Deel 6 : Karakterisering van slibben. (Toekomstige generatie rioolwaterzuiveringsinrichtingen RWZI 2000; Vol. 35-6). STOWA.

Document status and date: Published: 01/01/1994

Document Version:

Publisher's PDF, also known as Version of Record (includes final page, issue and volume numbers)

Please check the document version of this publication:

• A submitted manuscript is the version of the article upon submission and before peer-review. There can be important differences between the submitted version and the official published version of record. People interested in the research are advised to contact the author for the final version of the publication, or visit the DOI to the publisher's website.

• The final author version and the galley proof are versions of the publication after peer review.

• The final published version features the final layout of the paper including the volume, issue and page numbers.

Link to publication

General rights

Copyright and moral rights for the publications made accessible in the public portal are retained by the authors and/or other copyright owners and it is a condition of accessing publications that users recognise and abide by the legal requirements associated with these rights.

- · Users may download and print one copy of any publication from the public portal for the purpose of private study or research.
- You may not further distribute the material or use it for any profit-making activity or commercial gain
 You may freely distribute the URL identifying the publication in the public portal.

If the publication is distributed under the terms of Article 25fa of the Dutch Copyright Act, indicated by the "Taverne" license above, please follow below link for the End User Agreement:

www.tue.nl/taverne

Take down policy

If you believe that this document breaches copyright please contact us at:

openaccess@tue.nl

providing details and we will investigate your claim.

R94-02/6_slibontwatering-6-karakterisering-slibben

w same set a set w a 2 4 7 2 4 7 4 8 9 8 4 6 7 7 8 8 **h** t



n

e

1

n a

FUNDAMENTELE ASPEKTEN VAN SLIBONTWATERING

Deel 6: Karakterisering van slibben





Rijkswaterstaat Rijksinstituut voor Integraal Zoetwaterbeheer en Afvalwaterbehandeling

Postbus 17, 8200 AA Lelystad



Stichting Toegepast Onderzoek Waterbeheer

Postbus 8090, 3503 RB Utrecht

Toekomstige generatie rioolwaterzuiveringsinrichtingen RWZI 2000





FUNDAMENTELE ASPEKTEN VAN SLIBONTWATERING

Deel 6: Karakterisering van slibben

auteur(s):

TU-Eindhoven, Laboratorium voor Scheidingstechnologie:

ir. A.J.M. Herwijn drs. E.J. La Heij ing. P.M.H. Janssen dr.ir. W.J. Coumans prof.dr.ir. P.J.A.M. Kerkhof

RWZI 2000 94-02

Het onderzoek *Toekomstige generatie rioolwaterzuiveringsinrichtingen RWZI 2000* is een samenwerkingsverband van de STOWA en Rijkswaterstaat (RIZA).

VOORWOORD

De problematiek rond de nuttige afzet van zuiveringsslib heeft binnen het RWZI 2000 onderzoekprogramma ruim aandacht gekregen. Naast kwaliteitsverbetering van zuiveringsslib kan de omvang van het probleem worden verkleind door het volume van de hoeveelheid slib, dat vrij komt te beperken. Enerzijds door een verminderde produktie van slib bij het zuiveren van rioolwater, anderzijds door het drogestofgehalte van het gevormde zuiveringsslib te verhogen o.a door een verbeterde ontwatering. Aangezien destijds met de toenmalige, veelal op empirisch onderzoek gebaseerde inzichten en kennis geen substantiële verhoging van het drogestofgehalte was te verwachten, is in 1990 een fundamenteel onderzoek gestart naar slib/waterscheiding.

Het onderzoek is uitgevoerd in het Laboratorium voor Scheidingstechnologie van de TU-Eindhoven door een projektgroep, bestaande uit ir. A.J.M. Herwijn, drs. E.J. La Heij en ing. P.M.H. Janssen onder begeleiding van dr.ir. W.J. Coumans en prof.dr.ir. P.J.A.M. Kerkhof. Een belangrijke bijdrage aan het onderzoek is geleverd door tien afstudeerders van de faculteit Scheikundige Technologie.

Bij de uitvoering van het onderzoek werd het projectteam begeleid door een commissie bestaande uit ir. H.A. Meijer (Zuiveringsschap Hollandse Eilanden en Waarden), prof.ir. J.H.J.M. van der Graaf (TU-Delft/Witteveen & Bos), ing. R. Kampf (Hoogheemraadschap Uitwaterende Sluizen), ir. R.E.M. van Oers (Hoogheemraadschap West-Brabant), prof.dr.ir. W.H. Rulkens (LU-Wageningen), ing. G.B.J. Rijs (RIZA) en ir. P.C. Stamperius (STOWA).

Het voorliggende rapport geeft een overzicht van de verkregen onderzoeksresultaten en vormt een onderdeel van het uit acht deelrapportages bestaande eindrapport, t.w.:

- deel 1: Samenvattend verslag
- deel 2: Flocculatiemechanismen
- deel 3: Filtratie-expressie modellering
- deel 4: Filtratie-expressie experimenten
- deel 5: Slib-water binding
- deel 6: Karakterisering van slibben
- deel 7: Ontwikkeling nieuw CST-apparaat
- deel 8: Congresbijdragen

Lelystad, juli 1994

Voor de Stuurgroep RWZI 2000

prof. dr. J. de Jong (voorzitter)

DANKWOORD

Onze dank gaat uit naar de studenten die in de projectgroep hun afstudeerwerk hebben verricht en een grote bijdrage hebben geleverd aan het onderzoek: Albert van Veldhuizen, Lotte Boon, Paul Dohmen, Frank Pijpers, Juul IJzermans, Diederic van Dijke, Oscar Meijer, Marga Verduin, Annemiek van der Zande en Moshe van Berlo.

Gerben Mooiweer wordt bedankt voor zijn bijdrage aan het ontwikkelen van rekenprogramma's.

Leo Pel van de faculteit Bouwkunde en Klaas Kopinga van de faculteit Technische Natuurkunde bedanken wij voor het deskundige advies en het beschikbaar stellen van de NMRapparatuur.

Paul Buijs, Wies van Diemen en Prof. Stein van de vakgroep Thermodynamica en Colloïdchemie worden bedankt voor het beschikbaar stellen van de het ESA-meetinstrument.

Jan Denissen van TNO-keramiek wordt bedankt voor het fabriceren van keramiek voor het gemodificeerde CST-apparaat.

De technici, bedankt voor jullie ondersteuning bij het ontwerpen en bouwen van meetopstellingen.

Anniek van Bemmelen en May Rijvers bedanken wij voor het verzorgen van het eindrapport.

Namens de projectgroep.

the ward

Prof.dr.ir. P.J.A.M. Kerkhof

INHOUDSOPGAVE

SAMENVATTING

1	INLEIDING	1
2	RIOOLWATERZUIVERINGSINSTALLATIES	3
	2.1 Inleiding	3
	2.2 Beschrijving van de RWZI's	4
	2.2.1 RWZI Eindhoven, slibverwerking Mierlo	6
	2.2.2 RWZI Amsterdam-oost	6
	2.2.3 RWZI Veghel-Uden	7
	2.2.4 RWZI Lage Zwaluwe, slibverwerking Rijen	8
3	SLIBKARAKTERISERING	9
	3.1 Inleiding	9
	3.2 Conditionering	9
	3.3 Toepasbaarheid van slibkarakterisering naar de praktijk toe	12
	3.4 Opzet van het onderzoek	12
	3.4.1 Drogestofgehalte	14
	3.4.2 Gloeirest	14
	3.4.3 Slib Volume Index	14
	3.4.4 ATP-gehalte	15
	3.4.5 pH	15
	3.4.6 Geleidbaarheid	15
	3.4.7 Hoeveelheid ijzerionen in het filtraat	15
	3.4.8 Hoeveelheid polyelectrolyt in het filtraat	16
4	FILTRATIE	19
	4.1 Theorie	19
	4.2 Experimentele methode	22
	4.2.1 Filtratie-/expressiecel	22
	4.2.2 Modified Filtration Test	23
	4.2.3 Capillary Suction Test	25
	4.3 Resultaten en conclusies	26
	4.3.1 Reproduceerbaarheid van de metingen	26
	4.3.2 Interpretatie van de resultaten	28
5	REOLOGIE	32
	5.1 Theorie	32
	5.2 Experimentele methode	36
	5.3 Resultaten en conclusies	40
6	DEELTJESGROOTTEVERDELING EN MORFOLOGIE	45
	6.1 Theorie	45
	6.2 Experimentele methode	48

	6.3 Resultaten en conclusies	49
7	RESULTATEN EN DISCUSSIE	57
	7.1 Inleiding	57
	7.2 Resultaten van de slibkarakterisering	57
	7.3 Verbanden tussen slibparameters	58
	7.4 Vergelijking van de vier gekarakteriseerde slibben	65
	7.5 Verschillen in prestatie tussen de gebruikte flocculanten	67
	7.6 Voorspellende waarde van de slibparameters voor de ontwaterbaarhe	eid
	met het oog op de praktijk	68
8	CONCLUSIES EN AANBEVELINGEN	72
	8.1 Conclusies	72
	8.2 Aanbevelingen	74

SYMBOLEN EN AFKORTINGEN

LITERATUUR

BIJLAGE I: Processchema's van de RWZI's
BIJLAGE II: Schema voor de slibkarakterisering
BIJLAGE III: Experimentele bepaling van het ATP-gehalte
BIJLAGE IVa: UV-Vis spectra van oplossingen van CoPc(NaSO3)₄ waaraan een toenemende hoeveelheid polyelectrolyt-oplossing is toegevoegd
BIJLAGE IVb: UV-Vis spectra van oplossingen van CoPc(NaSO3)₄ waaraan een toenemende hoeveelheid filtraat is toegevoegd
BIJLAGE V: SAS-programma voor drukfiltratie
BIJLAGE VI: SAS-programma voor reologie
BIJLAGE VII: SAS-programma voor de deeltjesgrootteverdeling

APPENDIX : Resultaten karakterisering vier slibben

SAMENVATTING

Een belangrijk aspect in het onderzoek is de karakterisering van fysische eigenschappen van slib. Karakteriseren van zuiveringsslib wil zeggen het bepalen van slibeigenschappen die relevant zijn voor een gefundeerd begrip van het ontwateringsproces.

Door toevoeging van flocculanten aan het slib worden grotere slibvlokken gevormd en verbetert de ontwaterbaarheid sterk. De meest gebruikt flocculanten zijn enerzijds hoog-kationogene polyelektrolyten en anderzijds $FeCl_3$ in combinatie met $Ca(OH)_2$. De hoeveelheid toegevoegde flocculant en de mengcondities bij flocculeren zijn bepalend voor de ontwateringsresultaten.

Er is een groot aantal karakteriseringsmethodes voor slib beschikbaar in het laboratorium. Een aantal daarvan is gebruikt in dit onderzoek. Met deze methodes zijn vier verschillende slibben gekarakteriseerd. Als flocculanten zijn zowel $FeCl_3/Ca(OH)_2$ als polyelektrolyten gebruikt. Bovendien zijn verschillende concentraties flocculant toegevoegd aan het slib.

Een aantal methoden verschaft niet veel informatie over de mate van ontwaterbaarheid. Dit zijn de slib-volume-index, het ATP-gehalte, de geleidbaarheid en de pH.

Andere methodes geven wel informatie over de mate van ontwaterbaarheid en de optimale conditioneringscondities. Dit zijn vooral de MFT-methode, de CST-methode, drukfiltratie, reologie met behulp van een reometer en bepaling van de deeltjesgrootteverdeling door middel van "Image Analysing".

Met de vijf bovenstaande methodes worden parameters bepaald, waartussen correlaties bestaan als functie van de concentratie flocculant. Optimale flocculatie treedt, volgens de in dit onderzoek gebruikte definitie, op als het drogestofgehalte van de filterkoek volgens de MFT-methode maximaal is. Bij optimale flocculatie zijn de filtratiesnelheid, de deeltjesgrootte en de thixotropie (maat voor de vlokafbraak) bij benadering maximaal.

De permeabiliteit van de initieel gevormde filterkoek is een belangrijke parameter bij ontwatering. De hierboven genoemde maxima treden op bij de concentratie flocculant waarbij de slibkoek een maximale (initiële) permeabiliteit heeft.

De filtratie-/expressiecel en Modified Filtration Test zijn geschikte karakteriseringsmethoden om in de praktijk te gebruiken voor diagnose en optimalisatie van het flocculatieproces.

Behalve deze correlaties zijn nog enkele andere resultaten bereikt. Met reologische experimenten is bijvoorbeeld aangetoond dat slib pseudoplastisch gedrag vertoont. Tussen de vier gekarakteriseerde slibben zijn een aantal verschillen te constateren. Deze worden veroorzaakt door de verschillen tussen de RWZI's en verschillen in het te reinigen afvalwater. De verschillen tussen de parameters van de vier slibben verklaren deels de verschillen in ontwaterbaarheid.

HOOFDSTUK 1 INLEIDING

In dit deel van het verslag wordt de karakterisering van zuiveringsslib besproken. Het in dit deel beschreven onderzoek is gebaseerd op het afstudeerwerk van M. van Berlo.

Aangezien het drogestofgehalte van slib aanvankelijk kleiner is dan 5 %, dient slib eerst ontwaterd te worden. Zonder conditionering vooraf is slib zeer slecht ontwaterbaar. Een vorm van conditionering is het toevoegen van flocculanten. Wanneer deze chemische verbindingen toegevoegd worden aan het slib verbetert de ontwaterbaarheid sterk. De keuze van de juiste flocculant en flocculantdosering is van grote invloed op de ontwaterbaarheid en dus zeer belangrijk. Deze keuze dient voor ieder slib apart gemaakt te worden, aangezien in de praktijk elk slib andere eigenschappen heeft. De samenstelling en eigenschappen van slib worden namelijk bepaald door een groot aantal factoren.

Om het slib optimaal te kunnen flocculeren is het noodzakelijk om meer inzicht te verkrijgen in de fysisch-chemische eigenschappen van slib. Om dit doel te bereiken dienen een aantal relevante fysische en chemische eigenschappen van slib gekarakteriseerd te worden.

In dit verslag wordt een aantal karakteriseringsmethodes besproken. Met deze methodes zijn vier verschillende slibben gekarakteriseerd. Hierbij worden parameters verkregen die informatie geven over de eigenschappen van het gekarakteriseerde slib. Het doel van dit onderzoek is een aantal fysische parameters van slib te bepalen die relevant zijn voor een gefundeerd begrip van het ontwateringsgedrag. Er is speciaal aandacht geschonken aan de onderlinge verbanden tussen deze parameters.

In hoofdstuk 2 zijn de RWZI's beschreven waar het in dit onderzoek gekarakteriseerde slib vandaan komt. De verschillende kenmerken van een RWZI bepalen voor een groot deel de eigenschappen van het vrijgekomen slib.

De mogelijkheden van slibkarakterisering worden besproken in hoofdstuk 3. Bovendien worden de mechanismen van flocculatie van slib met de gebruikte flocculanten gegeven. Ook wordt een aantal in dit onderzoek gebruikte karakteriseringsmethodes beschreven.

In hoofdstuk 4 t/m 6 wordt op een aantal karakteriseringsmethodes wat dieper ingegaan. Dit betreft respectievelijk filtratie, reologie en bepaling van de deeltjesgrootteverdeling.

De resultaten van de slibkarakterisering met daarbij fysische interpretaties en verbanden tussen gekarakteriseerde parameters zijn gegeven in hoofdstuk 7. Hoofdstuk 8 bevat de conclusies en aanbevelingen gevolgd door het overzicht van de gebruikte literatuur in hoofdstuk 9. In de appendix zijn de resultaten van de karakterisering van de vier slibben gegeven.

HOOFDSTUK 2 RIOOLWATERZUIVERINGSINSTALLATIES

2.1 Inleiding

Afvalwater is afkomstig van huishoudens, industrie en regen. Het overgrote deel van het afvalwater in Nederland wordt gezuiverd in rioolwaterzuiveringsinstallaties (RWZI's). Er is een aantal verschillende reinigingsmethoden, waarvan de meest toegepaste de mechanischbiologische zuivering volgens het actief slib principe is. Een dergelijke zuivering bestaat uit een aantal processtappen, dat echter per RWZI kan verschillen, afhankelijk van de kwaliteit en kwantiteit van het aangeboden afvalwater. Een processchema van een RWZI is weergegeven in figuur 1.



Figuur 1. Processchema van een RWZI

De cijfers bij de verschillende units en stromen staan voor het volgende:

- 1. influent: verontreinigd afvalwater
- 2. roosterinstallatie: verwijdering van grof vuil
- 3. grof vuil: takken, blikjes, plastic voorwerpen e.d.
- 4. zandvanger: bezinkbak voor "zware"deeltjes zoals zand
- 5. zand
- 6. voorbezinking: afscheiding van vaste stof
- 7. primair slib
- aëratietank: biologische afbraak van organische verontreinigingen met behulp van bacteriën en zuurstof

- 9. nabezinktank
- 10. secundair slib
- 11. retourslib
- 12. spuislib
- 13. effluent: gereinigd afvalwater.

In de aëratietank, ook wel beluchtingstank genoemd, bevinden zich diverse microörganismen, waarvan het merendeel uit bacteriën bestaat. Bacteriën met een hoeveelheid geadsorbeerd inert materiaal vormen het actief slib. De opgeloste verontreinigingen worden door de bacteriën voor een deel geoxydeerd om energie te verkrijgen voor de levensfuncties. Verder wordt een deel van de verontreinigingen omgezet en gebruikt voor celopbouw en -produktie.

Er wordt dus slib geproduceerd in de aëratietank. Een deel van het, in de nabezinktank gesedimenteerd, secundair slib wordt gerecycled naar de aëratietank. De rest, het surplusslib, dient ontwaterd te worden.

Mechanische ontwatering is hierbij de meest gebruikte methode. Er zijn hiervoor een drietal apparaten, te weten de kamerfilterpers (KFP), zeefbandpers (ZBP) en centrifuge (C). Bij de eerste twee machines wordt een deel van het water verwijderd door filtratie en persen, dus op basis van het feit dat de vloeistof wel door een poreuze plaat stroomt en de vaste stof achterblijft. Bij de centrifuge vindt de scheiding plaats door dichtheidsverschillen.

Aangezien zowel de afvalwaterzuivering als de slibverwerking zich per RWZI onderscheiden is in dit onderzoek gekozen voor karakterisering van slib van vier RWZI's met aanwijsbare verschillen. Het gaat om de volgende slibben:

- actief slib (mengslib) uit Mierlo

- uitgegist slib uit Amsterdam-oost
- slecht ontwaterbaar oxydatieslootslib uit Veghel
- oxydatieslootslib (100% huishoudelijk) uit Lage Zwaluwe

De verschillen tussen de RWZI's worden veroorzaakt door de hoeveelheid en aard van het aangeboden afvalwater en onderscheiden in bedrijfsvoering van zowel afvalwaterzuivering als slibverwerking.

2.2 Beschrijving van de RWZI's

In deze paragraaf wordt een aantal aspecten van de vier hierboven genoemde RWZI's opgesomd. Enige opmerkingen vooraf:

- Onder een inwoner equivalent (i.e.) verstaat men de gemiddelde hoeveelheid afvalwater, uitgedrukt in biologisch zuurstofverbruik (BZV), die één persoon voortbrengt. Ook de hoeveelheid afvalwater die de industrie produceert geeft men weer in i.e.

De slibbelasting is de hoeveelheid verontreiniging in kilogram BZV dat per kilogram slib per dag omgezet wordt.

$$SB = \frac{BZV}{m.T} \tag{1}$$

met:

SB = slibbelasting (kg BZV/kg slib.dag)
 BZV = hoeveelheid verontreiniging uitgedrukt in biologisch zuurstofverbruik (kg BZV)
 m = hoeveelheid slib in de aëratietank (kg)
 T = tijd (dagen)

Voor zeer laag belaste systemen als de oxydatiesloot (zie vooral Lage Zwaluwe en Veghel) is de slibbelasting ongeveer 0,05 kg BZV/kg slib.dag. Voor andere, hoger belaste, actief slib installaties geldt een hogere waarde. Oxydatiesloten worden overigens ook gekenmerkt door een relatief groot volume van de beluchtingsruimte en vaak door het ontbreken van een zandvanger en voorbezinktank.

 De slibleeftijd geeft de gemiddelde tijd aan die een slibdeeltje doorbrengt in de aëratieruimte.

$$SL = \frac{m}{SS}$$
(2)

met:

SL = slibleeftijd (dagen)

- SS = hoeveelheid surplusslib (kg/dag)
- Het drogestofpercentage van slib wordt aangegeven met ds%. Zowel het ds% van het te ontwateren slib als dat van het ontwaterde slib is niet constant, maar varieert in de tijd.
 De genoemde getallen zijn gemiddelde waarden over minimaal vijf maanden. Het te ontwateren slib is reeds ingedikt in een slibindikker.
- De in de praktijk gebruikte polyelektrolyt (p.e.) wordt bij alle RWZI's gedoseerd in een 0,1% oplossing.

Alle gegevens gelden voor 1992 en/of begin 1993 en zijn verstrekt door de betreffende

RWZI's.

In bijlage I zijn processchema's opgenomen van alle hierna besproken installaties.

2.2.1 RWZI Eindhoven, slibverwerking Mierlo

In deze RWZI wordt het afvalwater uit Eindhoven en omstreken gezuiverd. Het zuiveringsslib dat hierbij vrijkomt, wordt ontwaterd in een speciale slibverwerkingsinstallatie in Mierlo.

Het processchema van de RWZI Eindhoven (zie bijlage I) wijkt alleen af van figuur 1 ten aanzien van de slibverwerking die, zoals al vermeld, elders plaatsvindt. In dit onderzoek is mengslib (primair en secundair slib) uit Mierlo gebruikt en incidenteel ook secundair slib uit Eindhoven.

afvalwaterzuivering

aangesloten plaatsen: Eindhoven en een groot aantal kleinere plaatsen, waaronder Son, Geldrop en Valkenswaard. Bij elkaar zo'n 25 steden en dorpen. samenstelling: 60 % huishoudelijk, 40 % industrieel. debiet influent: 5,0.10⁷ m³/jaar. ontwerpcapaciteit: 750.000 inwoner equivalenten. slibbelasting: 0,20 kg BZV/kg ds.dag. slibleeftijd: 6 dagen.

slibverwerking debiet slib: 5,6.10^s m³/jaar. ontwateringsapparatuur: 5 ZBP: 2950 kg ds/uur (totaal). 1 C: 1500 - 1750 kg ds/uur. 2 KFP: 2 x 7,5 m², perstijd 2¹/₂ - 3 uur. ds% te ontwateren slib: 2,5% ds% ontwaterd slib: 22% (ZBP), 24% (C), 35% (KFP). flocculantverbruik: 145 - 180 g/kg ds FeCl₃, 500 - 600 g/kg ds Ca(OH)₂ (KFP). 4 - 5gp.e./kg ds (C en ZBP).

gebruikte p.e.: Nalco 41/62 van Nalco Company.

2.2.2 RWZI Amsterdam-oost

Amsterdam is wat betreft de afvalwaterzuivering onderverdeeld in vier districten. Het district Amsterdam-oost neemt ongeveer de helft van het afvalwater voor zijn rekening. Bovendien wordt het surplusslib van de vier districten bij de RWZI Amsterdam-oost (zie bijlage I) ontwaterd. Voordat het slib ontwaterd wordt, wordt het eerst 20 à 30 dagen bij 30°C vergist in gistingstanks. Het voordeel hiervan is dat het slib gestabiliseerd wordt. Als gevolg daarvan neemt de stank af. Bovendien reageert een deel van de organische stof weg, zodat de hoeveelheid slib afneemt. Vaak wordt aan de gistingstanks een kleine hoeveelheid FeCl₃ aan het slib toegevoegd om de primaire vlokvorming te bevorderen. Ook vindt dan een reactie plaats tussen ijzerionen en gevormd H₂S, waardoor ijzersulfide-neerslag ontstaat en weinig H₂S in het gistingsgas voorkomt. De invloed van gisting op de ontwaterbaarheid van slib is, door het verlagen van het gehalte aan organisch materiaal, positief, maar niet zo groot. Bij het gistingsproces ontstaat, vanwege de anaërobe omstandigheden, gistingsgas met een hoog gehalte aan methaan. Dit wordt verbrand in gasmotoren met generatoren, waarbij het koelwater wordt gebruikt voor de verwarming van de gistingstanks en de gebouwen op het terrein. De opgewekte elektriciteit dekt meer dan de helft van de behoefte op de RWZI.

afvalwaterzuivering

aangesloten plaats: deel van Amsterdam. samenstelling: praktisch uitsluitend huishoudelijk. debiet influent: 4,8.10⁷ m³/jaar. ontwerpcapaciteit: 750.000 i.e. slibbelasting: 0,10 kg BZV/kg ds.dag. slibleeftijd: 9 dagen.

slibverwerking debiet slib: 8,4.10⁵ m³/jaar. ontwateringsapparatuur: 3 C: 3 x 1200 kg ds/uur. 4 KFP: 1120 m³ slib/dag ds% te ontwateren slib: 2,0 - 2,5% ds% ontwaterd slib: 25% (KFP en C). flocculantverbruik: 5 g p.e./kg ds (KFP) 7 - 8 g p.e./kg ds (C). gebruikte p.e.: Zetag 63 van Allied Colloids.

2.2.3 RWZI Veghel-Uden

In de RWZI Veghel-Uden (zie bijlage I) wordt afvalwater uit Veghel, Uden en omstreken behandeld. Tevens wordt het zuiveringsslib ontwaterd. Daarbij wordt ook extern aangevoerd uitgegist slib, minder dan 10% van het totaal, ontwaterd.

afvalwaterzuivering

aangesloten plaatsen: Veghel, Uden en een tiental kleinere plaatsen. samenstelling: 35% huishoudelijk, 65% industrieel. debiet influent: 1,3.10⁷ m³/jaar. ontwerpcapaciteit: 250.000 i.e. slibbelasting: 0,06 kg BZV/kg ds.dag. slibleeftijd: 13 dagen.

slibverwerking

debiet slib: 1,4.10⁵ m³/jaar. ontwateringsapparatuur: 4 ZBP: 4 x 350 kg ds/uur. ds% te ontwateren slib: 3,5 - 4,0% ds% ontwaterd slib: 17% flocculantverbruik: 5 - 6 g p.e./kg ds. gebruikte p.e.: Superfloc C496 van Cyanamid B.V.

2.2.4. RWZI Lage Zwaluwe, slibverwerking Rijen

In de RWZI Lage Zwaluwe (zie bijlage I) wordt alleen afvalwater uit Lage Zwaluwe gezuiverd. Zoals veel andere kleine installaties heeft ook deze RWZI geen zandvanger of voorbezinktank en gaat het water na de roosterinstallatie direct naar de oxydatiesloot, die logischerwijze wordt gekenmerkt door een zeer lage slibbelasting en een relatief hoge slibleeftijd. Het spuislib wordt ontwaterd bij de RWZI Rijen. Het slib uit Lage Zwaluwe omvat minder dan 3% van het totaal te ontwateren slib, dat zeer divers van aard en afkomst is.

afvalwaterzuivering aangesloten plaats: Lage Zwaluwe. samenstelling: 100% huishoudelijk. debiet influent: 7,1.10⁵ m³/jaar. ontwerpcapaciteit: 6000 i.e. slibbelasting: 0,06 kg BZV/kg ds.dag. slibleeftijd: 20 dagen.

slibverwerking debiet slib: 1,2.10⁵ m³/jaar, waarvan 2,8.10³ m³/jaar uit Lage Zwaluwe. ontwateringsapparatuur: 2 ZBP: 2 x 30 m³ slib/uur ds% te ontwateren slib: 3,5% ds% ontwaterd slib: 20% flocculantverbruik: 6 g p.e./kg ds. gebruikte p.e.: Zetag 87 van Allied Colloids.

HOOFDSTUK 3 SLIBKARAKTERISERING

3.1 Inleiding

In hoofdstuk 1 is de noodzaak van slibkarakterisering aangeduid. Bovendien werd aangegeven dat voor ontwatering van slib een zo goed mogelijke flocculatie evident is.

In paragraaf 3.2 wordt de conditionering van slib besproken. Daarbij wordt er specifiek op ingegaan volgens welke mechanismen slib flocculeert door toevoeging van anorganische of organische flocculanten (zie ook DEEL 2: FLOCCULATIEMECHANISMEN)

Er zijn in het verleden al meerdere onderzoeken uitgevoerd naar fysische eigenschappen van zuiveringsslib met betrekking tot de ontwaterbaarheid. In paragraaf 3.3 wordt met name ingegaan op de samenhang tussen op laboratoriumschaal gekarakteriseerde slibparameters en parameters die belangrijk zijn op praktijkschaal voor de slibontwatering.

De opzet van dít onderzoek wordt uiteengezet in paragraaf 3.4. Tevens wordt een deel van de methodes, zoals die hier gebruikt zijn, besproken.

3.2 Conditionering

Er zijn verschillende mogelijkheden om slib te conditioneren waardoor de ontwaterbaarheid verbetert. De belangrijkste zijn:

- Thermische conditionering.
 - Het verhitten van slib of het bevriezen en daarna ontdooien van slib.
- Fysische conditionering.

Het toevoegen van anorganische vulmiddelen zoals vliegas.

- Chemische conditionering.

Het toevoegen van flocculanten.

In de praktijk wordt vrijwel altijd chemische conditionering, dus flocculatie, toegepast.

Flocculatie is het aggregeren van deeltjes. Er worden grotere deeltjes gevormd en het totale oppervlak van alle deeltjes neemt af. Ongeflocculeerd slib bevat veel kleine deeltjes die bij filtratie de kanalen in de koek verstoppen. Als gevolg hiervan neemt de ontwaterbaarheid af. Naast de afname van de totale deeltjesoppervlakte spelen bij flocculatie overigens nog vele andere factoren een rol die van invloed is op de ontwaterbaarheid, zoals bijvoorbeeld de hoeveelheid flocculant en de mengintensiteit bij het doseren van flocculant. Flocculatie kan bewerkstelligd worden door toevoeging van flocculanten, chemische verbindingen die bij flocculatie als intermediair dienen.

Het is nuttig om het begrip optimale flocculatie te definiëren. Het betreft namelijk geen absoluut begrip, maar een begrip dat op verschillende manieren geïnterpreteerd kan worden. In dit onderzoek luidt de definitie als volgt: Optimale flocculatie is de flocculatie waarbij door toevoeging van een bepaalde hoeveelheid flocculant en bij een bepaalde roertijd het hoogste drogestofgehalte van de filterkoek behaald wordt. Het drogestofgehalte wordt bepaald met de MFT-methode en wordt uitgedrukt in een MFTid, die bij optimale flocculatie minimaal moet zijn.

De definitie van de MFTid is gegeven in paragraaf 4.2.2. De dosering waarbij optimale flocculatie optreedt wordt optimale dosering genoemd en de roertijd die bij een bepaalde dosering de laagste MFTid oplevert wordt de optimale roertijd bij die dosering genoemd.

Er zijn diverse flocculanten in gebruik bij slib. Ze kunnen worden ingedeeld in twee groepen, anorganische en organische.

De meest gebruikte anorganische flocculant is FeCl₃ in combinatie met Ca(OH)₂. Alle handelingen met betrekking tot de flocculatie met FeCl₃ en Ca(OH)₂ worden uitgevoerd volgens Stora-rapport 6 [1983]. Dit houdt onder andere in dat eerst FeCl₃ wordt toegevoegd en 15 seconden wordt geroerd bij 1000 toeren per minuut. Daarna wordt Ca(OH)₂ toegevoegd waarna 60 seconden bij 500 toeren per minuut wordt geroerd. Een schema van de conditionering is weergegeven in figuur 2.





Als eerste wordt aan het slib $FeCl_{3.}6H_{2}O$ toegevoegd. Dit lost op zodat er zwak-zure $Fe(H_{2}O)_{6}^{3+}$ groepen ontstaan. Afhankelijk van de zuurgraad kunnen deze groepen H⁺ ionen afstaan. De volgende hydrolyse-evenwichten zijn van belang:

 $Fe(H_2O)_{6-n}(OH)_n^{3-n} \rightleftharpoons Fe(H_2O)_{6-n-1}(OH)_{n+1}^{3-n-1} + H^+$ (n = 0 t/m 5)

Er kunnen dus zeven van dit soort ijzerhydroxyde-complexen aanwezig zijn, van Fe(H₂O)₆³⁺ tot $Fe(OH)_{k}^{3}$. Hoe lager de pH van het mengsel, des te meer het evenwicht links ligt. Slib is bij benadering pH-neutraal. Als ijzerhydroxyde-complexen aanwezig zijn, gedragen deze zich als zuren. Flocculatie treedt op door aantrekking van delen van het oppervlak van slibdeeltjes die bedekt zijn met voornamelijk éénwaardig positief geladen ijzerhydroxydeverbindingen en onbedekte negatief geladen delen van het oppervlak van andere slibdeeltjes [DEEL 2]. De ijzerhydroxyde-complexen hebben verder een sterke neiging tot polymerisatie. De gepolymeriseerde produkten kunnen bruggen vormen tussen slibdeeltjes waardoor ook flocculatie optreedt. In de praktijk is het van belang dat de pH na toevoeging van Ca(OH)₂ minimaal 12 is. Functies van de Ca(OH)₂ zijn vermindering van de stankvorming bij opslag van ontwaterd slib en desinfectie. Bij de hoge pH vindt precipitatie plaats van Fe(OH)₃, zodat er weinig ijzerionen in het filtaat terechtkomen. De belangrijkste functie van Ca(OH)₂ is dat het fungeert als vulmiddel. Door toevoeging van Ca(OH)₂ wordt de slibkoek minder compressibel, waardoor hogere einddrogestofgehaltes bereikt kunnen worden. Flocculatie met FeCl₃ en Ca(OH)₂ vindt in de praktijk alleen plaats bij ontwatering met filterpersen. Een nadeel van anorganische flocculanten is dat ze het gehalte aan anorganische stoffen in de slibkoek verhogen. Dit hogere gehalte is ongewenst bij slibverbranding, omdat de verbrandingswarmte van de slibkoek daardoor verlaagd wordt.

De organische flocculanten worden polyelektrolyten genoemd en zijn sterk kationische polymeren, die kunnen bestaan uit diverse monomeren, waaronder met name non-ionische acrylamides en kationische comonomeren [Reuter, 1992]. De molecuulmassa ligt rond 10⁶-10⁷ kg/kmol. Behalve deze hoge molecuulmassa is een hoge ladingsdichtheid vereist voor optimale flocculatie [Lotito, 1990, 2]. Polyelektrolyten werden aanvankelijk alleen gebruikt bij centrifuges en zeefbandpersen. Tegenwoordig komt ook toepassing als flocculant in filterpersen veelvuldig voor. De handelingen bij flocculatie met polyelektrolyten worden uitgevoerd volgens [Stora-rapport 4 [1982]. Dit houdt onder andere in dat er altijd bij 1000 toeren per minuut wordt geroerd na toevoeging van de polyelektrolyt-oplossing. De roertijd ligt niet vast. Bij flocculatie met polyelektrolyten spelen een aantal mechanismen spelen een rol [Gregory, 1985]. De belangrijkste zijn polymere brugvorming, het elektrostatisch plaats model en ladingsneutralisatie (zie DEEL 2: FLOCCULATIEMECHANISMEN).

3.3 Toepasbaarheid van slibkarakterisering naar de praktijk toe

In de afgelopen decennia is er veel onderzoek gedaan naar ontwateringseigenschappen van slib. Er worden dan ook inmiddels tientallen parameters, zowel fysisch, chemisch als biologisch, gebruikt die een beeld geven van bepaalde slibkarakteristieken. Tussen een aantal van deze parameters bestaan duidelijke correlaties. Voor de praktijk is het belangrijk om (een aantal van) deze, vaak op laboratoriumschaal bepaalde, parameters te kunnen gebruiken om de bedrijfsvoering zo optimaal mogelijk te sturen en de kosten van slibontwatering en verdere verwerking te drukken.

Een belangrijk aandachtspunt bij slibontwatering is een zo hoog mogelijk einddrogestof (EDS)-gehalte. Bij een hoog EDS-gehalte is de massa en het volume van het slib laag en bovendien wordt verbranding na ontwatering rendabeler ten opzichte van opslag naarmate het EDS-gehalte hoger is. Verder is het belangrijk om een zo hoog mogelijk debiet per ontwateringsapparaat te realiseren, aangezien er dan minder of kleinere apparaten nodig zijn.

In enkele onderzoeken [bijvoorbeeld TNO-rapport 100/101, 1980; Mayer, 1991], zijn resultaten van ontwateringsexperimenten op laboratoriumschaal vergeleken met die op pilotschaal of zelfs praktijkschaal. De voornaamste resultaten daarvan zijn:

- Correlatie tussen filtratieweerstand (laboratorium) en ontwateringstijd (praktijk)
- Correlatie tussen CST (l) en drogestofflux (p)
- Correlatie tussen MFTds (1) en EDS-gehalte (p, zeefbandpers)
- Overeenkomst van conditionering tussen lab en praktijk

De CST, de AZT60 en de specifieke filtratieweerstand zijn goed te correleren. Er kan in het algemeen gezegd worden dat deze drie parameters een voorspellende waarde hebben voor de ontwateringstijd. De MFTds heeft een voorspellende waarde voor het EDS gehalte. Er dient op laboratoriumschaal uitgezocht te worden welke parameters nog meer een voorspellende waarde hebben voor deze praktijkparameters. Wanneer op laboratoriumschaal bepaalde slibparameters te correleren zijn met bijvoorbeeld de MFTid, dan kan een uitspraak gedaan worden over het nut van de bepaling van die slibparameters voor de praktijk.

3.4 Opzet van het onderzoek

Er is in dit onderzoek een aantal experimenten uitgevoerd, waarmee voornamelijk fysische parameters van slib bepaald zijn. Er moet in dit soort onderzoeken rekening gehouden worden met complexiteit van de aard en eigenschappen van slib. De eigenschappen van slib zijn namelijk afhankelijk van een aantal factoren, onder andere:

- eigenschappen van het te zuiveren afvalwater
- bedrijfsvoering van de RWZI
- voorbehandeling van het slib (voorbezinking, gisting, opslag)

- tijd

Met de eerste drie punten is rekening gehouden door niet slib van één RWZI, maar van vier verschillende RWZI's (zie hoofdstuk 2) op dezelfde manier te karakteriseren. Het laatste punt duidt zowel op de tijd van het jaar als op het feit dat wanneer slib anaëroob of aëroob wordt opgeslagen een aantal eigenschappen in de tijd verandert. Dit laatste wordt veroorzaakt door de activiteit van microörganismen in het slib. Bij de meeste slibben is het zo dat er afbraak van slibvlokken plaatsvindt, waardoor er een toename is van kleine deeltjes in de waterfase. Hierdoor verslechtert de ontwaterbaarheid. Ook bij opslag van geconditioneerd slib is dit het geval [Stora-rapport 1, 1981]. In dit onderzoek zijn slechts gedurende de eerste drie dagen na aftappen van het slib bij de RWZI experimenten uitgevoerd. Het slib is telkens pas voor aanvang van een experiment geflocculeerd.

In bijlage II is een schema gegeven met daarop alle experimenten en de dagen waarop ze zijn uitgevoerd.

Op dag 1 is een aantal MFT-experimenten uitgevoerd om de optimale concentratie(s) en roertijd te vinden. Hiervoor zijn experimenten uitgevoerd met een reeks concentraties en roertijden (in matrix-vorm). Uit de resultaten van de MFT-experimenten van dag 1 zijn voor elk van de drie flocculanten drie combinaties {concentratie $FeCl_3$ - concentratie $Ca(OH)_2$ } of {concentratie polyelektrolyt - roertijd} gekozen, die bij de overige experimenten aangehouden zijn. In de praktijk is de concentratie flocculant voor $FeCl_3$ en polyelektrolyt meestal respectievelijk 50 - 100 g/kg ds en 4 - 8 g/kg ds. Als eerste concentratie is telkens een concentratie is een, voor de praktijk, veel te hoge concentratie gekozen, respectievelijk 250 - 300 g/kg ds $FeCl_3$ en 20 - 35 g/kg ds polyelektrolyt. De derde gekozen concentratie ligt tussen deze lage en hoge concentratie in. Meestal is dit de concentratie, waarbij de MFTid het laagst is, dus de optimale concentratie is, is meestal een concentratie gekozen van respectievelijk 100 g/kg ds $FeCl_3$ en/of 10 g/kg ds polyelektrolyt.

Op dag 4 is niet meer met slib gewerkt, maar met de filtraten, die afkomstig zijn van de drukfiltratie-experimenten van dag 2.

In hoofdstuk 4 t/m 6 worden achtereenvolgens filtratie, reologie en deeltjesgrootteverdeling uitgebreid behandeld. In dit hoofdstuk worden de overige experimenten besproken. Naast de karakterisering van de vier slibben is ook een aantal deelonderzoeken uitgevoerd. Deze worden, vanwege de diversiteit, niet apart behandeld, maar een aantal resultaten hiervan wordt verspreid over het rapport, daar waar van toepassing, naar voren gehaald.

3.4.1 Drogestofgehalte

Een hoeveelheid slib wordt in een oven bij 105°C gedroogd totdat de massa niet meer afneemt. Het drogestofgehalte wordt dan gegeven door:

$$ds\% = \frac{m_{ds}}{m_{tot}} * 100\%$$
(3)

met:

ds% = drogestofgehalte(%)

m_{ds} = massa van de drogestof, dus massa na drogen (kg)

m_{tot} = totale massa, dus massa vóór drogen (kg)

3.4.2 Gloeirest

De gloeirest (gr%) is de anorganische fractie van de drogestof. Het gedroogde slib (van het experiment hierboven) wordt gedurende 30 minuten in een oven geplaatst bij 600°C. Het organische deel zal verbranden. Voor de gloeirest geldt:

$$gr\% = \frac{m_{anorg}}{m_{ds}} * 100\%$$
 (4)

met:

gr% = gloeirest = anorganische fractie (%) m_{anorg} = massa van de anorganische stof, dus massa na verbranden (kg)

3.4.3 Slib Volume Index

De Slib Volume Index (SVI) is een maat voor de bezinksnelheid van slibdeeltjes. Meestal wordt om de SVI te bepalen, slib verdund tot een drogestofgehalte van 1 g/l. Een hoeveelheid van 1000 ml daarvan wordt gebruikt voor de bepaling (SVI_1^{1000}). In dit onderzoek is slib verdund tot 5 g/l. Hiervan wordt 500 ml (dus SVI_5^{500}) in een maatcilinder gegoten en enkele malen omgeschud. Na verloop van tijd ontstaat een bezinkende fase met daarboven een supernatant. Na 30 minuten wordt het volume van de bezinkende fase afgelezen. De omrekening naar SVI_1^{1000} luidt als volgt:

$$SVI_1^{1000} = \frac{2}{5} * SVI_5^{500}$$
(5)

met:

 SVI_1^{1000} = volume van het bezinkende deel van 1000 ml slib met 1 g/l drogestof na 30minuten (ml)

SVI5500

o = volume van het bezinkende deel van 500 ml slib met 5 g/l drogestof na 30minuten (ml) Deze omrekening is niet helemaal nauwkeurig, aangezien er bij een hoge concentratie drogestof meer sterische hindering is tussen de slibdeeltjes bij het bezinken. Aangezien in dit onderzoek telkens dezelfde uitvoeringswijze werd gebruikt, zijn de resultaten onderling wel te vergelijken.

3.4.4 ATP-gehalte

De fractie levende biomassa (met name bacteriën) van slib kan bepaald worden door het ATP-gehalte (adenosine-5'-trifosfaat) van het slib te bepalen. ATP komt alleen voor in levende cellen. De bepaling van het ATP-gehalte is gebaseerd op de luminescentie-reactie van ATP met luciferase. In bijlage III wordt de experimentele methode beschreven. De reacties die optreden zijn:

luciferine + luciferase + ATP ----Mg²⁺----> (luciferine-luciferase-AMP) + pyrofosfaat (luciferine-luciferase-AMP) ----O₂----> oxyluciferine + luciferase + CO_2 + AMP + licht De hoeveelheid licht die ontstaat correspondeert met de hoeveelheid ATP die in het slibmonster aanwezig is. Via een ijklijn wordt de hoeveelheid ATP bepaald.

3.4.5 pH

De pH van ongeflocculeerd en geflocculeerd slib wordt bepaald met een digitale pH-meter.

3.4.6 Geleidbaarheid

Met behulp van een analoge geleidbaarheidsmeter wordt de geleidbaarheid van ongeflocculeerd en geflocculeerd slib gemeten.

3.4.7 Hoeveelheid ijzerionen in het filtraat

Bij filtratie van slib dat is geflocculeerd met FeCl₃ en Ca(OH)₂ zal een hoeveelheid FeCl₃ (overmaat) niet gebruikt worden voor flocculatie. Indien die hoeveelheid niet in zijn geheel geadsorbeerd wordt of neerslaat (bijvoorbeeld als Fe(OH)₃) zal het in het filtraat terechtkomen. De hoeveelheid ijzerionen in het filtraat kan bepaald worden. Allereerst worden de Fe³⁺ ionen omgezet in Fe²⁺ ionen door pH-verlaging. Fe²⁺ ionen vormen met 2,2-bipyridine een roodkleurig complex. Van het gekleurde complex is een UV-Vis spectrum bepaald (zie figuur 3) waaruit blijkt dat de absorptie maximaal is bij een golflengte van 523 nm.

De meting van de behandelde filtraten met een spektrometer gebeurt dan ook bij 523 nm. Er wordt eerst een ijklijn gemaakt met bekende concentraties FeCl₃. Voor deze methode wordt de Aquamerck 11136 set van Merck gebruikt.



Figuur 3. UV-Vis spectrum van Fe²⁺-ionen met 2,2-bipyridine

3.4.8 Hoeveelheid polyelektrolyt in het filtraat

Bij flocculatie met polyelektrolyt kan er een hoeveelheid polyelektrolyt in het filtraat terechtkomen. Er is een aantal methodes geprobeerd om deze hoeveelheid te bepalen.

- De bentonietproef [Stora-rapport 4, 1982].

Polyelektrolyt vormt met bentoniet, een zuivere kleifractie die in oplossing troebel is, een neerslag. De hoeveelheid neerslag is afhankelijk van de hoeveelheid polyelektrolyt in het monster en de hoeveelheid bentoniet die eraan wordt toegevoegd. Wordt er een overmaat bentoniet toegevoegd aan een oplossing van polyelektrolyt in een reageerbuisje, dan is bovenin het buisje een troebele vloeistof aanwezig. Als er voldoende polyelektrolyt aanwezig is om al het bentoniet neer te slaan, dan is bovenin het buisje een heldere oplossing aanwezig. Deze methode bleek voor toepassing in dit onderzoek te onnauwkeurig en niet analytisch genoeg.

- Lichtverstrooiing.

Op bovenstaande wijze werd er een neerslag gecreëerd van polyelektrolyt met bentoniet. Via lichtverstrooiing (met de Malvern particle sizer) kan dan de absorptie van een lichtbundel bepaald worden. Ook deze methode bleek niet toepasbaar voor dit probleem. Doordat bentoniet uit zeer fijne deeltjes bestaat, verstrooiien de te meten filtraatmonsters met bentoniettoevoeging veel licht. Hierdoor is een sterke verdunning van de monsters voor meting met dit apparaat noodzakelijk. De sterke verdunning heeft tot gevolg dat de monsters zeer sterk op elkaar lijken. Tussen de gemeten absorpties bestaat te weinig onderscheid om er conclusies aan te kunnen verbinden.

- Complexvorming van cobaltftalocyanine door polyelektrolyten [van Welzen, 1989].

Cobaltfalocyanine (CoPc(NaSO₃)₄) heeft in een neutrale waterige oplossing twee absorptiemaxima door een gedeeltelijke dimerisatie. Er is sprake van het volgende evenwicht:

$2 M \neq D$ (M = monomeervorm; D = dimeervorm)

De monomeervorm heeft een maximale absorptie bij 662 nm en de dimeervorm bij 628 nm. Door de aanwezigheid van "ionenes" (positief geladen polymeermoleculen met onder andere positief geladen stikstofatomen in de keten) verschuift dit evenwicht naar rechts. Kationische polyelektrolyten (bevatten ook N⁺ in de keten) veroorzaken hetzelfde effect. Wanneer polyelektrolyt getitreerd wordt naar een oplossing van CoPc(NaSO₁)₄ verschuift de maximale absorptiepiek via een overgangsfase van 662 nm naar 628 nm. In bijlage IVa is dit verloop weergegeven voor een oplossing van CoPc(NaSO3)4 waaraan in stapjes een standaardoplossing van polyelektrolyt is toegevoegd. Na toevoeging van een bepaalde hoeveelheid polyelectrolyt verandert het absorptiespectrum bij verdere toevoeging niet of nauwelijks en is het monomeerpiekje (662 nm) niet meer te onderscheiden. In de situatie in bijlage IVa is dit bij 56 μ l Rohafloc KF975. De hoeveelheid polyelektrolyt waarbij dit het geval is, wordt telkens bepaald. Allereerst zijn standaardoplossingen geanalyseerd van de vier polyelektrolyten die in dit onderzoek gebruikt worden. Bij alle vier is het mogelijk het karakteristieke punt te bepalen. Deze vier bepalingen gelden als de standaard. Daarna zijn de filtraatmonsters geanalyseerd. Door terug te rekenen naar de betreffende standaardoplossing kan de concentratie polyelektrolyt in het filtraat bepaald worden. Helaas bleek het onmogelijk goede metingen te doen aan de filtraten, vanwege de grote hoeveelheid kleine deeltjes in de filtraten. Deze deeltjes verstoren de absorptiemetingen dusdanig dat het karakteristieke punt niet bepaald kan worden. Eén reden daarvoor is het hoge ruisniveau. Een tweede reden is dat bij oplopende concentratie polyelektrolyt de monomeer- en dimeerpiek overschaduwd werden door andere signalen (zie bijlage IVb). Uit de metingen kan wel de trend geconstateerd worden dat de genoemde veranderingen in de spectra zich sneller voordoen bij toevoeging van filtraten uit filtratie-experimenten met slib geflocculeerd met hogere concentraties polyelektrolyt dan bij slib geflocculeerd met lagere concentraties polyelektrolyt.

Bij de metingen aan de standaardoplossingen van de vier polyelektrolyten werd gebruik gemaakt van een oplossing van 2.10^4 mol/l = 212 mg/l CoPc(NaSO₃)₄ en oplossingen van ongeveer 100 mg/l polyelektrolyt. Van deze vier oplossingen van polyelektrolyt gelden bij het karakteristieke punt de volgende verhoudingen van de massa's van polyelektrolyt en CoPc(NaSO₃)₄:

- Rohafloc KF975: 0,74 mg Rohafloc / mg CoPc(NaSO₃)₄

- Zetag 63: 9,7 mg Zetag / mg CoPc(NaSO₃)₄
- Nalco 41/62: 71 mg Nalco / mg CoPc(NaSO₃)₄
- Superfloc C496: 83 mg Superfloc / mg CoPc(NaSO₃)₄

Om ze nog beter te kunnen vergelijken moeten deze getallen eigenlijk in mol/mol gegeven

worden. Dat kan hier niet, aangezien de molecuulmassa's van de polyelektrolyten onbekend zijn. De verschillen tussen de getallen worden alleen veroorzaakt door verschillen tussen de polyelektrolyten, dat wil zeggen verschillen in molecuulmassa en verschillen in chemische opbouw. Dit laatste veroorzaakt onder andere verschillen in ladingsdichtheid.

HOOFDSTUK 4 FILTRATIE

4.1 Theorie

Filtratie is de scheiding van de twee fasen, vaste stof en vloeistof, van een suspensie (bijvoorbeeld slib) waarbij de vloeistof door een permeabel medium stroomt, terwijl de vaste stof in of op het medium achterblijft. Als resultaat van een filtratie wordt een filtraat verkregen met slechts weinig vaste stof en een residue met een veel hoger percentage vaste stof dan de uitgangssuspensie. We spreken van koekfiltratie als het residue, de koek, óp het filtermedium achterblijft. Deeltjes die net zo groot of groter zijn dan de poriën van het filter kunnen deze poriën geheel of gedeeltelijk verstoppen, zodat nog kleinere doorgangen ontstaan, waardoor nog kleinere deeltjes worden gescheiden van de vloeistof (zie figuur 4).



Figuur 4. Mechanisme van koekfiltratie [Svarovsky, 1990]

Voor de kwantitatieve beschrijving van batch koekfiltratie wordt ervan uitgegaan dat er een incompressibele koek wordt gevormd. Indien slib wordt gefiltreerd, wordt echter een compressibele koek gevormd [zie DEEL 3: FILTRATIE- EN EXPRESSIEMODELLERING en DEEL 4: FILTRATIE EN EXPRESSIE-EXPERIMENTEN]. Voor de karakterisering van slib stellen we bij benadering dat het zich incompressibel gedraagt. Voor dit geval beschrijft de geïntegreerde vorm van de Darcy-vergelijking het filtratieproces. In het begin (t=0) van de filtratie is er slechts een drukval over het filtermedium, aangezien er nog geen koek is gevormd. Voor de filtraatstroom geldt dan:

$$Q = K \cdot \frac{A \cdot \Delta p}{\mu \cdot L} = \frac{A \cdot \Delta p}{\mu \cdot R}$$
(6)

met:

 $Q = filtraatstroom (m^3/s)$

K = permeabiliteit van het filtermedium (m²)

A = dwarsoppervlak van het medium (m²)

 $\Delta p = drukval over het filtermedium (Pa)$

 μ = viscositeit van het filtraat (Pa.s)

L = dikte van het filtermedium (m)

R = L/K = medium weerstand (m⁻¹)

Na aanvang van de filtratie wordt er een koek op het filter gevormd. Deze koek groeit snel aan het begin van de filtratie en neemt een deel van de drukval op zich. Hierdoor is de weerstand van het bed toegenomen, waardoor de filtraatstroom afneemt. Vergelijking (6) gaat over in:

$$Q = \frac{A \cdot \Delta p}{\mu \cdot (R + R_c)} \tag{7}$$

met:

 $R_c = koekweerstand (m^{-1})$

 $\Delta p = drukval over koek + filtermedium (Pa)$

De koekweerstand is evenredig met de hoeveelheid afgezette koek:

$$R_c = \alpha. w \tag{8}$$

met:

 α = specifieke koekweerstand (m/kg)

w = massa koek per oppervlakte-eenheid (kg/m²)

Voor de massa van de koek per oppervlakte-eenheid geldt het volgende:

$$w = \frac{c.V}{A} \tag{9}$$

met:

c = concentratie vaste stof van de suspensie (kg/m³)

V = volume van het filtraat (m³)

Voor de totale filtraatstroom op een bepaald tijdstip geldt:

$$Q = \frac{dV}{dt} \tag{10}$$

met:

t = tijd(s)

Uit (7) t/m (10) volgt:

$$dt = \frac{\alpha.\mu.c}{A^2.\Delta p} \cdot V.dV + \frac{\mu.R}{A.\Delta p} \cdot dV$$
(11)

Indien de drukval over het filterbed en de koek constant is, kan bovenstaande vergelijking

geïntegreerd worden. De linkerkant van deze vergelijking wordt geïntegreerd van t = 0 tot t en de rechterkant van V = 0 tot V. Het resultaat geeft de uiteindelijke filtratievergelijking voor koekfiltratie.

$$t = \frac{\alpha.\mu.c}{2.A^2.\Delta p} V^2 + \frac{\mu.R}{A.\Delta p} V$$
(12)

Een voorbeeld van een filtratiecurve is gegeven in figuur 5. Duidelijk is te constateren dat bij koekbreuk de filtraatstroom ineens stijgt.

Vergelijking (12) kan ook zo geschreven worden:

$$\frac{t}{V} = \frac{\alpha.\mu.c}{2.A^2.\Delta p} V + \frac{\mu.R}{A.\Delta p}$$
(13)

Als t/V uitgezet wordt tegen V wordt bij constante specifieke koekweerstand een rechte lijn verkregen (figuur 6).



Figuur 5. Filtratiecurve van geflocculeerd slib



Figuur 6. Filtratiecurve van geflocculeerd slib

4.2 Experimentele methode

4.2.1 Filtratie-/expressiecel

Met de filtratie-/expressiecel kunnen filtratie-experimenten uitgevoerd worden met een overdruk. In figuur 7 is de meetcel schematisch weergegeven.

Via een trechter wordt 100 ml geflocculeerd slib in de perspex cylinder gebracht. Dan wordt er druk opgezet (hier: overdruk van 2 bar). Het filtermedium bestaat uit filtreerpapier met daaronder twee poreuze metalen plaatjes. Op het papier vindt een koekopbouw plaats. Het filtraat wordt opgevangen in een bekerglas dat rust op een weegschaal. Deze is gekoppeld aan een computer. Met behulp van het pakket ASYST worden de data (tijd en massa) ingelezen en omgezet in een ASCII-file. Deze ASCII-ifile kan worden ingelezen in een SASprogramma (zie bijlage V) waaruit de specifieke koekweerstand wordt bepaald. Onlangs is een softwareprogramma geschreven in "LUCY", waarmee de data ingelezen kunnen worden en de specifieke filtratieweerstand van de filterkoek berekend kan worden. De specifieke koekweerstand wordt ook wel specifieke filtratieweerstand genoemd. De meetwaarden en het model (volgens de Darcy-vergelijking) worden uitgezet in één grafiek. In figuur 8 is daar een voorbeeld van gegeven.



Figuur 7: Schematisch overzicht van de filtratie-/expressiecel

De filtratie-experimenten worden zonder zuiger uitgevoerd, zodat op een gegeven moment de koek breekt, waardoor lucht door de koek kan stromen. Op dat moment wordt de meting afgebroken.

4.2.2 Modified Filtration Test

Met de Modified Filtration Test (MFT) kan zowel een maat verkregen worden voor de filtratiesnelheid als een maat voor het bereikbare eind droge stof gehalte na persen [Heide en Kampf, 1978]. Met de MFT worden filtratie-experimenten uitgevoerd met een onderdruk (onder de koek) van 0,5 bar. In figuur 9 is de opstelling weergegeven.



Figuur 8: filtratiecurve van slib geflocculeerd met FeCl₃ en Ca(OH)₂ experiment _____ model



Figuur 9. Schematisch overzicht van de MFT opstelling

Met deze opstelling kunnen drie MFT-experimenten gelijktijdig worden uitgevoerd. Geflocculeerd slib (100 ml) wordt in de Büchnertrechter gebracht en via een vacuümpomp wordt een onderdruk van 0,5 bar aangelegd. Het filtraat stroomt door een filtreerpapier met daaronder een poreuze plaat naar de filtraatbuis, waarop een schaalverdeling (in ml) is aangebracht. Nadat er een enigszins droge koek is ontstaan (meestal bij een filtraatvolume van ongeveer 75 ml), wordt met behulp van een cylinder, die precies in de Büchnertrechter

past, een stuk plastic folie op de koek gespannen. De folie wordt om de trechter heen vastgezet met een rubberen ring. Op de folie wordt een waterlaagje van ongeveer 3 cm gebracht, waarna de persfase van het filtratieproces ingaat. Het experiment wordt na tien minuten afgebroken. De koek wordt gewogen, gedroogd bij 105°C en opnieuw gewogen.

Er kunnen een aantal parameters bepaald worden met de MFT, namelijk:

- AZT60 = de $(\underline{afzuig})\underline{tijd}$ nodig om 60 ml filtraat op te vangen (s)
- MFTds = het \underline{d} roge \underline{s} tof gehalte van de koek (%)
- MFTid = het aantal gram water in de koek per gram droge stof van het slib in de suspensie. Dit getal is onafhankelijk van de hoeveelheid toegevoegde flocculant (independent of dosage) (g/g)
- MFTrw = het percentage (resterend) water in de koek betrokken op de hoeveelheid water in de suspensie (%)

De AZT60 is een maat voor de filtratiesnelheid. Daarnaast wordt als maat voor het droge stof gehalte in de koek vooral de MFTid gebruikt, omdat deze maat, in tegenstelling tot de MFTds, onafhankelijk is van de hoeveelheid flocculant die is toegevoegd aan het slib.

4.2.3 Capillary Suction Time

Met de Capillary Suction Time (CST) methode kan ook een maat voor de filtratiesnelheid verkregen worden. In figuur 10 is de opstelling in de vorm van een schema weergegeven.



Figuur 10: Schematisch overzicht van de CST opstelling

In de cylinder, die rust op een filtreerpapier in een perspex houder, wordt slib gegoten tot een hoogte van ongeveer 6 cm. Er vormt zich een koek en door de capillaire zuigkracht van het filtreerpapier wordt het filtraat het filter in gezogen. Daar vormt het filtraat een vloeistoffront dat zich van de cylinder af in radiale richting verplaatst. Op het papier zijn twee elektroden aangebracht, die een signaal geven indien ze in aanraking komen met vocht. De elektroden zijn aangesloten op een tijdmeter. Wanneer het vloeistoffront de eerste elektrode bereikt, start de tijdmeting. De tijdmeting stopt als het vloeistoffront bij de tweede elektrode is aangekomen. De af te lezen tijd, de CST, is een maat voor de filtratiesnelheid. De drijvende kracht bij deze vorm van filtratie is de capillaire zuigkracht van het filter.

4.3 Resultaten en conclusies

4.3.1 Reproduceerbaarheid van de metingen

Door het uitvoeren van een aantal identieke metingen zijn de drie opstellingen gecontroleerd op reproduceerbaarheid.

Voor de MFT-opstelling en de drukcel bleek bij slib geflocculeerd met FeCl₃ de reproduceerbaarheid goed te zijn. Er werden hiervoor bij elk van de beide opstellingen vijf identieke experimenten met hetzelfde (in één keer geflocculeerde) slib uitgevoerd. De MFT-opstelling is niet verbonden met een computer en de meetgegevens worden dus niet automatisch ingelezen. Met behulp van een tijdmeter werd bij elke 10 ml filtraatvolume de filtratietijd afgelezen. In figuur 11 en 12 zijn de resultaten van deze experimenten met de MFTopstelling en de drukcel weergegeven.

Voor slib geflocculeerd met polyelektrolyt was de reproduceerbaarheid minder goed [ook: van Miert, 1992]. Dit is ten eerste te wijten aan de invloed van de manier van flocculeren. Variaties in mengintensiteit en -tijd hebben invloed op de eigenschappen van slib met polyelektrolyten. Ten tweede is de initiële koekvorming van grote invloed op het verloop van de filtratie. Aangezien er een variatie in deeltjesgrootte is, met relatief veel grote deeltjes, kan de koekvorming verschillen per monster.

Bij de CST-methode is er met ongeflocculeerd slib een zeer grote spreiding te constateren. Een voorbeeld hiervan:

meetwaarden: 985 748 421 538 651 (s).

95% betrouwbaarheidsinterval: 500 - 840 (s).

Aangezien de CST-waarden vaak vrij groot zijn (tot 1000 s), hebben alle verstoringen, hoe klein ook, een relatief grote invloed op de meting. Daarbij kan gedacht worden aan invloed van bijvoorbeeld monstername, tocht en filtreerpapier. Bij slib geflocculeerd met FeCl₃ is de spreiding zeer klein. Een voorbeeld hiervan (overigens van hetzelfde slib waar de hierboven genoemde meetwaarden van ongeflocculeerd slib van afkomstig zijn):

meetwaarden (flocculatie met 125 g/kg ds FeCl₃): 12,6 10,6 10,9 (s).

95% betrouwbaarheidsinterval: 10,6 - 12,2 (s).


Figuur 11. 5 identieke filtratie-experimenten met de MFT opstelling, slib geflocculeerd met $FeCl_3$ en $Ca(OH)_2$

Voor slib geflocculeerd met polyelektrolyt was de reproduceerbaarheid minder goed [ook: van Miert, 1992]. Dit is ten eerste te wijten aan de invloed van de manier van flocculeren. Variaties in mengintensiteit en -tijd hebben invloed op de eigenschappen van slib met polyelektrolyten. Ten tweede is de initiële koekvorming van grote invloed op het verloop van de filtratie. Aangezien er een variatie in deeltjesgrootte is, met relatief veel grote deeltjes, kan de koekvorming verschillen per monster.

Bij de CST-methode is er met ongeflocculeerd slib een zeer grote spreiding te constateren. Een voorbeeld hiervan:

meetwaarden: 985 748 421 538 651 (s).

95% betrouwbaarheidsinterval: 500 - 840 (s).

Aangezien de CST-waarden vaak vrij groot zijn (tot 1000 s), hebben alle verstoringen, hoe klein ook, een relatief grote invloed op de meting. Daarbij kan gedacht worden aan invloed van bijvoorbeeld monstername, tocht en filtreerpapier. Bij slib geflocculeerd met FeCl₃ is de spreiding zeer klein. Een voorbeeld hiervan (overigens van hetzelfde slib waar de hierboven genoemde meetwaarden van ongeflocculeerd slib van afkomstig zijn):

meetwaarden (flocculatie met 125 g/kg ds FeCl₃): 12,6 10,6 10,9 (s).

95% betrouwbaarheidsinterval: 10,6 - 12,2 (s).



Figuur 12. 5 identieke filtratie-experimenten met de drukcel, slib geflocculeerd met FeCl, en Ca(OH)2

De CST-methode lijkt niet erg geschikt voor slibmonsters met grote vlokken, zoals vaak bij slib geflocculeerd met polyelektrolyt het geval is. Het ingieten van een representatief monster is moeilijk gezien de verregaande fasenscheiding tussen een deel van het water en de slibvlokken (die overigens nog wel veel water bevatten). Verder is door de kleine CSTwaarden en door de ijle vlokken vrijwel geen sprake van koekvorming, zodat de gemeten CST-waarden slechts het gevolg zijn van het gescheiden water dat door het buisje en het filter loopt. Als de flocculatie zodanig verlopen is dat er geen fasenscheiding is en er bovendien relatief kleine vlokken gevormd zijn, is de CST-methode wel goed bruikbaar als maat voor de filtratiesnelheid.

4.3.2 Interpretatie van de resultaten

Het model van incompressibele koekfiltratie beschrijft het gedrag van slib geflocculeerd met FeCl₃ vaak goed (zie figuur 8). Tijdens het gehele filtratieproces tot de koekbreuk kan bij benadering worden gesteld dat de specifieke filtratieweerstand gedurende een redelijk groot deel van de filtratie vrijwel constant is. In figuur 13, waarin t/V is uitgezet tegen t, is de helling een maat voor de specifieke filtratieweerstand.

Als ongeveer 70 ml filtraat uit de koek gestroomd is, neemt de specifieke filtratieweerstand sterk toe. Dit wordt veroorzaakt doordat op dat moment bij benadering de persfase (expressie) ingaat. Vooral bij slib geflocculeerd met polyelektrolyt gaat dit gepaard met een sterke stijging van de specifieke filtratieweerstand (zie figuur 14 en 15). Dat in het geval van slib

geflocculeerd met polyelektrolyt de specifieke filtratieweerstand sterker toeneemt is het gevolg van het veranderen van de vlokken die compressibeler en instabieler zijn dan die van slib geflocculeerd met FeCl₃ [Englmann, 1981; DEEL 4: FILTRATIE- EN EXPRESSIE-EXPERIMENTEN]. Door de hoge compressibiliteit van slib geflocculeerd met polyelektrolyt wordt er een dunne koeklaag bij het filter gevormd die een zeer hoge weerstand en lage porositeit heeft (blinding phenomenon). Dit kan ook bijdragen aan de groter wordende specifieke filtratieweerstand [Smollen, 1986; DEEL 4: FILTRATIE- EN EXPRESSIE-EXPERIMENTEN]. Voor de bepaling van een specifieke filtratieweerstand is gekozen voor het eerste deel van de curve, zoals ook te zien is in figuur 14 en 15.

Bij filtratie heeft de filtratiesnelheid een maximale waarde bij een bepaalde concentratie flocculant. Dit komt tot uiting in een minimale waarde van de AZT60, de CST en de specifieke filtratieweerstand (zie figuur 16, 17 en 18). Bij kleinere dosering is het slib nog niet voldoende geflocculeerd en bij hoge dosering is er een overmaat aan flocculant, waardoor de negatieve lading van het slib mogelijk overgecompenseerd wordt door de positief geladen flocculantdeeltjes. Er vindt dan restabilisatie plaats. Hierdoor wordt de flocculatie eveneens verslechterd. Het tweede effect is niet altijd waar te nemen, de specifieke filtratieweerstand blijft dan na het minimum op ongeveer dezelfde waarde. Ook het droge stof gehalte van de koek vertoont vaak een maximum bij een bepaalde concentratie flocculant. Dit correspondeert uiteraard met een minimale waarde van de MFTid (zie figuur 19). De concentratie waarbij de MFTid minimaal is, is zoals gesteld in hoofdstuk 3, de optimale dosering.

Tussen deze slibparameters, zowel onderling (dit blijkt al uit bovenstaande figuren) als met andere (bijvoorbeeld deeltjesgrootte en thixotropie), bestaan correlaties. Hierop wordt nader ingegaan in hoofdstuk 7.



Figuur 14. Filtratiecurve van slib geflocculeerd met Rohafloc KF975 experiment — model



Figuur 15. Filtratiecurve van slib geflocculeerd met Rohafloc KF975 experiment — model



Figuur 16. α als functie van de concentratie FeCl₃

Figuur 17. AZT60 als functie van de concentratie FeCl₃



Figuur 18. CST als functie van de concentratie FeCl₃



Figuur 19. MFTid als functie van de concentratie FeCl₃

HOOFDSTUK 5 REOLOGIE

5.1 Theorie

Tijdens het transporteren en ontwateren van slib wordt het blootgesteld aan afschuifkrachten. Deze krachten en in het algemeen de stromingsgeschiedenis, hebben grote invloed op de transport- en ontwateringseigenschappen. In een deel van dit onderzoek wordt gekeken naar de invloed van chemische conditionering op reologische parameters en naar de relaties tussen reologische en andere parameters, zoals ontwaterbaarheid.

Binnen de reologie houdt men zich bezig met materialen die zich niet zuiver elastisch, maar ook niet zuiver visceus gedragen. Onder deze materialen bevinden zich ook de colloïdale dispersies. Dispersies zijn systemen, waarbij de gedispergeerde stof in de vorm van, vaak kleine, deeltjes verdeeld is in een dispersiemiddel. De gedispergeerde stof kan vast, vloeibaar of gasvormig zijn. Als de gedispergeerde stof vast is en het dispersiemiddel vloeibaar, spreken we van een suspensie. Slib is een suspensie.

De eigenschap van materialen die in de reologie bestudeerd wordt, is het verband tussen spanning en vervorming of vervormingssnelheid. In het kader van dit onderzoek is de relatie tussen afschuifspanning en afschuifsnelheid bekeken. Wanneer deze twee grootheden tegen elkaar worden uitgezet, wordt een reogram verkregen. In figuur 20 is een reogram van slib weergegeven.

Voor Newtonse systemen (zuiver visceus) geldt het volgende verband:

$$\tau = \eta . \dot{\gamma} \tag{14}$$

111

1100

met:

 τ = afschuifspanning (Pa)

 η = dynamische viscositeit (Pa.s)

 $\dot{\gamma}$ = afschuifsnelheid (s⁻¹)

Voor slib, een niet-Newtons systeem, is de viscositeit geen constante, maar een parameter, afhankelijk van de afschuifsnelheid en de tijd.

$$\eta = \eta(\dot{\gamma}, t) \tag{15}$$

met: t = tijd (s)



Figuur 20: reogram van geflocculeerd slib

Bij een bepaalde afschuifsnelheid en tijd kan de viscositeit op verschillende manieren gedefinieerd worden. De helling van een reogram bij een bepaalde afschuifsnelheid noemt men de hellingsviscositeit (slope viscosity).

$$\eta_s(\dot{\gamma},t) = \frac{d\tau}{d\dot{\gamma}} \tag{16}$$

met:

 $\eta_s = \text{hellingsviscositeit (Pa.s)}$

Als men het quotiënt neemt van τ en $\dot{\gamma}$ wordt de schijnbare viscositeit (apparent viscosity) verkregen.

$$\eta_a(\dot{\gamma},t) = \frac{\tau(\dot{\gamma})}{\dot{\gamma}} \tag{17}$$

met:

 η_a = schijnbare viscositeit (Pa.s)

In figuur 21 is van een slib de schijnbare viscositeit als functie van de afschuifsnelheid weergegeven.

Slib gedraagt zich beneden een bepaalde waarde van de afschuifspanning als een elastische (vaste) stof en heeft als gevolg daarvan een zwichtspanning. Pas boven deze spanning vindt stroming plaats. In formulevorm:

$$\tau = \tau_0 + k(\dot{\gamma}, t) \cdot \dot{\gamma} \tag{18}$$

met:

 τ_0 = zwichtspanning (Pa) k($\dot{\gamma}$,t) = plastische viscositeit (Pa.s)

Het optreden van een zwichtspanning wordt verklaard doordat er door moleculaire bindingen of interacties tussen deeltjes (van der Waals, electrostatisch) een netwerk wordt gevormd. Wanneer de aangelegde spanning groter wordt dan τ_0 gaat het netwerk "breken" en het materiaal stromen. Bij slib is niet echt sprake van een sterk en uitgebreid netwerk en daardoor is de zwichtspanning niet zo groot.

Als van een materiaal in een stationair afschuifexperiment de viscositeit afneemt met de tijd is er sprake van thixotropie. In figuur 22 en 23 is dit voor slib geflocculeerd met FeCl₃ en Ca(OH)₂ en met Rohafloc KF975 weergegeven. η_0 is telkens de schijnbare viscositeit van de uitgangsstof bij t=0. Opvallend is dat bij hogere concentraties flocculant de relatieve viscositeit sterker afneemt. Hierop wordt nog nader ingegaan. Bij puur slib neemt de viscositeit niet of nauwelijks af in de tijd, bij bijvoorbeeld $\dot{\gamma} = 120$ s⁻¹ is er geen sprake van een afname van de viscositeit.

Bij een experiment waarbij de afschuifsnelheid wordt opgevoerd van nul tot een bepaalde waarde en weer terug naar nul, vallen de heen- en teruggaande curves van de afschuifspanning niet samen. In figuur 24 is het resultaat van zo'n experiment met slib weergegeven.



Figuur 21: schijnbare viscositeit van geflocculeerd slib als functie van de afschuifsnelheid



Figuur 22: relatieve viscositeit als functie van de tijd bij $\dot{\gamma} = 120 \text{ s}^{-1}$, slib geflocculeerd met FeCl₃ (zie legenda) en Ca(OH)₂

Figuur 23: relatieve viscositeit als functie van de tijd bij $\dot{\gamma} = 120 \text{ s}^{-1}$, slib geflocculeerd met Rohafloc KF975 (zie legenda)





De oppervlakte tussen de curves is een maat voor de thixotropie, die de dimensie

Pa.s⁻¹=W.m⁻³ heeft en dus een maat is voor het gedissipeerde vermogen per volumeeenheid. De oorzaak van thixotropie ligt opnieuw in de aanwezigheid van een netwerkstructuur die bij het aanleggen van een afschuiving wordt afgebroken en, indien er sprake is van "echte" thixotropie, bij het wegvallen van de afschuiving weer wordt opgebouwd. Bij slib vindt in rust geen volledige opbouw plaats van de oorspronkelijke structuur. Slib wordt daarom een "onecht" thixotroop materiaal genoemd. Men noemt dit irreversibel verlies van viscositeit ook wel "rheomalaxis" of "rheodestruction".

5.2 Experimentele methode

De experimenten werden uitgevoerd met een Searle type coaxiaal cilinder reometer, namelijk de Contraves rheomat 115. In figuur 25 is de reometer schematisch weergegeven.

Het slibmonster bevindt zich in de ruimte tussen twee cylinderoppervlakken, de beker en de spindel. Met de gekozen beker en spindel is het mogelijk te meten aan materialen met een viscositeit vanaf 1 mPa.s. De beker staat stil terwijl de spindel ronddraait met instelbare hoeksnelheid. De hoeksnelheid is stapsgewijs in te stellen op vijftien verschillende waarden.



Figuur 25: Contraves rheomat 115 (schematisch)

De afschuifsnelheid volgt uit een omrekening van de hoeksnelheid en varieert van 6,65 s^{-1} tot 1008 s^{-1} . Het koppel dat nodig is om de betreffende hoeksnelheid in stand te houden wordt gemeten. Dit koppel kan worden omgerekend naar een afschuifspanning. Voor de afschuifspanning geldt een afleesonnauwkeurigheid van 0,1 Pa.

Voor het koppel dat op het oppervlak van de spindel werkt geldt:

$$T = 2\pi R_s^2 L.\tau_e = 2, 1.10^{-4}.\tau_e \tag{19}$$

met:

T = koppel op de binnencilinder (N.m)

 $R_s = straal van de spindel = 2,25.10^2 m$

L = lengte van de binnencilinder (spindel) = $6,67.10^{-2}$ m

 τ_s = afschuifspanning op de binnencilinder (Pa)

De afschuifspanning en afschuifsnelheid op een slibelementje op straal r van de as van de spindel worden respectievelijk gegeven door:

$$\tau = \frac{T}{2\pi . r^2 . L} \tag{20}$$

$$\dot{\gamma} = r.\frac{d\omega}{dr} \tag{21}$$

met:

 ω = hoeksnelheid van een slibelementje op straal r (s⁻¹)

Indien de spleetbreedte R_b - R_s veel kleiner is dan de straal van de beker R_b kunnen (20) en (21) benaderd worden door:

$$\tau = \frac{T}{2\pi . R_{gem}^2 . L} = 4, 4.10^3 . T$$
(22)

$$\dot{\gamma} = \frac{R_{gem} \cdot \Omega}{R_b - R_s} = 13.\Omega \tag{23}$$

met:

 $R_{gem} = (R_b + R_s)/2 = 2,338.10^{-2} m$ $\Omega = hoeksnelheid van de spindel (s^{-1})$ $R_b = straal van de beker = 2,425.10^{-2} m$

Voor een juiste meting is het noodzakelijk dat binnen de cylinderoppervlakken de stroming laminair is. Bij turbulente stroming wordt de meting verstoord. Bij een bepaalde afschuifsnelheid vindt een overgang plaats van laminaire naar turbulente stroming. De turbulentie bestaat dan uit wervels, genaamd Taylor vortices. Er is een criterium voor Taylor wervels binnen een coaxiaal cilinder reometer, waarin de viscositeit boven een kritische waarde moet blijven. Voor laminaire stroming moet gelden [Whorlow, 1980]:

$$Re_{crit} = \left[\frac{v_s \cdot (R_b - R_s) \cdot \rho}{\eta}\right]_{crit} < 41, 3. \left[\frac{R_b}{R_b - R_s}\right]$$
(24)

met:

 Re_{crit} = kritisch Reynoldsgetal (-)

 $v_s = R_s \Omega$ = snelheid van de spindel (m/s)

 $\Omega = \dot{\gamma}/13 \text{ s}^{-1} \text{ (uit 23)}$

 ρ = dichtheid van slib = 10³ kg/m³

De voorwaarden voor dit criterium zijn:

- de binnencilinder roteert (Searle type reometer)

- de spleetbreedte is veel kleiner dan de diameter van de spindel

Aan beide voorwaarden wordt hier voldaan. Uit (24) volgt:

$$\frac{R_s.\dot{\gamma}.(R_b-R_s).\rho}{13.\eta} < 41,3. \sqrt{\frac{R_b}{R_b-R_s}}$$
(25)

Na invulling van de waarden van alle constanten:

$$\eta > \frac{\dot{\gamma}}{50} \quad (mPa.s) \tag{26}$$

Het meest kritische punt in de experimenten is bij de hoogste afschuifsnelheid, 1008 s⁻¹. Volgens (26) geldt hier dus: $\eta > 20$ mPa.s. De gemeten viscositeit van zowel geflocculeerd als ongeflocculeerd slib bedraagt bij deze afschuifsnelheid 10-25 mPa.s (zie bijvoorbeeld figuur 21). Dat er inderdaad sprake is van Taylor vortices bij de uitgevoerde experimenten blijkt uit de reogrammen. Er is een duidelijke overgang zichtbaar in de grafiek, namelijk een knik. Als het stuk van de grafiek na deze knik wordt doorgetrokken naar $\dot{\gamma} = 0$, wordt een negatieve afschuifspanning verkregen. Dit is fysisch niet relevant en bovendien in tegenstelling tot het beeld dat verkregen wordt bij pseudoplastisch gedrag (zie figuur 27). De knik in de grafiek is waarschijnlijk de overgang van van laminaire naar turbulente stroming. Deze overgang ligt, afhankelijk van het slib en de flocculatie, bij een afschuifsnelheid van 350 à 700 s⁻¹ [ook: Campbell, 1984]. Nadat het punt bereikt is waar turbulentie begint op te treden neemt de schijnbare viscositeit als gevolg van de negatieve aafsnede iets toe (zie figuur 21). In figuur 26 is het laminaire deel van het reogram van figuur 24 weergegeven. Aangezien de afschuifsnelheid tijdens het experiment tot 1008 s⁻¹ werd opgevoerd, is er niet helemaal sprake van een gesloten curve.

Een tweede verstoring van de meting kan optreden door eindvlakeffecten. Er vindt, met name bij hoge afschuifsnelheden, ook afschuiving plaats aan de boven- en onderzijde van de spindel. Hierdoor is de effectieve lengte van de spindel iets groter dan de werkelijke. Dit ongewenste effect wordt verminderd doordat een Mooney-Ewart viscometer spindel wordt gebruikt. De onderkant van deze spindel is niet vlak, maar kegelvormig (zie figuur 25).





Als er tijdens een experiment opwarming van het monster plaatsvindt, kan dit ook onjuiste meetwaarden veroorzaken. Er vond echter geen significante temperatuurverhoging plaats dankzij de snelle metingen.

Bij de experimenten werd de afschuifspanning als functie van de afschuifsnelheid gemeten. De afschuifsnelheid werd in vijftien stappen, van elk ongeveer vijf seconden, van nul tot 1008 s⁻¹ werd opgevoerd en vervolgens op dezelfde manier tot nul verminderd. Er worden dan reogrammen verkregen zoals figuur 24. Het is belangrijk om elk experiment op dezelfde manier en met dezelfde tijdstappen uit te voeren, omdat de tijd dat slib blootstaat aan schuifspanning grote invloed heeft op de grootte van de afschuifspanning. De mate van thixotropie werd berekend met een SAS-programma (bijlage VI).

5.3 Resultaten en conclusies

Bij alle onderzochte slibben blijkt een zelfde reogram als figuur 24 te resulteren uit de experimenten. Wel verschillen per slib viscositeiten, mate van thixotropie en ligging van het punt in het reogram waar turbulentie intreedt. Deze verschillen worden veroorzaakt doordat slibben van verschillende RWZI's en van een verschillend tijdstip zijn gebruikt. In het algemeen blijkt dat het gedrag van slib te beschrijven is als pseudoplastisch. Figuur 27 geeft een reogram van een pseudoplastisch materiaal.



Figuur 27: reogram van een pseudoplastisch materiaal (Mellema, 1986)

Een pseudoplastisch materiaal wordt gekenmerkt door drie grootheden:

- $\dot{\gamma}_{krit}$: Dit is de kritische afschuifsnelheid waarboven de visceuze krachten eenheden heeft doen ontstaan, die voornamelijk aan aggregatie-disaggregatie en hydrodynamische processen onderworpen zijn.
- η_{plas} : Dit is de plastische viscositeit die het gevolg is van de processen zoals genoemd.
- $\tau_{\rm B}$: De Bingham yield spanning.

Tijdens een reologisch experiment wordt het materiaalgedrag veroorzaakt door in en op de suspensie werkende krachten. Voor slib zijn de volgende krachten van belang:

a. Hydrodynamische krachten.

Via de krachten die uitwendig op de vloeistof worden uitgeoefend, ontstaat er een stromingsveld waarin deeltjes gaan meebewegen. Vanuit een deeltje bezien verstoren de andere deeltjes het opgelegde stromingsveld ter plaatse van het deeltje.

- b. Elektromagnetische krachten.
 - 1. Elektrostatische wisselwerking.
 - Slibdeeltjes hebben door dissociatie een negatieve oppervlaktelading. Samen met de diffuse ionenatmosfeer van tegengesteld geladen ionen rondom het deeltje veroorzaakt dit een elektrische dubbellaag (zie ook DEEL 2: FLOCCULATIEMECHANISMEN).
 - Van der Waals wisselwerking.
 Dit is een aantrekkende kracht die tussen alle deeltjes, met name op korte afstand, aanwezig is en bijvoorbeeld door (geïnduceerde) dipolen veroorzaakt wordt.
- c. Thermodynamische krachten.

Voor dit systeem is dit vooral de Brownse kracht. Deze kracht gaat, ten gevolge van fluctuerende thermische bewegingen van de deeltjes, alle ordening tegen.

Voor gedispergeerde slibdeeltjes zal als gevolg van deze krachten zowel aantrekking als afstoting een rol spelen. De grootte van de krachten ten opzichte van elkaar wordt voor een belangrijk deel beïnvloed door de grootte van de afschuifsnelheid.

Geflocculeerd slib bevat in rust vlokken, aggregaten van deeltjes. De Van der Waals kracht, elektrostatische kracht en hydrodynamische kracht nemen toe met de deeltjesdiameter. Voor zeer kleine deeltjes overheerst derhalve de Brownse kracht en gedraagt het systeem zich Newtons. Bij slib zijn de deeltjes echter dermate groot dat de Brownse kracht te verwaarlozen is.

Bij het aanleggen van een afschuiving zullen een deel van de vlokken als gevolg van hydrodynamische krachten worden afgebroken tot kleinere vlokken. In veel mindere mate zullen als gevolg van elektrostatische en Van der Waals krachten grotere vlokken worden gevormd. Naarmate de afschuifsnelheid groter wordt zal, door de overheersende hydrodynamische kracht, de afbraak van vlokken steeds meer de overhand krijgen. Hierdoor nemen de gemiddelde deeltjesgrootte en de viscositeit (zie figuur 21) af. Bij de kritische afschuifsnelheid $\dot{\gamma}_{krit}$ bevinden alleen de sterkste vlokken zich nog in de suspensie. De gemiddelde deeltjesgrootte neemt daarna niet meer verder af. Bij afname van de afschuifsnelheid (de teruggaande curve) zal door rheomalaxis zeker niet in de mate vlokopbouw plaatsvinden als waarin tijdens de heengaande curve vlokafbraak plaatsvond. Uiteindelijk resulteert een blijvende verandering van de suspensie, te zien aan de lager geworden zwichtspanning. In figuur 28 en 29 zijn reogrammen van respectievelijk ongeflocculeerd slib en slib geflocculeerd met Rohafloc KF975 weergegeven. Figuur 26 is een reogram van slib geflocculeerd met FeCl₃ en Ca(OH)₂.

Helaas bleek het experimenteel niet mogelijk om het verloop in deeltjesgrootteverdeling op verschillende tijdstippen in een afschuifexperiment te verifiëren, doordat de verschillen in deeltjesgrootte te klein waren om significante en betrouwbare verschillen te onderscheiden.

Bij slib geflocculeerd met polyelektrolyt Rohafloc KF975 heeft het reogram in principe een



Higuur 28: reogram van ongesiocculeera sub —— heengaande curve ----- teruggaande curve

zelfde verloop als bij slib geflocculeerd met $FeCl_3$ en Ca(OH)₂. Omdat er bij de flocculatie bij korte mengtijd grote deeltjes ontstaan, was het, gezien verstoringen in verband met de kleine spleetbreedte, noodzakelijk om wat langer te roeren (20 s).

Hierdoor werden vooral de zwakkere vlokken al goeddeels afgebroken tijdens de flocculatie vóór het reologische experiment, zodat de thixotropie slechts gering was. Ongeflocculeerd slib heeft zoals verwacht een zeer lage thixotropie.

Geflocculeerd slib, zowel met $FeCl_3/Ca(OH)_2$ als met Rohafloc KF975, heeft bij een bepaalde dosering flocculant een maximale thixotropie (zie figuur 30). Dit komt overeen met de stijgende viscositeitsafname bij hogere dosering flocculant als er een constante afschuifsnelheid wordt opgelegd (figuur 22 en 23).

Er bestaan verbanden tussen de grootte van de thixotropie, die te beschouwen is als een maat voor de vlokafbraak, en andere fysische parameters van slib. De mate van thixotropie is daarom de belangrijkste reologische parameter in dit onderzoek. Op de genoemde onderlinge verbanden zal nader worden ingegaan in hoofdstuk 7.









HOOFDSTUK 6 DEELTJESGROOTTEVERDELING EN MORFOLOGIE

6.1 Theorie

Slibdeeltjes zijn zowel voor ongeflocculeerd als geflocculeerd slib niet uniform van vorm en grootte (zie figuur 31).



Figuur 31: opname van ongeflocculeerd slib van RWZI Veghel

Het is van belang deze micro-eigenschappen van slib te karakteriseren, omdat ze van invloed zijn op de ontwateringseigenschappen. Zo zijn er bijvoorbeeld relaties gevonden tussen de deeltjesgrootte en de filtratieweerstand en tussen de vlokdichtheid en het einddrogestof gehalte bij vacuümfiltratie [Knocke, 1983].

Er bestaan verschillende methodes om de deeltjesgrootte en deeltjesgrootteverdeling van een systeem te bepalen. Bij elke methode wordt de diameter, de oppervlakte of het volume van deeltjes op een andere manier gemeten of berekend. Voor koekfiltratie is het geprojecteerde oppervlakte van een deeltje belang [Svarovsky, 1990]. Uit dit oppervlak wordt een diameter bepaald. Een methode om het geprojecteerde oppervlak van een deeltje te bepalen is optische

microscopie (zie paragraaf 6.2).

De deeltjesgrootteverdeling kan op diverse manieren tot uitdrukking gebracht worden. Deeltjesgrootteverdelingen zijn gedefinieerd op basis van massa (of volume), oppervlakte, lengte (in de praktijk niet gebruikt) of aantal. De meest hanteerbare en duidelijke verdeling is die op basis van aantal. De deeltjesgrootteverdeling wordt uitgedrukt in een distributieve frequentieverdeling en kan uitgezet worden als frequentie tegen diameter en als cumulatieve frequentie tegen diameter (zie figuur 32 en 33). De cumulatieve frequentie kan overigens op twee manieren worden uitgezet tegen de diameter, namelijk als "oversize" verdeling, lopend van 1 tot 0, en als "undersize" verdeling, lopend van 0 tot 1. In dit hoofdstuk is telkens de undersize verdeling gebruikt. In figuur 32 zijn naast de gefitte verdeling (volgens vergelijking 29) ook de experimentele gegevens uitgezet.

Het verband tussen de twee verdelingen is:

$$f(x) = \frac{dF(x)}{dx}$$
(27)

of:

$$F(x) = \int f(x) dx$$
 (28)

met:

x = deeltjesdiameter (m)

f(x) =frequentieverdeling (m⁻¹)

F(x) = undersize cumulative frequentieverdeling (-)

De cumulatieve frequentieverdeling heeft vaak de voorkeur, omdat deze in grotere mate direct af te lezen informatie geeft, zoals bijvoorbeeld de mediaan van de diameter en de fractie deeltjes kleiner of groter dan een bepaalde diameter. Het voordeel van de frequentieverdeling is dat het een goed overzicht geeft van het gehele deeltjesgroottespectrum.

Als benadering voor de deeltjesgrootteverdeling wordt vaak de Harris drie-parameter vergelijking gebruikt. Voor de cumulatieve verdeling luidt deze als volgt:

$$F(x) = 1 - F_{ov}(x) = 1 - \left(1 - \left(\frac{x}{x_o}\right)^a\right)^b$$
(29)

met:



Figuur 32: cumulatieve deeltjesgrootteverdeling van geflocculeerd slib experimentele gegevens

----- fit volgens de vergelijking van Harris



Figuur 33: deeltjesgrootteverdeling van geflocculeerd slib

F_{ov}(x) = oversize cumulatieve frequentieverdeling (-) x₀ = maximale diameter in de verdeling (m) a, b = constante (-)

Na differentiëren van deze vergelijking resulteert de frequentieverdeling:

$$f(x) = \frac{a.b}{x_0} \cdot \left(\frac{x}{x_0}\right)^{a-1} \cdot \left(1 - \left(\frac{x}{x_0}\right)^a\right)^{b-1}$$
(30)

Er zijn verschillende mogelijkheden om via een deeltjesgrootteverdeling een maat voor de deeltjesgrootte te geven, zoals de modus of net gemiddelde. De modus van de verdeling is de diameter die het meest voorkomt en het gemiddelde van de verdeling is de gemiddelde waarde van de diameter van alle deeltjes. Ook is het mogelijk om de fractie deeltjes kleiner dan een bepaalde diameter als dergelijke maat te gebruiken. Hier wordt de mediaan van de verdeling gekozen als maat. De mediaan is als volgt gedefinieerd: De helft van het aantal deeltjes is kleiner en de helft van de deeltjes is groter dan de mediaan.

Behalve de deeltjesgrootte en deeltjesgrootteverdeling is bij filtratie ook de deeltjesvorm van belang. Deze kan worden uitgedrukt in een vormfactor (shapefactor). Met de in dit onderzoek gebruikte methode bleek het helaas niet mogelijk om op een betrouwbare manier vormfactoren te bepalen. Dit bleek na ijking met standaardgeometriën, zoals cirkel, vierkant en driehoek en is te wijten aan een fout in het gebruikte pakket. De afhankelijkheid van het oppervlakte en volume van slibdeeltjes als functie van de vorm is dus niet expliciet bekend. De vorm van slibdeeltjes moet daarom benaderd worden. Als geometrie werd de bolvorm aangenomen.

6.2 Experimentele methode

De methode die hier gebruikt werd was optische microscopie. Een slibmonster wordt zodanig verdund dat onder een optische microscoop de slibdeeltjes van elkaar te onderscheiden zijn, dat wil zeggen dat er geen sprake is van meerdere lagen deeltjes over elkaar. Op de microscoop is een camera aangesloten, die gekoppeld is aan een computer. In figuur 34 is de opstelling schematisch weergegeven.

Via de techniek van "image analysing" (softwarepakket TIM) kan het door de camera geregistreerde beeld ingelezen, gedigitaliseerd en op een beeldscherm getoond worden. Er zijn diverse mogelijkheden binnen het TIM-pakket om het gedigitaliseerde beeld kwalitatief te verbeteren, zoals het vergroten van het contrast tussen deeltjes en vloeistof en het wegfilteren van de zeer kleine deeltjes. Het beeldscherm is opgedeeld in pixels. De pixel is het kleinste element van een schermbeeld. Het aantal pixels dat wordt toegekend aan een deeltje hangt af van de ingestelde vergroting van de microscoop.

Wanneer, door de genoemde bewerkingen, een kwalitatief bevredigend beeld is ontstaan, kan



Figuur 34: opstelling voor deeltjesgroottemeting

de opdracht gegeven worden de oppervlakte van elk deeltje te bepalen. Deze bepaling gebeurt via het toekennen van een aantal pixels aan elk afzonderlijk deeltje. Hierdoor kunnen alleen een aantal discrete waarden aan de oppervlakten toegekend worden, dat wil zeggen dat de experimentele cumulatieve verdelingsfunctie stapsgewijze sprongen vertoont (zie figuur 32). De meting met behulp van pixels is ook de oorzaak van het feit dat de grafieken van de verdeling niet door het punt (0,0) gaan. Het wegfilteren van de kleinste deeltjes komt er namelijk op neer dat er een bepaald oppervlakteniveau wordt ingesteld, waardoor een deeltje een minimaal aantal pixels groot moet zijn om gemeten te kunnen worden.

De op deze wijze gecreëerde dataset kan met behulp van een SAS-programma (zie bijlage VII) verwerkt worden, waarbij onder andere de diameters van de deeltjes bepaald worden. Om de vorm van de deeltjes nader te kunnen bekijken is het mogelijk het gedigitaliseerde beeld van een slibmonster op te slaan.

6.3 Resultaten en conclusies

De deeltjesgrootte en deeltjesgrootteverdeling van slib blijkt afhankelijk te zijn van een aantal factoren, namelijk:

- afkomst en eigenschappen van het slib
- flocculant
- flocculantdosering
- roertijd bij flocculatie

Op het eerste punt wordt in hoofdstuk 7 nader ingegaan.

Bij gebruik van polyelektrolyten zijn de deeltjes groter (ca. 500 - 1000 μ m) dan bij gebruik van FeCl₃ met Ca(OH)₂ (ca. 10 - 20 μ m). De deeltjes van ongeflocculeerd slib zijn in het algemeen nog iets kleiner (ca. 5 - 10 μ m). Naast dit verschil in deeltjesgrootte bestaat slib geflocculeerd met FeCl₃ en Ca(OH)₂ uit compactere en rondere deeltjes (zie figuur 35 en 36). De verschillende flocculatiemechanismen en eigenschappen van de flocculanten zijn de oorzaak van deze verschillen. Tussen slibben geflocculeerd met verschillende polyelektrolyten bestaan ook verschillen in deeltjesgrootte (zie hoofdstuk 7).

In het algemeen blijkt dat bij toename van de flocculantdosering tot de optimale dosering de deeltjesgrootte toeneemt. Vooral bij slib geflocculeerd met polyelektrolyt wordt het aantal "kleine" deeltjes drastisch verminderd (zie figuur 39 en 40) [ook: Englmann, 1981; Knocke, 1983]. Bij een dosering groter dan een bepaalde waarde neemt de deeltjesgrootte weer (in meer of mindere mate) af. Dit geldt zowel voor slib geflocculeerd met FeCl₃/Ca(OH)₂ als voor slib geflocculeerd met polyelektrolyt (zie figuur 37 t/m 40). In figuur 39 en 40 is de roertijd bij elke concentratie Rohafloc hetzelfde, namelijk 10 s. Bij flocculatie met FeCl₃ en Ca(OH)₂ zijn de roertijden altijd hetzelfde (zie hoofdstuk 3).

Het genoemde verloop in de deeltjesgrootteverdeling bij toenemende dosering flocculant wordt veroorzaakt doordat er bij zeer lage dosering niet voldoende flocculant aanwezig is om het slib optimaal te flocculeren. Als er teveel flocculant wordt toegevoegd draagt de overmaat niet bij aan flocculatie en stroomt bij filtratie door het filter. Bij toevoeging van teveel flocculant kan de flocculatie juist voor een deel tegengewerkt worden doordat er te veel flocculantdeeltjes geadsorbeerd zijn aan de slibdeeltjes en naast flocculatie een elektrostatische afstoting/restabilisatie veroorzaken. Overigens is het opvallend (in figuur 37 en 38) dat ongeflocculeerd slib (zonder FeCl₃ en Ca(OH)₂) grotere deeltjes heeft dan geflocculeerd slib. Dit is een uitzonderingsgeval en wordt veroorzakt door het type slib (in dit geval van RWZI Veghel). Bij de andere onderzochte slibsoorten heeft ongeflocculeerd slib in de regel kleinere deeltjes dan geflocculeerd slib. Een verklaring voor de afwijking bij deze slibsoort wordt gegeven in hoofdstuk 7.



Figuur 35: opname van slib geflocculeerd met FeCl₃ en Ca(OH)₂



Figuur 36: opname van slib geflocculeerd met Rohafloc KF975



Figuur 37: cumulatieve deeltjesgrootteverdeling van slib geflocculeerd met $FeCl_3$ en $Ca(OH)_2$; de getallen bij de grafieken geven de dosering $FeCl_3$ (in g/kg ds)



Figuur 38: deeltjesgrootteverdeling van slib geflocculeerd met $FeCl_3$ en $Ca(OH)_2$; de getallen bij de grafieken geven de dosering $FeCl_3$ (in g/kg ds)



Figuur 39: cumulatieve deeltjesgrootteverdeling van slib geflocculeerd met Rohafloc KF975; de getallen bij de grafieken geven de dosering KF975 (in g/kg ds)



Figuur 40: deeltjesgrootteverdeling van slib geflocculeerd met Rohafloc KF975; de getallen bij de grafieken geven de dosering KF975 (in g/kg ds)

Het roeren na toevoeging van flocculant dient ervoor om flocculant en slib goed te mengen waardoor flocculatie kan plaatsvinden. Het is met name bij gebruik van polyelektrolyt zo dat naarmate de roertijd groter is, de geflocculeerde deeltjes kleiner zijn. De deeltjes worden dus meer en meer afgebroken naarmate langer geroerd wordt. Dit blijkt overigens ook uit de reologische experimenten (hoofdstuk 6) waarbij geflocculeerd slib ook wordt blootgesteld aan afschuifkrachten, waardoor de deeltjes worden afgebroken en er sprake is van thixotropie. Er blijken verbanden te bestaan tussen de deeltjesgrootte, mate van thixotropie en ontwateringseigenschappen als MFTid en filtratieweerstand. Hierop wordt verder ingegaan in hoofdstuk 7.

De mediaan als maat voor de deeltjesgrootte blijkt goed te voldoen. In figuur 41 en 42 is de mediaan van de slibben van figuur 37 t/m 40 uitgezet tegen de concentratie flocculant. Als de figuren 37 t/m 40 worden vergeleken met de figuren 41 en 42 is goed te zien dat de verschuiving van deeltjesgrootteverdeling als functie van de dosering flocculant overeenkomt met het verloop in de mediaan. Een kleinere hoeveelheid "kleine" deeltjes heeft een grotere mediaan tot gevolg.

De Harris-vergelijking blijkt de deeltjesgrootteverdeling goed te beschrijven. Dit is bijvoorbeeld te zien in figuur 32. Slechts bij de relatief grotere deeltjes van een verdeling komt een kleine afwijking voor. Deze afwijking wordt veroorzaakt door een onnauwkeurigheid in de bepaalde x_0 , het grootste deeltje in het gemeten slibmonster. Dit deeltje kan een aggregaat zijn van meerdere deeltjes die zeer zwakke bindingen met elkaar hebben. Hierdoor kan de gemeten x_0 groter zijn dan in de praktijk het geval is, waardoor de fit volgens de Harris-vergelijking iets afwijkt van de gemeten gegevens. Zie in dit verband ook de vijfde opmerking hieronder.

"Image analysing" is één van de weinige methodes waarmee de deeltjesgrootteverdeling van slib bepaald kan worden. Er zijn bijvoorbeeld ook metingen verricht met de Malvern particle sizer [Hilgers, 1990]. Bij deze laatste methode, die werkt op basis van lichtverstrooiing, is constant roeren tijdens een meting noodzakelijk. Door dit roeren vindt vlokafbraak plaats en maakt de methode onbruikbaar voor (met name geflocculeerd) slib. Bovendien kunnen er met de Malvern geen deeltjes gemeten worden die een diameter hebben die groter is dan 600 μ m. De onnauwkeurigheid van de methode van "image analysing" wordt bepaald door een aantal factoren, te weten:



Figuur 41.: mediaan van de deeltjesgrootteverdeling als functie van de dosering FeCl₃



Figuur 42: mediaan van de deeltjesgrootteverdeling als functie van de dosering Rohafloc KF975

- Na het vooraf verdunnen van het slibmonster dient even geschud te worden om de slibdeeltjes homogeen over het petrischaaltje te verdelen. Dit schudden is arbitrair en is al slecht reproduceerbaar door dezelfde persoon, laat staan door andere personen. Schudden heeft net als roeren deeltjesafbraak tot gevolg.
- De grootheid die via "image analysing" bepaald wordt is het geprojecteerde oppervlak van een deeltje. Met de gedwongen aanname dat een slibdeeltje bolvormig is (er kunnen immers geen vormfactoren bepaald worden), wordt deze oppervlakte omgerekend naar een diameter. Slibdeeltjes zijn echter nogal grillig van vorm (zie figuur 31, 35 en 36). Er wordt dus een fout gemaakt bij deze omrekening. Door Knocke (1983) wordt voorgesteld om aan slibdeeltjes een ellipsvorm toe te kennen met een verhouding van 1,33 à 2 tussen de twee assen. Mogelijk is dat door deze aanname bij andere methoden een minder grote fout bij de omrekening gemaakt wordt. Bij omrekening van een geprojecteerd oppervlak naar volume of diameter, zoals in dit onderzoek het geval is, is de aanname dat slibdeeltjes bolvormig zijn minder riskant dan de aanname dat ze ellipsvormig zijn.
- De grootte van een pixel is bepalend voor de grootte van het kleinste deeltje dat te meten is.
 Slib met polyelektrolyt bevat vrij grote deeltjes. Als gevolg moet er een redelijk zwakke vergroting ingesteld worden, waardoor de pixels ten opzichte van het oppervlak van de kleinste deeltjes groot zijn. Hierdoor vallen de kleinste deeltjes weg. Dit heeft uiteraard invloed op de deeltjesgrootteverdeling.
- Het in paragraaf 6.2 genoemde wegfilteren is arbitrair. Het is aan de experimentator om te bepalen in welke mate het filteren van "kleine" deeltjes, wordt doorgevoerd.
- Het is soms moeilijk te beoordelen of deeltjes die tegen elkaar aan zitten ook inderdaad één vlok vormen of dat er sprake is van twee deeltjes die toevallig even aan elkaar plakken en bij een zeer kleine mengintensiteit elkaar weer loslaten. Via een optie in het TIM-pakket kunnen deeltjes via een scheidingslijntje als aparte deeltjes beschouwd worden. Ook het toepassen van deze optie is dus een arbitraire zaak.

Bovendien is het bij slib met polyelektrolyt moeilijk een reeks te maken van slib geflocculeerd met verschillende hoeveelheden flocculant. Slib met een hogere dosering polyelektrolyt moet namelijk langer geroerd worden om een optimale flocculatie te verkrijgen. Zoals al opgemerkt is, is de roertijd van invloed op de deeltjesgrootte. Wanneer gekozen wordt voor een constante roertijd moet er dus rekening mee gehouden worden dat slibdeeltjes bij relatief lage dosering flocculant al voor een deel afgebroken zijn en dat slibdeeltjes bij relatief hoge dosering flocculant nog niet helemaal optimaal geflocculeerd zijn. Hierin schuilt een probleem bij het leggen van verbanden tussen deeltjesgrootte en bijvoorbeeld ontwaterbaarheid, omdat bijvoorbeeld bij filtratie-experimenten bij elke dosering flocculant de, voor die dosering, optimale roertijd gebruikt wordt.

HOOFDSTUK 7 RESULTATEN EN DISCUSSIE

7.1 Inleiding

In hoofdstuk 3 t/m 6 zijn al enkele resultaten gegeven van experimenten met een aantal karakteriseringsmethodes. Dit hoofdstuk geeft de resultaten van de karakterisering van de vier slibben. Verder worden de verbanden tussen een aantal parameters die bepaald zijn met de experimenten nader onderzocht. Dit moet leiden tot een beter inzicht in de invloed van de flocculatiecondities op de ontwaterbaarheid van van slib. Vervolgens worden de verschillen tussen de eigenschappen van de verschillende slibben geanalyseerd en ook de invloed van de verschillende flocculanten op de gekarakteriseerde parameters. Daarna wordt van de uitgevoerde experimenten en de daaruit voortvloeiende parameters de voorspellende waarde voor de ontwaterbaarheid van slib besproken. De bepaalde einddrogestofgehaltes met de MFT-test (MFTds) worden vergeleken met de einddrogestofgehaltes die bereikt zijn met dezelfde slibben in de desbetreffende RWZI's.

7.2 Resultaten van de slibkarakterisering

De resultaten van alle experimenten volgens het schema in bijlage II, die zijn uitgevoerd met de vier slibben, zijn op volgorde van slibsoort weergegeven in een aparte appendix (achtereenvolgens slib uit Mierlo, Amsterdam-oost, Veghel en Lage Zwaluwe). De resultaten van de acoustoforese-experimenten zijn hierin niet opgenomen, maar zijn gegeven in DEEL 2: FLOCCULATIEMECHANISMEN.

Bij de resultaten van de slibkarakterisering worden allereerst een aantal opmerkingen gemaakt:

- Uit de MFT-experimenten op dag 1, die overigens niet zijn weergegeven in de appendix, zijn bij gebruik van FeCl₃ als flocculant drie combinaties {concentratie FeCl₃ concentratie Ca(OH)₂} gekozen en bij gebruik van polyelektrolyt als flocculant drie combinaties {concentratie polyelektrolyt roertijd}. Deze combinaties zijn bij de overige experimenten, indien daarbij geflocculeerd werd, aangehouden.
- Een aantal experimenten is op dag 1, 2 en 3 met ongeflocculeerd slib uitgevoerd. Dit zijn metingen van de CST, de SVI en het ATP-gehalte. Het doel hiervan is om de veranderingen van de eigenschappen van het slib als functie van de tijd te kunnen beoordelen. Als deze eigenschappen sterk veranderen, kunnen de resultaten van de experimenten op dag 2 niet zonder meer met die van dag 3 gecorreleerd worden. Achteraf blijken deze drie parameters niet geschikt om de veranderingen van het slib te bepalen. Via andere experimenten is echter duidelijk geworden, dat de veranderingen binnen de drie dagen waarin gemeten is niet zo groot zijn, als slib wordt bewaard in een koelkast bij 5°C.

- De meting van het ATP-gehalte is alleen uitgevoerd bij slib uit Mierlo en Amsterdamoost. Daarna waren enkele chemicaliën op die niet tijdig verkrijgbaar waren. Het ontbreken van deze metingen is, zoals later in dit hoofdstuk zal blijken, geen groot gemis.
- Voor de reologische experimenten is telkens, naast de maat voor de thixotropie, voor alle flocculantdoseringen waarbij meting mogelijk was, het reogram van slib geflocculeerd met 5% FeCl₃ weergeven. Dit reogram komt qua verloop overeen met de reogrammen bij de andere flocculantdosering.
- Bij de deeltjesgrootteverdeling is naast de mediaan ook de cumulatieve frequentieverdeling als functie van de flocculantdosering gegeven.
- In hoofstuk 2 is al genoemd dat slib uit Lage Zwaluwe ontwaterd wordt bij RWZI Rijen. Het slib uit Lage Zwaluwe vormt daar minder dan 3% van de totale hoeveelheid te ontwateren slib. Het is daarom niet relevant om alle experimenten ook met de in de praktijk gebruikte polyelektrolyt (Zetag87) uit te voeren. Er is volstaan met Rohafloc als enige polyelektrolyt.

7.3 Verbanden tussen slibparameters

Uit de resultaten van de slibkarakterisering zijn verbanden te vinden tussen het verloop van enkele gekarakteriseerde parameters als functie van de dosering flocculant. Omdat tijdens de slibkarakterisering van elke flocculant slechts drie, behoorlijk verschillende, doseringen gebruikt zijn, zijn in een aantal deelonderzoeken deze verbanden nauwkeuriger bekeken. Bij deze experimenten is telkens gekozen voor een reeks van ongeveer zes doseringen van een flocculant die rondom de dosering liggen waarbij optimale flocculatie plaatsvindt. Verder zijn alleen die experimenten uitgevoerd, waarvan gebleken is dat de daarin bepaalde parameters mogelijk met elkaar correleren. Die experimentele methoden zijn:

- MFT-methode (AZT en MFTid)
- drukfiltratie (specifieke filtratieweerstand α)
- reologie (thixotropie)
- deeltjesgrootteverdeling (mediaan van de diameter)

Het is al eerder duidelijk geworden dat het verloop van de CST in vrijwel elke situatie goed overeenkomt met dat van de AZT en de specifieke filtratieweerstand. Daarom is besloten geen CST-experimenten in deze deelonderzoeken uit te voeren.

Er is met verschillende slibben gewerkt en als flocculant is zowel $FeCl_3/Ca(OH)_2$ als Rohafloc KF975 gebruikt. In deze paragraaf wordt telkens, als over het verloop van een gemeten parameter wordt gesproken, het verloop als functie van de dosering flocculant bedoeld.

Vooraf dient opgemerkt te worden dat slib, zoals bekend, niet bepaald een modelstof is, maar een materiaal waarvan de eigenschappen zeker niet bij voorbaat vastliggen. Zo kunnen bijvoorbeeld kleine verschillen in de manier van flocculeren soms grote invloed hebben op de eigenschappen van het slibmengsel. Af en toe is er dus sprake van onstabiel gedrag. Dit is met name het geval als met polyelektrolyt geflocculeerd wordt. In de hierna volgende beschouwing zal niet worden ingegaan op de kleine of in sommige gevallen grote afwijkingen in de meetwaarden. Men moet zich dit onderzoek in redelijke mate beperken tot de hoofdzaken, hoewel het natuurlijk niet de bedoeling is om de minste of geringste afwijking te wijten aan de diversiteit van de aard en de eigenschappen van slib.

Het verloop van de verschillende maten voor de filtratiesnelheid, namelijk de AZT, de specifieke filtratieweerstand en dus ook de CST, komt vrijwel altijd goed overeen (figuur 43 en 44). Aangezien in deze drie gevallen dezelfde eigenschap met vergelijkbare methodes (filtratie) wordt gemeten, is dit slechts een bevestiging van een bij voorbaat vrijwel vaststaand feit. In figuur 44 zijn enkele meetwaarden die iets afwijken van het verwachte verloop. De stippellijn die door de meetpunten is getrokken, gaat daarom aan deze punten voorbij.

De MFTid, een maat voor het drogestofgehalte van de filterkoek na ontwatering met de MFTmethode, komt qua verloop vaak behoorlijk goed overeen met de genoemde parameters voor de filtratiesnelheid (figuur 43 en 44). Het drogestofgehalte dat bereikt wordt met de MFT-methode is lang niet gelijk aan het einddrogestof gehalte dat behaald kan worden met expressie. In de praktijk vindt filtratie en expressie plaats met filterpersen. De perstijd daarbij ligt rond de drie uur (bij een druk oplopend tot 15 bar). Hierbij moet wel aangetekend worden dat de koekdikte bij de MFT-methode maximaal 5 millimeter is, terwijl bij filterpersen de koekdikte enkele centimeters bedraagt. De ontwateringstijd is evenredig met het kwadraat van de koekdikte [zie DEEL 4: FILTRATIE- EN EXPRESSIE-EXPERIMENTEN]. Voor de grootte van de MFTid is, net als bij de filtratiesnelheid, de initiële koekvorming van groot belang. De initiële koekvorming wordt voor een groot deel bepaald door de flocculant en de dosering flocculant. Als slib optimaal geflocculeerd is, is er sprake van een relatief grote (initiële) permeabiliteit van de filterkoek. Deze grote permeabiliteit wordt veroorzaakt door relatief grote, ijle slibvlokken, dus slibvlokken met een hoge porositeit. Er is dan ook sprake van voldoende en voldoend grote kanalen in de koek, waardoor het water afgevoerd kan worden. Wanneer de permeabiliteit tegen de dosering flocculant wordt uitgezet, is er een maximum in de grafiek rond de optimale flocculatiecondities [DEEL 4: FILTRATIE- EN EXPRESSIE-EXPERIMEN-TEN]. Naarmate er langer wordt geperst en er meer water uit de koek verdwijnt, wordt de koek verder in elkaar gedrukt. Ongeacht de dosering flocculant wordt de permeabiliteit kleiner totdat de eindsituatie bereikt wordt. Het einddrogestofgehalte dat bij een dergelijk expressieexperiment bereikt wordt [DEEL 4: FILTRATIE- EN EXPRESSIE-EXPERIMENTEN], is veel minder afhankelijk van de flocculant en dosering flocculant, dan de MFTds of MFTid bij de MFT-methode. Slechts bij (zeer) lage en (zeer) hoge doseringen flocculant is een afname in het



Figuur 43. a, AZT en MFTid als functie van de concentratie FeCl₃



Figuur 44. a, AZT en MFTid als functie van de concentratie Rohafloc



Figuur 45. Thixotropie en mediaan als functie van de concentratie FeCl,


Figuur 46. Thixotropie en mediaan als functie van de concentratie Rohafloc

bereikte einddrogestofgehalte te constateren.

Wanneer bij expressie geen water meer uit de koek stroomt, is de genoemde eindsituatie bereikt. Bij hoge drukken (100 bar) bedraagt het einddrogestofgehalte 50 à 60 % [DEEL 4: FILTRATIE- EN EXPRESSIE-EXPERIMENTEN]. Het expressie-proces, bij een gegeven druk, levert daarna niet voldoende energie om nog meer water uit de koek te persen. Vanaf een einddrogestof gehalte van ongeveer 60 à 70% neemt de bindingsenthalpie van water in slib namelijk sterk toe [DEEL 5: SLIB-WATERBINDING]. Bovendien is de permeabiliteit al zover verlaagd dat het resterende vrije water niet zo gemakkelijk meer door de koek kan stromen. Wanneer men (autotherme) slibverbranding wil toepassen, moet drogestofgehalte van de koek hoog genoeg zijn (20 à 40 %, afhankelijk van het type slib).

Hierboven is al beschreven dat voor de filtratiesnelheid en ook voor de MFTid een grote permeabiliteit van de initieel gevormde koek van groot belang is. Een grote permeabiliteit gaat gepaard met slibdeeltjes met een hoge porositeit ("ijle" deeltjes). Ule slibvlokken worden gemakkelijker afgebroken door mechanische krachten, dus is er sprake van een grote mate van thixotropie. In figuur 45 en 46 is onder andere de thixotropie tegen de dosering flocculant uitgezet. Als figuur 45 met figuur 43 en figuur 46 met figuur 42 vergeleken wordt is duidelijk te constateren dat de thixotropie behoorlijk goed correleert met de filtratiesnelheid en de MFTid, dat wil zeggen een relatief grote thixotropie komt overeen met een relatief kleine AZT en kleine α en ook met een relatief kleine MFTid (= relatief hoog einddrogestofgehalte).

Grote, ijle deeltjes dragen ook bij aan een hoge permeabiliteit. In het algemeen is het zo dat naarmate deeltjes groter zijn, er sprake is van grotere afvoerkanalen, zie bijvoorbeeld de Kozeny-Carman relatie:

$$K = \frac{x^2}{150} \cdot \frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2} \tag{31}$$

met:

 $K = permeabiliteit (m^2)$

x = deeltjesdiameter (m)

 $\epsilon = \text{porositeit}(-)$

Als de slibdeeltjes relatief groot zijn mag dus verwacht worden dat de filtratiesnelheid relatief groot is en de MFTid relatief laag. In het geval van Rohafloc als flocculant is dit ook vrij duidelijk te zien (figuur 46). Bij gebruik van FeCl₃ heeft de deeltjesgrootte een maximum dat bij een lagere dosering ligt dan verwacht mag worden op grond van de andere parameters. Het is mogelijk dat ondanks de afnemende deeltjesgrootte bij toenemende flocculantdosering de eigenschappen van de slibvlokken met betrekking tot ontwatering toch nog verbeteren. Echter, hoogstwaarschijnlijk is de oorzaak van deze afwijkende resultaten het feit dat, zoals in hoofdstuk 6 al beschreven is, de resultaten van de gebruikte methode van deeltjesgroottebepa-

ling niet altijd even betrouwbaar zijn. Van deze onbetrouwbaarheid is vooral bij FeCl₃ sprake, omdat er bij FeCl₃ als flocculant veel kleinere verschillen in deeltjesgrootte zijn dan bij gebruik van polyelektrolyten zoals Rohafloc. De gebruikte methode van deeltjesgroottebepaling is duidelijk accurater voor slib geflocculeerd met polyelektrolyt dan voor slib geflocculeerd met FeCl₃/Ca(OH)₂. Daarom zullen aan de resultaten van de deeltjesgrootteverdeling in figuur 45 verder geen conclusies verbonden worden.

In de literatuur zijn slechts weinig verbanden tussen slibparameters beschreven. Er wordt vrijwel alleen gesproken over verbanden tussen de verschillende parameters die maatgevend zijn voor de filtratiesnelheid en het einddrogestofgehalte (EDS).

lineaire verbanden: $\log \alpha = f(\log \text{CST})$	[STORA-rapport 2, 1981]
$\log AZT = f(\log \alpha)$	[STORA-rapport 2, 1981]
$\log AZT = f(\log CST)$	[STORA-rapport 2, 1981]
$\log \alpha = f(\log EDS)$	[Englmann, 1981]
overige verbanden: MFTds = $f(AZT)$	[STORA-rapport 2, 1981]
fractie deeltjes $< 63 \text{ nm} = f(\log \text{CST})$	[Englmann, 1981]

Het laatste verband geeft hetzelfde beeld indien de fractie deeltjes kleiner dan 63 nm wordt vervangen door de mediaan van de diameter, de maat voor de deeltjesgrootteverdeling in dit onderzoek. Dit kan worden geconstateerd door de cumulatieve deeltjesgrootteverdeling te beschouwen (zie hoofdstuk 6).

7.4 Vergelijking van de vier gekarakteriseerde slibben

De resultaten van de karakterisering van de vier slibben volgens het schema in bijlage II zijn weergegeven in een aparte appendix .

- Het drogestofgehalte van slib uit Lage Zwaluwe is veel lager dan dat van de andere slibben.
- De gloeirest van slib uit Mierlo is veel lager in vergelijking met de andere slibben. Een verklaring hiervoor is dat het slib uit Mierlo niet wordt gestabiliseerd, waardoor het gehalte aan organische stof hoger is.
- De geleidbaarheid van ongeflocculeerd slib uit Amsterdam-oost is drie keer zo groot dan die van de andere slibben. Dit duidt op een grotere hoeveelheid ionen of andere zeer kleine geladen deeltjes in het slib. Wanneer echter FeCl₃ en Ca(OH)₂ toegevoegd wordt. is de geleidbaarheid even groot als bij de andere slibben met FeCl₃/Ca(OH)₂ toevoeging. Het surplus aan geladen deeltjes zal dus ingevangen worden in de gevormde vlokken of neerslag vormen met de toegevoegde zouten.

 Ook de pH van slib uit Amsterdam-oost is ook hoger dan die van de andere slibsoorten. Een verklaring hiervoor is dat dit slib anaëroob vergist is. Er zijn dus vrijwel geen aërobe bacteriën aanwezig. Deze bacteriën zijn verantwoordelijk voor de volgende reactie:

organische stof + $O_2 \rightarrow CO_2 + H_2O \rightleftharpoons H_2CO_3$

Waterstofcarbonaat is een zwak zure verbinding en verlaagt dus de pH.

- Het ATP-gehalte van slib uit Amsterdam-oost is, ondanks een sterke toename op dag 2, veel lager dan dat van slib uit Mierlo. Ook dit is te wijten aan de anaërobe vergisting van het slib uit Amsterdam-oost. De toename op dag 2 is toe te schrijven aan de sterke toename van het aantal aërobe bacteriën. Enerzijds door het schudden voor elke monstername en anderzijds door de luchtlaag die zich bij het bewaren in de koelkast boven het slib in het vat bevindt. Er komt dus door menging en diffusie lucht in het slib. Bovenstaande reactie is exotherm en met een deel van de energie die vrijkomt vermenigvuldigen de aërobe bacteriën zich. De toename van het aantal bacteriën gaat door totdat een soort evenwichtstoestand is bereikt. Bij slib uit Mierlo is er eveneens een toename van het ATP-gehalte in de tijd te constateren.
- De SVI van de beide oxydatieslootslibben (Veghel en Lage Zwaluwe) is veel groter dan de SVI van slib uit Amsterdam-oost en Mierlo. Bij slib uit Amsterdam-oost is een toename in de tijd te constateren, bij slib uit Mierlo een afname. Bij de beide oxydatieslootslibben blijft de SVI ongeveer hetzelfde in de tijd.
- De CST van ongeflocculeerd slib verschilt nogal voor de verschillende slibben. Omdat er in alle gevallen sprake is van een vrij groot onnauwkeurigheidsinterval, kan over het verloop in de tijd geen goede uitspraak gedaan worden. Het slib uit Veghel en met name het slib uit Lage Zwaluwe hebben een lagere CST-waarde. Bij slib uit Lage Zwaluwe wordt dit veroorzaakt door het lage drogestofgehalte en bij slib uit Veghel zijn de slibdeeltjes van ongeflocculeerd slib relatief groot, waardoor de koekvorming, bij zeer lage druk, van slib zonder flocculant beter is dan bij de overige slibben.
- De filtratiesnelheid bij de optimale flocculantdosering is bij alle geflocculeerde slibben ongeveer even groot, bij slib uit Lage Zwaluwe is de snelheid, waarschijnlijk als gevolg van het lage drogestofgehalte, iets groter. De MFTid van geflocculeerd slib uit Mierlo is iets kleiner dan die van de rest en de MFTid van slib uit Lage Zwaluwe iets groter.
- De deeltjesgrootte en thixotropie van slib uit Veghel is aanmerkelijk groter dan bij andere slibben. Het is opvallend dat ongeflocculeerd slib uit Veghel een grotere mediaan en een hogere mate van thixotropie heeft dan hetzelfde slib geflocculeerd met FeCl₃/Ca(OH)₂.
 Ongeflocculeerd slib uit Veghel bevat dus redelijk grote aggregaten, die echter al bij lage

mengintensiteit worden afgebroken. Hoogstwaarschijnlijk is er in dit geval sprake van flocculatie door Van der Waalskrachten. Deze krachten zijn veel zwakker dan de elektrostatische krachten die werken tussen geflocculeerde slibdeeltjes met geadsorbeerde flocculant. Ook bij drukkrachten, zoals bij filtratie, worden deze aggregaten snel in elkaar gedrukt. Filtratie van ongeflocculeerd slib uit Veghel blijkt dan ook zeer langzaam te verlopen.

 Bij slib uit Lage Zwaluwe is er vrijwel geen sprake van thixotropie. Dit is te wijten aan het zeer lage drogestofgehalte van het slib. De viscositeit van dit slib is door dezelfde oorzaak ook relatief laag.

7.5 Verschillen in prestatie tussen de gebruikte flocculanten

1 107

Als slib met FeCl₃ geflocculeerd wordt, zijn de eigenschappen van het geflocculeerde slib op een aantal punten anders dan bij flocculatie met polyelektrolyt:

- De MFTid is iets kleiner
- De filtratiesnelheid is 5 à 10 maal zo klein
- De deeltjes zijn ongeveer 10 maal zo klein

De verklaring voor het feit dat de filtratiesnelheid kleiner is in het geval van slib geflocculeerd met FeCl₃/Ca(OH)₂ is dat de deeltjes veel kleiner zijn, waardoor in het begin van de filtratie een dichtere stapeling ontstaat. Bij slib met polyelektrolyt kan het vrije water aanvankelijk veel gemakkelijker afgescheiden worden. Als de expressiefase begint worden de ijle slibvlokken met geadsorbeerd polyelektrolyt samengeperst tot een structuur met kleinere kanalen. De slibkoek die gevormd wordt bij slib geflocculeerd met FeCl3/Ca(OH)2 is minder compressibel. Dit wordt veroorzaakt doordat de vlokken niet zo groot en ijl zijn en door de aanwezigheid van vast Ca(OH)₂ en Fe(OH)₃. De kanalen in de koek zijn daardoor na een bepaalde perstijd wat groter dan bij slib geflocculeerd met polyelektrolyt. Dit verklaart de kleinere MFTid bij slib geflocculeerd met FeCl₁ en Ca(OH)₂. Wanneer de expressie wordt uitgevoerd totdat het einddrogestofgehalte wordt bereikt, is er bij polyelektrolyt sprake van een veel langere perstijd, omdat de koek compressibeler is. Uiteindelijk is het einddrogestofgehalte van slib geflocculeerd met poolyelektrolytwel hoger dan dat van slib geflocculeerd met FeCl₃ en Ca(OH)₂. Wat betreft het einddrogestofgehalte bij filtratie geeft de MFTid de situatie dus niet helemaal goed weer. De MFTid is meer geschikt als maat voor het einddrogestofgehalte van de slibkoek wanneer in de praktijk zeefbandpersen worden gebruikt. Bij zeefbandpersen is de perstijd namelijk niet zo groot.

Over een verschil in de mate van thixotropie is moeilijk een uitspraak te doen, omdat de mate van thixotropie bij polyelektrolyten sterk afhankelijk is van de mengcondities bij het flocculeren. Bij de experimenten weergegeven in figuur 45 en 46 is bij polyelektrolyt langer geroerd dan de optimale roertijd, omdat bij de gebruikte methode (zie hoofdstuk 5) de deeltjes niet te groot mogen zijn in verband met verstoring van de meting. De bepaalde thixotropie is bij slib geflocculeerd met polyelektrolyt derhalve niet zo groot.

Bij slib geflocculeerd met de in de praktijk gebruikte polyelektrolyten blijken in alle gevallen grotere vlokken gevormd te worden dan bij slib geflocculeerd met Rohafloc. Ook is telkens bij de praktijk-polyelektrolyten de filtratiesnelheid groter, maar de MFTid ook. Bij persen tot het einddrogestofgehalte blijkt het einddrogestofgehalte bij de optimale flocculantconcentratie bij alle gebruikte polyelektrolyten ongeveer hetzelfde te zijn. Bijvoorbeeld voor slib uit Veghel is zowel met Rohafloc als met Superfloc een gehalte van ongeveer 40 % (bij 5 bar) bereikt. Voor een goede vergelijking van de invloed van de diverse polyelektrolyten op de ontwaterbaarheid moeten in de praktijksituatie experimenten uitgevoerd worden. In de praktijk worden deze flocculanten voornamelijk gebruikt in zeefbandpersen en centrifuges, echter nog niet zoveel in filterpersen.

7.6 Voorspellende waarde van de slibparameters voor de ontwaterbaarheid met het oog op de praktijk

Niet alle slibparameters zijn even relevant en maatgevend voor de ontwaterbaarheid van slib en met name voor de hoeveelheid toe te voegen flocculant en de daarbij horende mengcondities. In deze paragraaf worden van alle gebruikte parameters de bruikbaarheid voor dit doel beschreven:

- Drogestofgehalte: De hoeveelheid flocculant(en) die aan het slib wordt toegevoegd is altijd afhankelijk van het drogestofgehalte. Deze hoeveelheid wordt dan ook uitgedrukt in gram flocculant per kilogram drogestof. Het drogestofgehalte van het slib moet alleen daarom al altijd bepaald worden.
- Gloeirest: In het algemeen geldt dat een hoge gloeirest bevorderlijk is voor de ontwaterbaar heid. Bij een hogere anorganische fractie is de koek minder compressibel. De gloeirest geeft echter slechts beperkte informatie met betrekking tot de ontwaterbaarheid van een slib.
- ATP-gehalte: Het ATP-gehalte zegt slechts iets over een klein deel van slib, de levende biomassa. De gegevens die tot nu toe verzameld zijn, zijn niet toereikend om conclusies te trekken over het nut van deze parameter voor de voorspelling van de ontwaterbaarheid.
- SVI: De Slib Volume Index van ongeflocculeerd slib correleert met geen enkele van de andere parameters. De SVI kan ook bepaald worden van geflocculeerd slib. De methode is echter omslachtig en vergt veel meer tijd dan een simpel filtratie-experiment.
- Geleidbaarheid en pH: Deze twee grootheden zijn slechts te gebruiken bij het bepalen van de hoeveelheid FeCl₃ en Ca(OH)₂ die is toegevoegd, maar zijn geen maat voor de ontwater-

baarheid.

- Acoustoforese: Uit de acoustoforese-experimenten kan nog geen betrouwbare maat voor de ontwaterbaarheid gehaald worden. Wellicht dat dit door vergroting van de kennis over dit onderwerp in verband met slib wel het geval zal zijn. Het gebruik van dit apparaat vereist enige voorkennis van colloïdchemie.
- AZT en MFTid of MFTds (MFT-methode): De MFT-methode is een test die zeer gemakkelijk uitvoerbaar is en zeer nuttig bij het bepalen van de dosering flocculant die nodig is voor optimale flocculatie van een slib op een bepaalde tijdstip. Voor de voorspelling van de ontwaterbaarheid van slib in de praktijk is deze test en de daarmee bepaalde parameters, AZT en MFTid of MFTds, goed te gebruiken. Hierbij moet wel aangetekend worden dat de MFTds (of MFTid) niet maatgevend zijn voor het einddrogestofgehalte bij langdurige expressie. Met dit apparaat kan echter niet het dynamische gedrag van filtratie en expressie worden vastgelegd.
- Specifieke filtratieweerstand (drukcel): Experimenten met de filtratie-expressiecel leveren nuttige informatie op over de ontwaterbaarheid van slib. In dit onderzoek is alleen de specifieke filtratieweerstand bepaald met deze cel. Met gebruik van een zuiger breekt de koek niet en kunnen expressie-experimenten uitgevoerd worden, waarmee het einddroge-stofgehalte van de koek bepaald kan worden [DEEL 4]. De filtratie-expressiecel is een geautomatiseerde opstelling, waarmee het dynamisch filtratie- en expressiegedrag kan worden onderzocht. Deze meetopstelling biedt uiteraard ook alle voordelen van een geautomatiseerde opstelling, zoals dataverwerking en dataopslag.
- CST: De CST-methode is zeer bruikbaar voor het bepalen van de ontwaterbaarheid van met name slib geflocculeerd met FeCl₃ en Ca(OH)₂. Bij ongeflocculeerd slib wordt met de CSTmethode een te groot onnauwkeurigheidsinterval verkregen. Bij slib geflocculeerd met polyelektrolyt is vooral de monstername bij deze methode vrijwel niet representatief uit te voeren. De CST-methode is overigens onlangs verbeterd en geautomatiseerd (zie DEEL 7).
- Mediaan van de diameter (deeltjesgrootteverdeling): Aan de gebruikte methode kleven nogal wat moeilijk te overwinnen problemen (hoofdstuk 6). De mediaan van de diameter is voor dit onderzoek echter een goede maat voor de deeltjesgrootteverdeling. De deeltjesgrootteverdeling heeft vrijwel zeker een voorspellende waarde voor de ontwaterbaarheid. Nadelen zijn echter dat de meting van de deeltjesgrootteverdeling arbeidsintensief en tijdrovend zijn.
- Thixotropie (reologie): Ook de thixotropie heeft een voorspellende waarde wat betreft de ontwaterbaarheid. De mogelijkheid bestaat om een computer te koppelen aan het gebruikte apparaat en met een daarvoor bestemd pakket het apparaat te regelen en de data in te lezen.

De reometer is minder geschikt voor slibsuspensies geflocculeerd met polyelektrolyt. Experimenten met de reometer zijn op een eenvoudige en snelle manier uit te voeren.

- Hoeveelheid ijzerionen in het filtraat: De filtraten van de drukfiltratie-experimenten in ditonderzoek bevatten zeer weinig ijzerionen (maximaal 0,07 % van de toegevoegde hoeveelheid). De trend is waarneembaar dat bij de optimale dosering FeCl₃ een minimale hoeveelheid ijzerionen in het filtraat aanwezig is (indien ook Ca(OH)₂ is toegevoegd). Bovendien worden bij hogere doseringen Ca(OH)₂ minder ijzerionen in het filtraat teruggevonden. Dit wordt veroorzaakt door precipitatie van Fe(OH)₃. De meting van de concentratie ijzerionen in het filtraat is eenvoudig en snel.
- Hoeveelheid polyelektrolyt in het filtraat: In dit onderzoek is nog geen goede methode gevonden, waarmee deze parameter bepaald kan worden. Mogelijk kan de bestaande methode (complexvorming van colbalt-ftalocyanine) geoptimaliseerd worden door filtraatmonsters vooraf te centrifugeren.

In hoofdstuk 3 is al opgemerkt dat er nog weinig gegevens bekend zijn over de correlatie tussen de op laboratoriumschaal gemeten parameters en de parameters die in de praktijk van toepassing zijn. Wel bestaat er onder andere een verband tussen de MFTds en het bereikte einddrogestofgehalte in de praktijk. In figuur 47 zijn voor de onderzochte slibben de bereikte drogestofgehaltes weergegeven. Hierbij dient opgemerkt te worden dat er in Mierlo veel meer FeCl₃ en Ca(OH)₂ gebruikt worden (zie hoofdstuk 2) dan bij het MFT-experiment in dit onderzoek (100 g/kg ds FeCl₃ en 200 g/kg ds Ca(OH)₂). Wanneer deze twee drogestofgehaltes worden omgerekend naar de MFTid komt er ongeveer hetzelfde uit.

afkomst van het slib	flocculant	EDS gehalte (praktijk) (%)	MFTds (lab) (%)
Mierlo	FeCl ₃ /Ca(OH) ₂	35	25
Mierlo	Nalco 41/62	22 - 24	21
Amsterdam-oost	Zetag 63	25	17
Veghel	Superfloc C496	17	14

Figuur 47: vergelijking tussen de einddrogestofgehaltes in de praktijk en de MFTds in het laboratorium in dit onderzoek

Voor elk slib en elke polyelektrolyt geldt dus dat de MFTds een lagere waarde geeft dan de in de

praktijk behaalde resultaten. Wanneer voor een slibsoort gegevens bekend zijn over het verband hiertussen, is de MFTds een goede maat voor het einddrogestofgehalte in de praktijk.

HOOFDSTUK 8 CONCLUSIES EN AANBEVELINGEN

8.1 Conclusies

Van het groot aantal karakteriseringsmethoden voor zuiveringsslib zijn er enkele bruikbaar om de slibontwatering te optimaliseren, dat wil zeggen om ervoor te zorgen dat slib optimaal geflocculeerd is. Op grond van de beschouwingen weergegeven in paragraaf 7.6 kan een rangorde worden gegeven van technieken die in de praktijk kunnen worden toepast:

- Filtratie/expressie met een drukcel.
 Met deze methode kunnen de specifieke filtratieweerstand (α), perstijd, einddrogestofgehalte na expressie en compressibiliteitcoëfficiënt, bepaald worden.
- MFT (Modified Filtration Test).
 Met deze test kan zowel een maat voor de filtratiesnelheid (AZT) als een maat voor het einddrogestofgehalte van de filterkoek (MFTds of MFTid) bepaald worden.
- 3. IJzerionenconcentratie in filtraat.
- Deeltjesgrootteverdeling door middel van "Image Analysing".
 Via deze methode kan de deeltjesgrootteverdeling bepaald worden, waarbij de mediaan van de diameter op basis van aantal deeltjes een goede maat is voor de verdeling.
- 5. CST (Capillary Suction Time).

Ook met de CST-methode kan een maat voor de filtratiesnelheid bepaald worden.

6. Reologie met behulp van een reometer.

Via afschuifspanning - afschuifsnelheid experimenten kan een maat voor de vlokafbraak (thixotropie) en dus indirect ook voor de vloksterkte bepaald worden.

Tussen de, door middel van deze experimenten bepaalde, parameters bestaan correlaties wat betreft het verloop als functie van de dosering flocculant.

De AZT, de CST en de specifieke filtratieweerstand zijn alle drie maatgevend voor de filtratiesnelheid en komen qua verloop als functie van de dosering vrijwel altijd zeer goed overeen.

Het verloop van de MFTid komt met deze drie parameters behoorlijk goed overeen. De minimale waarde van de MFTid wordt vaak bij een iets hogere dosering flocculant bereikt dan de maximale waarde van de filtratiesnelheid. Dit wordt veroorzaakt doordat de MFTid niet alleen afhankelijk is van de filtratie, maar ook van een aansluitende, korte fase van expressie.

De permeabiliteit van de initieel gevormde filterkoek is een zeer belangrijke parameter bij de snelheid van ontwatering. Dit wordt bevestigd door het feit een correlatie bestaat tussen de mate van thixotropie en de AZT, CST, specifieke filtratieweerstand en MFTid. Zwakke, ijle slibvlokken hebben een grote porositeit en een hoge mate van thixotropie. Deze zwakke, ijle vlokken zorgen bij vorming van een filterkoek voor een grote initiële permeabiliteit en dus een grote filtratiesnelheid. Uit de reologische metingen is tevens naar voren gekomen dat slib pseudoplastisch materiaalgedrag vertoont.

Ook grote deeltjes zorgen voor een grote permeabiliteit door het veroorzaken van grote kanalen tussen de vlokken in de koek. Er is, met name bij slib geflocculeerd met polyelektrolyt, een duidelijke correlatie tussen de mediaan van de diameter en de AZT, CST, specifieke filtratieweerstand, MFTid en thixotropie.

De Slib Volume Index, het ATP-gehalte, de geleidbaarheid en de pH geven geen directe informatie over de mate van ontwaterbaarheid of de optimale flocculatiecondities en zijn wat dat betreft dus niet relevant.

De hoeveelheid ijzerionen of polyelektrolyt in het filtraat geeft waarschijnlijk wel nuttige informatie over de optimale flocculatiecondities. De hoeveelheid ijzerionen in de filtraten tijdens dit onderzoek is echter in alle gevallen zeer laag. De trend is wel aanwezig dat de hoeveelheid ijzerionen in het filtraat minimaal is in de buurt van de optimale flocculatiecondities, maar de verschillen tussen de filtraten onderling zijn niet zo groot. Het is niet gelukt om een bruikbare methode te vinden om de hoeveelheid polyelektrolyt in het filtraat te bepalen.

Acoustoforese is een veelbelovende karakteriseringsmethode. Er kleeft echter een aantal problemen aan, zoals een hoog elektrolytsignaal, die inherent is aan het gemeten slib-FeCl₃ systeem [zie DEEL 2: FLOCCULATIEMECHANISMEN]

Tussen de vier gekarakteriseerde slibben is een aantal verschillen te onderscheiden. Met deze verschillen zijn de verschillen in ontwaterbaarheid voor een groot deel te verklaren. Een opvallend aspect is dat de samenstelling van het slib uit Veghel zodanig is, dat zonder flocculanttoevoeging redelijk grote vlokken aanwezig zijn. Deze vlokken zijn echter zo zwak dat ze al bij kleine afschuif- of drukkrachten worden afgebroken. Voor rechtstreekse ontwate-ring zijn deze vlokken niet sterk genoeg.

Slib geflocculeerd met polyelektrolyt heeft een veel grotere filtratiesnelheid, veel grotere deeltjes en een iets grotere MFTid dan slib geflocculeerd met $FeCl_3$ en Ca(OH)₂. Bij flocculatie van slib met polyelektrolyt worden grote, ijle vlokken gevormd, waardoor bij filtratie aanvankelijk grote kanalen in de filterkoek ontstaan. Hierdoor is de filtratiesnelheid groot. Als de filtratiefase overgaat in de expressiefase worden de vlokken sterker samengeperst dan de stevigere vlokken van slib geflocculeerd met $FeCl_3$ en Ca(OH)₂. Hierdoor ontstaan kleinere kanalen in de koek en is de MFTid van slib geflocculeerd met polyelektrolyt iets groter dan de MFTid van slib geflocculeerd met $FeCl_3$ en Ca(OH)₂.

8.2 Aanbevelingen

- In dit onderzoek is vooral de dosering flocculant gevarieerd. Het is de moeite waard een onderzoekje uit te voeren, waarbij de roertijd gevarieerd wordt bij een constante dosering polyelektrolyt (bij voorkeur de praktijkdosering en/of de optimale dosering). De belangrijkste karakteriseringexperimenten moeten dan met een grote reeks roertijden uitgevoerd worden. Zo kunnen de optimale mengcondities bepaald en in de praktijk toegepast worden. Er wordt tevens meer informatie verkregen over het verloop van de flocculatie.
- Wanneer nog eens een onderzoek als dit uitgevoerd wordt, is sterk aan te raden om ook de permeabiliteit en porositeit van de filterkoek synchroon met de andere parameters te bepalen. De gemiddelde permeabiliteit en forositeit van de slibkoek kan worden bepaald met de compressie-permeabiliteitscel (zie paragraaf 2.7.3, DEEL 1, DEEL 3 en DEEL 4).
- Voor enkele karakteriseringsmethoden uit dit onderzoek is het nuttig om ze verder te ontwikkelen. Het betreft vooral de methode van "Image Analysing", het bepalen van de hoeveelheid polyelektrolyt in het filtraat en acoustoforese. Voor de laatste methode dient eerst een aparte studie uitgevoerd te worden, zodat de theorie waar de methode op is gebaseerd duidelijker wordt en de metingen volledig juist geïnterpreteerd kunnen worden.
- De repoduceerbaarheid en nauwkeurigheid van karakteriseringsmethodes is, onder andere als gevolg van het niet-modelmatige gedrag van slib, niet bij alle methodes even groot. Het is raadzaam om in ieder geval gegevens hierover te hebben, zodat meetwaarden niet al te voorbarig worden geïnterpreteerd.
- Polyelektrolyten gaan als flocculant voor slib een steeds grotere rol spelen. Dit komt enerzijds door milieu-overwegingen, de benodigde dosering polyelektrolyt is veel lager dan de dosering anorganische flocculanten. Anderzijds door economische overwegingen, polyelektrolyten verlagen de verbrandingswarmte van ontwaterd slib niet. In de toekomst gaat verbranding van ontwaterd slib hoogstwaarschijnlijk steeds meer toegepast worden. Met het oog op deze ontwikkeling is tevens meer inzicht nodig in de verschillen in chemische structuur van verschillende polyelektrolyten, zodat het selecteren van een polyelektrolyt voor ontwatering van een bepaald slib niet slechts een methode is van trial and error.
- Het is aan te raden om, modellen op te stellen voor ontwatering met zeefbandpersen en centrifuges. In de praktijk is weinig fundamentele kennis op dit gebied aanwezig, de dosering flocculant en de mengcondities bij flocculeren zijn als gevolg hiervan vaak niet optimaal. Voor beter begrip van de invloed van flocculatiecondities en modelvorming is het noodzakelijk experimenten uit te voeren in de praktijk.
- Naast kwalitatieve correlaties tussen ontwateringsparameters kunnen, bijvoorbeeld met het SAS-pakket, ook kwantitatieve correlaties bepaald worden.

SYMBOLEN EN AFKORTINGEN

A	dwarsoppervlak	[m ²]
а	constante	[-]
а	deeltjesstraal	[m]
b	constante	[-]
с	concentratie vaste stof	[kg.m ⁻³]
с	geluidssnelheid	[m.s ⁻¹]
Е	elektrische veldsterkte	[V.m ⁻¹]
F(x)	undersize cumulatieve frequentieverdeling	[-]
$F_{ov}(x)$	oversize cumulatieve frequentieverdeling	[-]
f(x)	frequentieverdeling	[m ⁻¹]
Gr	correctiefactor	[-]
K	permeabiliteit	[m ²]
k	plastische viscositeit	[Pa.s]
L	dikte	[m]
L	lengte	[m]
m	massa	[kg]
р	druk	[Pa]
Q	filtraatstroom	[m ³ .s ⁻¹]
R	straal	[m]
R	mediumweerstand	[m ⁻¹]
R _c	koekweerstand	[m ⁻¹]
Re	Reynoldsgetal	[-]
Т	koppel	[N.m]
Т	tijd	[dagen]
t	tijd	[s]
V	volume	[m ³]
v	snelheid	[m.s ⁻¹]
w	massa koek per oppervlakte-eenheid	[kg.m ⁻²]
x	diameter	[m]
<u>Grieks</u>	e symbolen	
α	specifieke koekweerstand	[m.kg ⁻¹]
Ŷ	afschuifsnelheid	[S ⁻¹]
Δ	porositeit	[-]
η	dynamische viscositeit	[Pa.s]
μ	viscositeit	[Pa.s]
ρ	dichtheid	[kg.m
		1000 March 1000

τ	afschuifspanning	[Pa]
Φ	volumefractie	[-]
Ω	hoeksnelheid	[S ⁻¹]
ω	hoeksnelheid	[S ⁻¹]

Afkortingen

AMP	adenosine -5'-monofosfaat
ATP	adenosine-5'-trifosfaat
AZT	afzuigtijd
BZV	biologisch zuurstofverbruik
C	centrifuge
CST	capillary suction time
ds%	drogestofpercentage
EDS	einddrogestof
gr%	gloeirest percentage
i.e.	inwoner equivalent
KFP	kamerfilterpers
MFT	modified filtration test
p.e.	polyelektrolyt
RWZI	rioolwaterzuiveringsinstallatie
SB	slibbelasting
SL	slibleeftijd
SS	surplusslib
SVI	slib volume index
ZBP	zeefbandpers

Indices

0	max
0	bij $\dot{\gamma} = 0$
a	schijnbaar
anorg	anorganische stof
B	Bingham yield
b	beker
cont	continue fase
crit	kritisch
disp	disperse fase
ds	droge stof
eff	effectief

gem	gemiddeld
id	onafhankelijk van de dosering flocculant
krit	kritisch
plas	plastisch
rw	resterend water
s	spindel
S	helling
tot	totaal
v	volume

LITERATUUR

Blom, C., "Inleiding in de reometrie", <u>In</u>: *Inleiding in de Reologie*, Kluwer Technische Boeken (1986).

Campbell, H.W. en Crescuolo, P.J., "The use of rheology for sludge characterization", Wat. Sci. Tech. 14, 475 (1982).

Englmann, E., "Die Bedeutung von Kennwerten zur Charakterisierung der maschinellen fest-flüssig-Trennung von Klärschlamm", Comm. Eur. Communities, EUR 7076, Charact. Treat. Use Sewage Sludge, <u>84</u> (1981).

Gregory, J., "Physical properties", In: Sludge charateristics and behaviour, NATO ASI Series E.66 (J.B. Carberry en A.J. Englande ed.), Martinus Nijhoff Publ. (1983).

Gregory, J., "The action of polymeric flocculants", Proceedings of the Engineering Foundation Conference, Georgia USA (1985).

Heide, B.A. en Kampf, R., "De MFT-methode als kenmerk voor de ontwaterbaarheid van slib", H₂O 11, 339 (1978).

Hilgers, R.J.J.M. en Moerings, P.W., "Deeltjeskarakterisering van geflocculeerd slib met behulp van de Malvern, de Labtec en de Sedimentatiebalans", *Proceskunde 3 verslag Technische Universiteit Eindhoven* (1990).

Knocke, W.R. en Wakeland, D.L., "Fundamental characteristics of water treatment plant sludges", Jour. AWWA 75, 516 (1983).

La Heij, E.J. en Jansen, P., Persoonlijke notities (1991-1993).

Lotito, V., Mininni, G. en Spinosa, L., "Models of sewage sludge conditioning", Wat.Sci. Tech. 22, 163 (1990).

Lotito, V. en Spinosa, L., "Sewage sludge conditioning by poly-electrolytes", Filt. Sep. 27, 122 (1990).

Mayer, E. en Cregar, D.E., "Improved dewatering techniques for producing burnable wastes", Adv. Filt. Sep. Technol. 3, 358 (1991).

Technische Universiteit Eindhoven (1993).

Mellema, J., "Inleiding in de dispersiereologie", <u>In</u>: *Inleiding in de Reologie*, Kluwer Technische Boeken (1986).

Miert, J. van en Vlemmix, H., "Invloed van flocculatiemiddelen op het filtratiegedrag van surplusslib", Proceskunde 3 verslag Technische Universiteit Eindhoven (1991).

Mininni, G., Spinosa, L. en Lotito, V., "Cost optimization of sewage sludge filterpressing", Wat. Sci. Tech. 23, 2001 (1993).

Reuter, J.M., "Principles of flocculation with synthetic polymeric flocculants", European-Symposium on Solid-Liquid-Separation L10, Keulen (1992).

Smollen, M., "Dewaterability of municipal sludges 2: Sludge characterization and behaviour in terms of SRF and CST parameters", *Water SA* 12, 133 (1986).

Sonntag, R.C. en Russel, W.B., "Structure and breakup of flocs subjected to fluid stresses; 1. Shear experiments", J. Colloid Interface Sci. 113, 399 (1986).

STORA-rapport, "Slibontwatering; 1. Aard van de waterbinding in slib (literatuur)", (1981).

STORA-rapport, "Slibontwatering; 2. Slibeigenschappen en resultaten van slibverwerkingsapparatuur (literatuur)", (1981).

STORA-rapport, "Slibontwatering; 4. Zeefbandpersen - slibkarakterisering, keuze en optimaal gebruik van polyelektrolyt (handleiding)", (1982).

STORA-rapport, "Slibontwatering; 6. Filterpersen - slibkarakterisering en optimaal gebruik van anorganische chemicaliën (handleiding)", (1983).

Svarovsky, L., "Characterization of particles suspended in liquids", <u>In</u>: Solid-Liquid Separation (L. Svarovsky ed.), Butterworths (1990).

Svarovsky, L., "Filtration fundamentals", <u>In</u>: Solid-Liquid Separation (L. Svarovsky ed.), Butterworths (1990).

TNO-rapport A100/101, "STORA-project 32: Eigenschappen en ontwatering van slib; fase 2A: Onderzoek aan aëroob gestabiliseerd slib", (1980).

TNO-rapport P91/006, Kampf, R., "Conditioneren en kunstmatige ontwatering van slib", Studiedag Verwerking en Afzet van Zuiveringsslib, Amsterdam (1991).

Welzen, J. van, Proefschrift Technische Universiteit Eindhoven (1989).

Whorlow, R.W., *Rheological Techniques*, Ellis Horwood Limited, John Wiley & sons (1980).













Bijlage 1

Bijlage II
HEMA VOOR DE SLIBKARAKTERISERING
cculanten: - FeCl ₃ in combinatie met Ca(OH) ₂
- polyelectrolyt Rohafloc KF975
- polyelectrolyt dat wordt gebruikt bij de desbetreffende R.W.Z.I.

Doseringen: - optimale concentratie

- te lage concentratie
- te hoge concentratie

Een slibsoort wordt dus op 9 verschillende manieren (9x) geflocculeerd.

Dag 1

- droge-stof gehalte	(puur slib = ongeflocculeerd slib)
- gloeirest	(puur slib)
- ATP-gehalte	(puur slib)
- CST φ10	(puur slib)
- SVI	(puur slib)

 - 44 MFT experimenten ter bepaling van de optimale flocculatiecondities: 12 experimenten voor de conditionering met FeCl₃ en 16 experimenten per polyelektrolyt

Dag 2

- ATP-gehalte	(puur slib)
- SVI	(puur slib)
- MFT	(9x)
- CST \$\$10	(9x en puur slib)
- drukfiltratie	(9x)
- zêta-potentiaal	(automatische FeCl3-titratie)
- pH	(9x en puur slib)
- geleidbaarheid	(9x en puur slib)
Dag 3	
- ATP-gehalte	(puur slib)
- CST \$10	(puur slib)
- SVI	(puur slib)
- deeltjesgrootteverdeling	(9x en puur slib)
- reologische eigenschappen	(9x en puur slib)
Dag 4	
- rest Fe-ionen in filtraat	(3x)
- rest p.e. in filtraat	(6x)

EXPERIMENTELE BEPALING VAN HET ATP-GEHALTE

Bereiding Tris-buffer

Tris-buffer:	- Tris(hydoxymethyl)aminomethaan C4H11NO3
	M = 121,14 kg/kmol
	- Magnesiumsulfaat MgSO ₄ .7H ₂ 0
	M = 246,48 kg/kmol
	- EDTA (EthyleenDinitriloTetraAzijnzuur) C10H16N2O8
	M = 292.25 kg/kmol
Aanmaken:	- 0,05 M Tris
	- 0,005 M MgSO ₄ .7H ₂ O
	- 0,0025 M EDTA
Afwegen:	- 6,057 g Tris
	- 1,232 g MgSO ₄ .7H ₂ O
	- 0,731 g EDTA

Het geheel oplossen in ongeveer 950 ml water. Aanzuren met ijsazijn tot pH = 7,75. Aanvullen tot 1 liter.

Monsterbereiding

- 40 ml Tris-buffer in 150 ml bekerglas.
- Slib 1:20 verdunnen met ATP-vrij water. Een hoeveelheid (0,5 1 ml) verdund slib nemen en toevoegen aan de kokende Trisbuffer. Het mengsel 4 minuten laten koken, af laten koelen en in een maatkolf verdunnen tot 100 ml.

Deze oplossing is stabiel gedurende 4 uur.

- Voor de meting moet de oplossing een temperatuur hebben van 20 30 °C.
- 100 μl van het mengsel pipetteren in de LUMACUVETTE. 100 μl LUMIT PM toevoegen. Integreren over 10 s en X_a aflezen. Het ATP-gehalte bepalen met behulp van een log/log calibratiecurve (10⁻⁷ - 10⁻¹⁰ M ATP)











SAS-PROGRAMMA VOOR DRUKFILTRATIE

- * SAS-programma voor berekenen van een filtratieweerstand;
- * volgens de vergelijking van Darcy;

goptions device=ps2ega;

title1 f=swissl h=1.5 'Drukfiltratie Mierlo slib 19-01-93'; title2 f=swissl h=1.5 '5% FeCl3, 20% Ca(OH)2';

data meet;

- * meet: inlezen en omrekenen van de meetgegevens;
- * de meetgegevens worden als ascifile van een diskette gelezen;

```
legenda='Experiment';
```

infile 'a:\druk\fe05.cor';

input tijdmin massfilt;

tijdcorr=tijdmin-0.064;

t=tijdcorr*60;

```
V = massfilt/0.998;
```

```
V2 = V*V;
```

```
Va = 1e - 6*V/3.8e - 3;
```

s=t/V;

```
* tijdcorr = filtratietijd in minuten;
```

```
* t = tijd in seconden;
```

```
* massfilt = massa filtraat in g;
```

* V = filtraatvolume in ml;

* Va = filtraatvolume per eenheid van oppervlak in m;

run;

data selectie;

set meet;

* selecteren van meetpunten tot breuk;

where (t > 0) and (t < 180);

run;

* params: bepalen en invoeren van alle parameters nodig voor;

* het model;

proc reg data=selectie outest=params;

- * bepalen van een fit volgens t=B1*V+B2*V*V die de;
- * meetwaarden het best benadert;

```
Bijlage V
```

```
model t = V V2/r noint;
 output out=results p = yber r = residual;
run;
data params;
 set params;
 B1 = V;
 B2 = V2;
 keep B1 B2;
run:
data params;
 set params;
   * invoeren van parameters;
 * drukval
                 [Pa];
                          dp = 2e5;
 * droge stofgehalte [kg/m3]; c=24;
 * viscositeit
                 [Pa s]; m = 1e-3;
 * 2 * opp.kw.
                            AA=2.96e-5;
                    [m4];
                 [m2];
                         A=3.8e-3;
 * opp.
   * berekenen specifieke filtratieweerstand en mediumweerstand;
 alfa = (B2*le12*AA*dp)/(m*c);
 rm = (B1*A*dp*1e6)/m;
run;
proc print;
 var alfa rm;
run:
data params;
 set params;
 legenda='Model';
 do V = 0 to 72 by 0.2;
    * model volgens Darcy;
  t = alfa*m*c*V*V*1e-12/(AA*dp) + m*rm*V*1e-6/(A*dp);
   s = alfa*m*c*V*1e-12/(AA*dp) + m*rm*1e-6/(A*dp);
  output;
 end;
run;
data totaal;
```

* samenvoegen van de datasets 'meet' en 'params';

```
Bijlage V
```

```
set meet params;
run;
proc gplot data=totaal;
 * uitprinten van de gemeten filtratiecurve en de curve volgens de vergelijking van;
 * Darcy;
plot V*t=legenda/grid vaxis=axis1 haxis=axis2;
label t='tijd (s)'
 V='filtraatvolume (ml)';
axis1 label=(a=90 r=0 h=1 f=swiss1) length=10 cm;
axis2 label=(h=1 f=swiss1) length=15 cm;
symbol1 v=point c=green i=none;
symbol2 v=none i=join 1=1 c=red;
run;
```

```
proc gplot data=totaal;
```

* uitprinten van t/V tegen V voor de meetwaarden en voor de vergelijking van Darcy; plot s*V=legenda/grid vaxis=axis1 haxis=axis2;

label s='t/V (s/ml)'

```
V='filtraatvolume (ml)';
```

axis1 label=(a=90 r=0 h=1 f=swissl) length=10 cm;

axis2 label = (h=1 f=swissl) length = 15 cm;

symbol1 v=point c=green i=none;

symbol2 v=none i=join l=1 c=red;

```
run;
```

```
Bijlage VI
```

SAS-PROGRAMMA VOOR REOLOGIE

* SAS-programma voor het berekenen van het oppervlak tussen twee krommen als een;

* maat voor de thixotropie bij reologische experimenten;

data meet;

```
* De meetwaarden worden ingelezen als een dataset;
infile 'a:\reol0306\fe12.dat';
input x y1 y2;
label x='snelheid (1/s)'
y1='tau (Pa)';
run;
```

```
data dumpie;
set meet;
y1next=y1;
y2next=y2;
xnext=x;
keep y1next y2next xnext;
run;
```

```
data trapeze;
```

* berekenen van het oppervlakte tussen de twee krommen;

merge meet

```
dumpie(firstobs=2);
int1=(y1+y1next)/2*(xnext-x);
int2=(y2+y2next)/2*(xnext-x);
sumint1+int1;
sumint2+int2;
opp=sumint1-sumint2;
run;
```

```
data printen;
set trapeze;
keep x y1 y2 sumint1 sumint2 opp;
label opp='thix (W/m3)';
run;
```

proc print;

run;

goptions device=ps2ega; proc gplot data=printen; * uitprinten van het reogram; plot y1*x y2*x / overlay grid vaxis=axis1 haxis=axis2; axis1 length=10 cm; axis2 length=15 cm; symbol1 v=point c=red l=1 i=join; symbol2 v=point c=green l=2 i=join; title1 f=swiss h=1.5 'Reogram Adam slib 3-6-93'; title2 f=swiss h=1.5 '12% FeCl3 20% Ca(OH)2'; run;

SAS-PROGRAMMA VOOR DE DEELTJESGROOTTEVERDELING

- * SAS-programma voor voor het bepalen van de mediaan van de;
- * deeltjesgrootteverdeling en het bereken van de frequentieverdeling en de cumulatieve;
- * frequentieverdeling;

data inlezen;

* inlezen van de deeltjesoppervlaktes uit een dataset; infile 'a:\dgv\2001puur.cor'; if _n_ = 1 then input #12; input q ar;

drop q;

run;

```
data reken;
```

```
* berekenen van de diameters;
set een;
pi=arcos(-1);
d=2*sqrt(ar/pi);
drop pi;
drop ar;
proc sort;
by d;
run;
```

```
data twee;
```

* invoeren van de verdeling op aantal-basis; set reken nobs=nmax; F=(_n_/nmax);

run;

```
proc univariate data=reken;
```

* berekenen van statistische gegevens waaronder de mediaan;

var d;

```
output out=diam max=dmax;
```

run;

data drie;

if $n_{-} = 1$ then set diam;

Bijlage VII

retain; set twee: run; proc print; run; proc nlin data=drie; * berekenen van de cumulatieve frequentieverdeling met niet-lineaire regressie met; * behulp van de Harris-vergelijking; parameter a = 1 b = 1; $Fb = (1 - (d/dmax)^{**}a)^{**}b;$ Fber=1-Fb; model F=Fber; output out=resul p=Fber r=resid parms=a b; run; data vier; * berekenen van de frequentieverdeling; set resul: ffber = (a*b/dmax)*(d/dmax)**(a-1)*(1-(d/dmax)**a)**(b-1);run; goptions device=ps2ega; proc gplot data=vier; * uitprinten van de cumulatieve frequentieverdeling; plot F*d Fber*d / overlay grid vaxis=axis1 haxis=axis2; title1 f=swissl h=1 'cumulatieve deeltjesgrootteverdeling'; title2 f=swissl h=1'... experiment - model'; title3 f=swissl h=1 'Mierlo slib puur 20-01-93'; symbol1 v = point i = none c = blue;symbol2 v=none l=1 i=join c=red; axis1 label = $(f = swiss1 h = 1 a = 90 r = 0 'deeltjesfractie {-}')$ length = 10 cm;axis2 label = $(f = swissl h = 1 'deeltjesdiameter {um}')$ order=0 to 60 by 10 length = 15 cm;

run;

proc gplot data=vier;

* uitprinten van de frequentieverdeling;

plot ffber*d / grid vaxis=axis1 haxis=axis2;

title1 f=swissl h=1.5 'deeltjesgrootteverdeling';

title2 f=swissl h=1.5 'frequentie distributie';

title3 f=swissl h=1 'Mierlo slib puur 20-01-93';

symbol v=none l=1 i=join c=red;

axis1 label=(f=swissl h=1 a=90 r=0 'deeltjesfractie {1/um}')

```
length = 10 cm;
```

```
axis2 label=(f=swissl h=1 'deeltjesdiameter {um}')
```

order = 0 to 60 by 10

length = 15 cm;

run;
Appendix

Karakterisering van slibben

INHOUDSOPGAVE

Mengslib uit Mierlo

M1 t/m M13

Getallen:

Droge-stof gehalte	M1
Gloeirest	M1

Tabellen:

Flocculanten	M1
SVI, ATP-gehalte en CST van ongeflocculeerd slib op	
dag 1, 2 en 3	M1
Geleidbaarheid, pH en hoeveelheid FeCl3 in het filtraat	M2
MFT met geflocculeerd slib	M2
CST, specifieke filtratieweerstand α , mediaan van de	
diameter en mate van thixotropie	M3

Grafieken:

SVI, ATP-gehalte en CST van ongeflocculeerd slib op	
dag 1, 2 en 3	M4
MFT met FeCl ₃ als flocculant	M5
MFT met Rohafloc KF975 als flocculant	M6
MFT met Nalco 41/62 als flocculant	M7
CST van geflocculeerd slib	M8
Specifieke filtratieweerstand α van geflocculeerd slib	M9
Mediaan van de diameter van geflocculeerd en ongeflocculeerd slib	M10
Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, ongeflocculeerd slib en	
flocculant: FeCl ₃	M11
Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: Rohafloc KF975	M11
Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: Nalco 41/62	M12
Mate van thixotropie met FeCl ₃ als flocculant en van	
ongeflocculeerd slib	M13
Reogram van slib geflocculeerd met 45 g/kg ds FeCl ₃	M13

Uitgegist slib uit Amsterdam-oost

A1 t/m A13

Getallen:

A1
A1

Tabellen:

Flocculanten	A1
SVI, ATP-gehalte en CST van ongeflocculeerd slib op	
dag 1, 2 en 3	A1
Geleidbaarheid, pH en hoeveelheid FeCl ₃ in het filtraat	A2
MFT met geflocculeerd slib	A2
CST, specifieke filtratieweerstand α , mediaan van de	
diameter en mate van thixotropie	A3

Grafieken:

SVI, ATP-gehalte en CST van ongeflocculeerd slib op	
dag 1, 2 en 3	A4
MFT met FeCl ₃ als flocculant	A5
MFT met Rohafloc KF975 als flocculant	A6
MFT met Zetag 63 als flocculant	A7
CST van geflocculeerd slib	A8
Specifieke filtratieweerstand α van geflocculeerd slib	A9
Mediaan van de diameter van geflocculeerd slib	A10
Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: FeCl ₃	A11
Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: Rohafloc KF975	A11
Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: Zetag 63	A12
Mate van thixotropie met FeCl ₃ als flocculant en van	
ongeflocculeerd slib	A13
Reogram van slib geflocculeerd met 50 g/kg ds FeCl ₃	A13

Oxidatieslootslib uit Veghel

V1 t/m V13

Getallen:

Droge-stof gehalte	V1
Gloeirest	V1

Tabellen:

Flocculanten	V1
SVI en CST van ongeflocculeerd slib op dag 1, 2 en 3	V1
Geleidbaarheid, pH en hoeveelheid FeCl ₃ in het filtraat	V2
MFT met geflocculeerd slib	
CST, specifieke filtratieweerstand α , mediaan van de	
diameter en mate van thixotropie	V3

Grafieken:

SVI en CST van ongeflocculeerd slib op dag 1, 2 en 3	V4
MFT met FeCl ₃ als flocculant	V5
MFT met Rohafloc KF975 als flocculant	V6
MFT met Superfloc C496 als flocculant	V7
CST van geflocculeerd slib	V8
Specifieke filtratieweerstand α van geflocculeerd slib	V9
Mediaan van de diameter van geflocculeerd en ongeflocculeerd slib	V10
Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, ongeflocculeerd slib en	
flocculant: FeCl ₃	V11
Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: Rohafloc KF975	V11
Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: Superfloc C496	V12
Mate van thixotropie met FeCl3 als flocculant en van	
ongeflocculeerd slib	V13
Reogram van slib geflocculeerd met 50 g/kg ds FeCla	V13

Oxidatieslootslib uit Lage Zwaluwe

L1 t/m L11

Getallen:

Droge-stof gehalte	L1
Gloeirest	L1
Tabellen:	
Flocculanten	L1
SVI en CST van ongeflocculeerd slib op dag 1, 2 en 3	L1
pH en hoeveelheid FeCl ₃ in het filtraat	L2
MFT met geflocculeerd slib	L2
CST, specifieke filtratieweerstand α , mediaan van de	
diameter en mate van thixotropie	L3
Grafieken:	

SVI en CST van ongeflocculeerd slib op dag 1, 2 en 3 L4 L5 MFT met FeCl₃ als flocculant MFT met Rohafloc KF975 als flocculant L6 CST van geflocculeerd slib L7 Specifieke filtratieweerstand α van geflocculeerd slib L8 L9 Mediaan van de diameter van geflocculeerd en ongeflocculeerd slib Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, ongeflocculeerd slib en flocculant: FeCl₃ L10 Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: Rohafloc KF975 L10 Reogram van slib geflocculeerd met 50 g/kg ds FeCl₃ L11

MENGSLIB UIT MIERLO

Droge-stof gehalte

2,6 %

Gloeirest

25 %

Flocculanten

flocculant	concentratie	conc. Ca(OH) ₂	roertijd
	(g/kg ds)	(g/kg ds)	(\$)
FeCl ₃	45	200	standaard
FeCl ₃	90	200	standaard
FeCl ₃	270	200	standaard
Rohafloc KF975	4,5	-	10
Rohafloc KF975	9	-	80
Rohafloc KF975	27	-	80
Nalco 41/62	4,5	-	10
Nalco 41/62	18	-	20
Nalco 41/62	35	-	80

SVI, ATP-gehalte en CST van ongeflocculeerd slib op dag 1, 2 en 3

dag	SVI	ATP-gehalte	CST
	(ml)	(µg/mg ds)	(s)
1	89	11	620
2	73	14	880
3	71	18	470

flocculant	concentratie	geleidbaarheid	pH	conc.FeCl ₃ .10 ⁶
	(g/kg ds)	(Ω ⁻¹ .m ⁻¹)	(-)	(mol/l)
geen	-	0,168	6,35	-
FeCl ₃	45	0,78	12,38	1,1
FeCl ₃	90	0,82	12,32	1,4
FeCl ₃	270	1,00	11,46	5,3
Rohafloc	4,5	0,142	6,68	-
Rohafloc	9	0,141	6,67	
Rohafloc	27	0,151	6,59	-
Nalco	4,5	0,144	6,57	-
Nalco	18	0,145	6,54	-
Nalco	35	0,144	6,59	-

Geleidbaarheid, pH en hoeveelheid FeCl3 in het filtraat

MFT met geflocculeerd slib

flocculant	concentratie	AZT	MFTds	MFTid	MFTrw
	(g/kg ds)	(s)	(%)	(g/g)	(%)
FeCl ₃	45	50	25,2	3,1	7,9
FeCl ₃	90	34	25,3	3,1	8,1
FeCl ₃	270	210	20,5	4,2	11,0
Rohafloc	4,5	5	26,2	2,6	5,4
Rohafloc	9	4	27,4	2,5	5,3
Rohafloc	27	19	25,9	2,7	5,6
Nalco	4,5	11	21,1	3,3	6,8
Nalco	18	15	22,9	3,0	6,2
Nalco	35	25	23,4	2,9	6,1

flocculant	concentratie	CST	α.10-12	mediaan	thixotr.
	(g/kg ds)	(s)	(m/kg)	(µm)	(W.m ⁻³)
geen	-	660	*	4,8	100
FeCl ₃	45	23	5,9	9,4	520
FeCl ₃	90	17	3,0	8,2	450
FeCl ₃	270	26	14,6	7,6	390
Rohafloc	4,5	7,2	0,47	89	-
Rohafloc	9	6,7	0,53	94	-
Rohafloc	27	10,5	2,3	95	
Nalco	4,5	9,0	16,5	500	
Nalco	18	6,5	0,32	670	-
Nalco	35	13,0	2,3	710	-

CST, specifieke filtratieweerstand α , mediaan van de diameter en mate van thixotropie



SVI, ATP-gehalte en CST van ongeflocculeerd slib op dag 1, 2 en 3



MFT met Rohafloc KF975 als flocculant





CST van geflocculeerd slib



Specifieke filtratieweerstand a van geflocculeerd slib





Mediaan van de diameter van geflocculeerd en ongeflocculeerd slib



Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, ongeflocculeerd slib en flocculant: FeCl3

Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: Rohafloc KF975



deeltjesdiameter {um}



Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: Nalco 41/62

deeltjeediameter {um}

M12





M13

UITGEGIST SLIB UIT AMSTERDAM-OOST

Droge-stof gehalte

2,4 %

Gloeirest

35 %

Flocculanten

flocculant	concentratie (g/kg ds)	conc. Ca(OH) ₂ (g/kg ds)	roertijd (s)
FeCl ₃	50	400	standaard
FeCl ₃	100	400	standaard
FeCl ₃	300	400	standaard
Rohafloc KF975	5	-	5
Rohafloc KF975	10	-	10
Rohafloc KF975	20	-	80
Zetag 63	5	-	20
Zetag 63	10	-	40
Zetag 63	30	-	80

SVI, ATP-gehalte en CST van ongeflocculeerd slib op dag 1, 2 en 3

dag	SVI	ATP-gehalte	CST
	(ml)	(µg/mg ds)	(s)
1	63	0,31	1030
2	65	2,1	950
3	92	2,3	860

flocculant	concentratie	geleidbaarheid	pН	conc.FeCl ₃ .10 ⁶
	(g/kg ds)	(Ω ⁻¹ .m ⁻¹)	(-)	(mol/l)
geen	-	0,54	7,38	-
FeCl ₃	50	0,77	11,61	0,9
FeCl ₃	100	0,82	11,51	0,0
FeCl ₃	300	1,13	9,81	0,5
Rohafloc	5	0,47	7,50	-
Rohafloc	10	0,47	7,44	-
Rohafloc	20	0,47	7,61	-
Zetag	5	0,46	7,51	-
Zetag	10	0,46	7,51	*
Zetag	30	0,47	7,53	-

Geleidbaarheid, pH en hoeveelheid FeCl3 in het filtraat

MFT met geflocculeerd slib

flocculant	concentratie	AZT	MFTds	MFTid	MFTrw
	(g/kg ds)	(s)	(%)	(g/g)	(%)
FeCl ₃	50	110	25,2	3,9	9,3
FeCl ₃	100	65	24,8	4,0	9,6
FeCl ₃	300	34	23,2	4,4	10,6
Rohafloc	5	8	17,3	4,4	8,5
Rohafloc	10	20	20,7	3,2	6,2
Rohafloc	20	12	18,1	4,3	8,2
Zetag	5	10	15,8	4,7	9,0
Zetag	10	3	18,6	3,8	7,4
Zetag	30	23	17,8	4,1	7,9

flocculant	concentratie	CST	$\alpha . 10^{-12}$	mediaan	thixotr.
	(g/kg ds)	(s)	(m/kg)	(μm)	(W.m ⁻³)
geen	-	950	125	-	90
FeCl ₃	50	35	6,1	7,3	390
FeCl ₃	100	23	3,4	5,5	790
FeCl ₃	300	17,8	2,7	6,9	210
Rohafloc	5	7,1	0,77	54	+
Rohafloc	10	6,5	3,8	43	-
Rohafloc	20	8,2	0,59	73	-
Zetag	5	9,4	1,19	51	-
Zetag	10	7,4	0,16	≥ 100	-
Zetag	30	17,5	0,20	110	-

the second	CST, specifieke	filtratieweerstand α	, mediaan van	de diameter en	mate van	thixotropie
---	-----------------	-----------------------------	---------------	----------------	----------	-------------



MFT met FeCl₃ als flocculant



MFT met Rohafloc KF975 als flocculant



MFT met Zetag 63 als flocculant



CST van geflocculeerd slib



Specifieke filtratieweerstand α van geflocculeerd slib



Mediaan van de diameter van geflocculeerd slib

Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: FeCl3

deeltjeediameter {um}

Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: Rohafloc KF975

deeltjesdiameter {um}

Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: Zetag 63

deeltjeediameter {um}

A12

Mate van thixotropie met FeCl₃ als flocculant en van ongeflocculeerd slib

conc. FeCl, (g/kg ds)

Reogram van slib geflocculeerd met 50 g/kg ds FeCl3

snelheid (1/s)

OXYDATIESLOOTSLIB UIT VEGHEL

Drogestofgehalte

3,2 %

Gloeirest

33 %

Flocculanten

flocculant	concentratie	conc. Ca(OH) ₂	roertijd
	(g/kg ds)	(g/kg ds)	(s)
FeCl ₃	50	200	standaard
FeCl ₃	100	200	standaard
FeCl ₃	300	200	standaard
Rohafloc KF975	5	-	5
Rohafloc KF975	10	-	10
Rohafloc KF975	30	-	40
Superfloc C496	5	-	10
Superfloc C496	10	-	20
Superfloc C496	30	-	80

SVI en CST van ongeflocculeerd slib op dag 1, 2 en 3

dag	SVI	CST
	(ml)	(s)
1	155	115
2	130	140
3	160	120

flocculant	concentratie	geleidbaarheid	pH	conc.FeCl ₃ .10 ⁶
	(g/kg ds)	(Ω ⁻¹ .m ⁻¹)	(-)	(mol/l)
geen	-	0,21	6,50	-
FeCl ₃	50	0,79	11,80	4,3
FeCl ₃	100	0,96	11,65	0,9
FeCl ₃	300	1,75	8,05	4,4
Rohafloc	5	0,18	6,43	-
Rohafloc	10	0,19	6,40	1
Rohafloc	30	0,20	6,40	-
Superfloc	5	0,20	6,38	-
Superfloc	10	0,20	6,49	-
Superfloc	30	0,21	6,50	-

Geleidbaarheid, pH en hoeveelheid FeCl3 in het filtraat

MFT met geflocculeerd slib

flocculant	concentratie (g/kg ds)	AZT (s)	MFTds (%)	MFTid (g/g)	MFTrw (%)
FeCl ₃	100	33	20,0	4,2	13,4
FeCl ₃	300	75	16,1	5,9	18,8
Rohafloc	5	9	15,9	4,7	11,9
Rohafloc	10	8	16,9	4,2	10,8
Rohafloc	30	32	18,1	4,0	10,2
Superfloc	5	145	13,7	5,3	13,6
Superfloc	10	42	15,1	5,0	12,8
Superfloc	30	70	15,8	4,7	12,1

flocculant	concentratie (g/kg ds)	CST (s)	α.10 ⁻¹² (m/kg)	mediaan (μm)	thixotr. (W.m ⁻³)
FeCl ₃	50	40	95	12,3	1610
FeCl ₃	100	14,9	2,3	12,3	1830
FeCl ₃	300	25	4,2	11,8	1550
Rohafloc	5	14	0,28	2500	-
Rohafloc	10	10,6	0,22	960	-
Rohafloc	30	16,0	1,45	450	-
Superfloc	5	*	0,04	4600	-
Superfloc	10	26	7,3	1380	-
Superfloc	30	44	0,39	860	

CST, specifieke filtratieweerstand α , mediaan van de diameter en mate van thixotropie

SVI en CST van ongeflocculeerd slib op dag 1, 2 en 3

19-

V4

MFT met FeCl3 als flocculant





MFT met Superfloc 496 als flocculant



V7

CST van geflocculeerd slib



Specifieke filtratieweerstand a van geflocculeerd slib









Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, ongeflocculeerd slib en flocculant: FeCl3

Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: Rohafloc KF975



deeltjeediameter {um}



Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: Superfloc C496

deeltjeediamster {um}



Mate van thixotropie met FeCl3 als flocculant en van ongeflocculeerd slib

Reogram van slib geflocculeerd met 50 g/kg ds FeCl₃



snelheid (1/s)

OXYDATIESLOOTSLIB UIT LAGE ZWALUWE

Drogestofgehalte

0,9 %

Gloeirest

36 %

Flocculanten

flocculant	concentratie	conc. Ca(OH) ₂	roertijd (s)	
	(g/kg ds)	(g/kg ds)		
FeCl ₃	50	150	standaard	
FeCl ₃	100	150	standaard	
FeCl ₃	250	150	standaard	
Rohafloc KF975	5	-	10	
Rohafloc KF975	10	-	20	
Rohafloc KF975	25	-	40	

SVI en CST van ongeflocculeerd slib op dag 1, 2 en 3

dag	SVI	CST
	(ml)	(s)
1	205	28
2	205	30
3	200	31

flocculant	concentratie	pН	conc.FeCl ₃ .10 ⁶ (mol/l)	
	(g/kg ds)	(-)		
geen	-	6,90	-	
FeCl ₃	50	10,75	0,2	
FeCl ₃	100	9,95	0,6	
FeCl ₃	250	7,30	4,6	
Rohafloc	5	7,35	9	
Rohafloc	10	7,25	-	
Rohafloc	25	6,90	-	

pH en hoeveelheid FeCl3 in het filtraat

MFT met geflocculeerd slib

flocculant	concentratie	AZT	MFTds	MFTid	MFTrw (%)
	(g/kg ds)	(s)	(%)	(g/g)	
FeCl ₃	50	60	23,6	3,6	3,3
FeCl ₃	100	18	24,2	3,6	3,3
FeCl ₃	250	28	20,3	4,4	4,0
Rohafloc	5	6	20,3	3,8	2,8
Rohafloc	10	80	18,9	4,3	3,1
Rohafloc	25	8	23,7	3,2	2,3

flocculant	concentratie	CST	α.10 ⁻¹²	mediaan	thixotr.
	(g/kg ds)	(s)	(m/kg)	(μm)	(W.m ⁻³)
geen	1. B.	30	-	8,5	0
FeCl ₃	50	15,1	11,2	8,2	0
FeCl ₃	100	9,2	2,9	6,3	0
FeCl ₃	250	12,5	4,9	6,7	0
Rohafloc	5	6,0	0,4	67	-
Rohafloc	10	7,4	49	69	-
Rohafloc	25	7,5	59	61	->

CST, specifieke filtratieweerstand α	, mediaar	van de dia	ameter en	mate van	thixotropie
---	-----------	------------	-----------	----------	-------------



L4

MFT met FeCl3 als flocculant



MFT met Rohafloc KF975 als flocculant



CST van geflocculeerd slib



Specifieke filtratieweerstand a van geflocculeerd slib



L8

Mediaan van de diameter van geflocculeerd en ongeflocculeerd slib





Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, ongeflocculeerd slib en flocculant: FeCl3

Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: Rohailoc KF975



deeltjeediameter {um}



snelheid (1/s)

PUBLIKATIEREEKS "TOEKOMSTIGE GENERATIE RIOOLWATERZUIVERINGSINRICHTINGEN RWZI 2000"

- "Behandeling van stedelijk afvalwater in de toekomst"
 Een haalbaarheidsonderzoek. I. Eindrapport II. Werkrapport
 RIZA, TNO-Maatschappelijke Technologie en Witteveen & Bos Raadgevende ingenieurs
 Juli 1986
- 2 "Toekomstige generatie rioolwaterzuiveringsinrichtingen; RWZI 2000" Onderzoekplan RIZA, STORA Januari 1988
- 3 "Jaarverslag 1988" RIZA, STORA Maart 1989
- 4 "Slibontwatering; een voorstudie" TU-Delft, TU-Eindhoven RWZI 2000 89-01 Januari 1989
- 5 "Knelpunten bij de invoering van defosfatering" Witteveen & Bos Raadgevende ingenieurs RWZI 2000 89-02 April 1989
- Selectieve verwijdering van zware metalen uit ruw rioolwater met behulp van een magneetsysteem"
 Smit-Nymegen, TNO-Maatschappelijke Technologie
 RWZI 2000 89-03
 Oktober 1989
- 7 "Verwijdering van zware metalen uit zuiveringsslib door elektrolyse" TNO-Maatschappelijke Technologie RWZI 2000 89-04 Oktober 1989

¹ Te bestellen bij: STOWA, Postbus 8090, 3503 RB Utrecht tel. 030-321199

- 8 "Hydrolyse van zuiveringsslib in combinatie met anaërobe vergisting" TNO-Maatschappelijke Technologie RWZI 2000 89-05 Oktober 1989
- 9 "Het drogen van zuiveringsslib met het Carver-Greenfieldproces" TNO-Maatschappelijke Technologie, Witteveen & Bos Raadgevende ingenieurs RWZI 2000 89-06 December 1989
- 10 "Natte oxydatie van zuiveringsslib met het Vertech-systeem" TNO-Maatschappelijke Technologie, Witteveen & Bos Raadgevende ingenieurs RWZI 2000 89-07 December 1989
- 11 "Symposium "RWZI 2000" d.d. 5 oktober 1989" RIZA, STORA RWZI 2000 89-08 December 1989
- 12 "Jaarverslag 1989" RIZA, STORA RWZI 2000 90-01 Maart 1990
- "AB-Systemen; een inventarisatie" DHV Raadgevend Ingenieursbureau BV RWZI 2000 90-02 September 1990
- 14 "Vergisting van aëroob gestabiliseerd slib" DHV Raadgevend Ingenieursbureau BV RWZI 2000 90-03 Augustus 1990
- "Het afleiden van procestechnologische relaties uit bedrijfsgegevens van rwzi's" DHV Raadgevend Ingenieursbureau BV RWZI 2000 90-04 December 1990
- 16 "Automatische regeling van het slibgehalte in beluchtingstanks" Adviebureau BKH RWZI 2000 90-05 September 1990

- 17 "Verkenning Bio-Denitro/Bio-Denipho" Witteveen & Bos Raadgevende ingenieurs RWZI 2000 90-06 Juni 1990
- "Linpor-sponsjes als dragermateriaal bij de aërobe zuivering van rioolwater" TNO-Maatschappelijke Technologie RWZI 2000 90-07 Oktober 1990
- 19 "Jaarverslag 1990" RIZA, STORA RWZI 2000 91-01 Maart 1991
- 20 "Deep Shaft-systemen; een inventarisatie" DHV Raadgevend Ingenieursbureau BV RWZI 2000 91-02 Maart 1991
- 21 "Perspectives for the utilization of membrane-assisted sludge retention in municipal waste water treatment plants" A feasibility study RU-Groningen RWZI 2000 91-03 Juni 1991
- 22 "Jaarverslag 1991" RIZA, STOWA RWZI 2000 92-01 Maart 1992
- "Vergisten van zuiveringsslib; een vergelijking tussen thermofiele en mesofiele slibgisting"
 Haskoning B.V., RIZA, LU-Wageningen, DHV Water B.V.
 RWZI 2000 92-02
 Maart 1992
- "First Dutch-Japanese workshop on the treatment of municipal waste water; 8-11 april 1991, Heelsum, The Netherlands. Part I and part II. RIZA, STOWA, TU-Delft RWZI 2000 92-03 Maart 1992

- "Biologische fosfaatverwijdering in combinatie met een korrelreactor" LU-Wageningen, DHV Water B.V. RWZI 2000 92-04 Augustus 1992
- 26 "Anaërobe behandeling van stedelijk afvalwater in Nederland" Covernota van het uitgevoerde onderzoek 1976 - 1991 LU-Wageningen, Haskoning B.V. RWZI 2000 92-05 Mei 1992
- 27 "Vergaande nutriëntenverwijdering op een zeer laagbelaste aktiefslibinstallatie" Zuiveringsschap Hollandse Eilanden en Waarden, Grontmij N.V. RWZI 2000 92-06 Oktober 1992
- 28 "Ontwikkeling van een slib-op-drager systeem voor de aërobe zuivering van stedelijk afvalwater"
 Fase II: Onderzoek naar de processtabiliteit en optimalisatie van het zuiveringsrendement. TNO-IMW RWZI 2000 92-07 Oktober 1992
- "Behandeling van stedelijk afvalwater met het schachtreactorsysteem"
 V & P Waste Water Management B.V.
 RWZI 2000 92-08
 Juli 1994
- 30 "Stikstofverwijdering uit interne stromen op rwzi's" DHV Water B.V. RWZI 2000 92-09 December 1992
- 31 "Jaarverslag 1992" RIZA, STOWA RWZI 2000 93-01 April 1993

 "Onderzoek demonstratie-installaties magnetische defosfatering" Envimag B.V.
 RWZI 2000 93-02 April 1993

- 33 "Modelvorming en optimalisatie van biologische defosfatering van afvalwater: Microbiële aspekten"
 LU-Wageningen, vakgroep Microbiologie
 RWZI 2000 93-03
 November 1993
- 34 "Jaarverslag 1993" RIZA, STOWA RWZI 2000 94-01 Juli 1994

35 "Fundamentele aspekten van slibontwatering"

Deel 1: Samenvattend verslag

Deel 2: Flocculatiemechanismen

Deel 3: Filtratie-expressie modellering

Deel 4: Filtratie expressie experimenten

Deel 5: Slib-water binding

Deel 6: Karakterisering van slibben

Deel 7: Ontwikkeling nieuw CST-apparaat

Deel 8: Congresbijdragen

TU-Eindhoven, Laboratorium voor Scheidingstechnologie RWZI 2000 94-02

Juli 1994