R94-02/1_slibontwatering-1-samenvattend-verslag

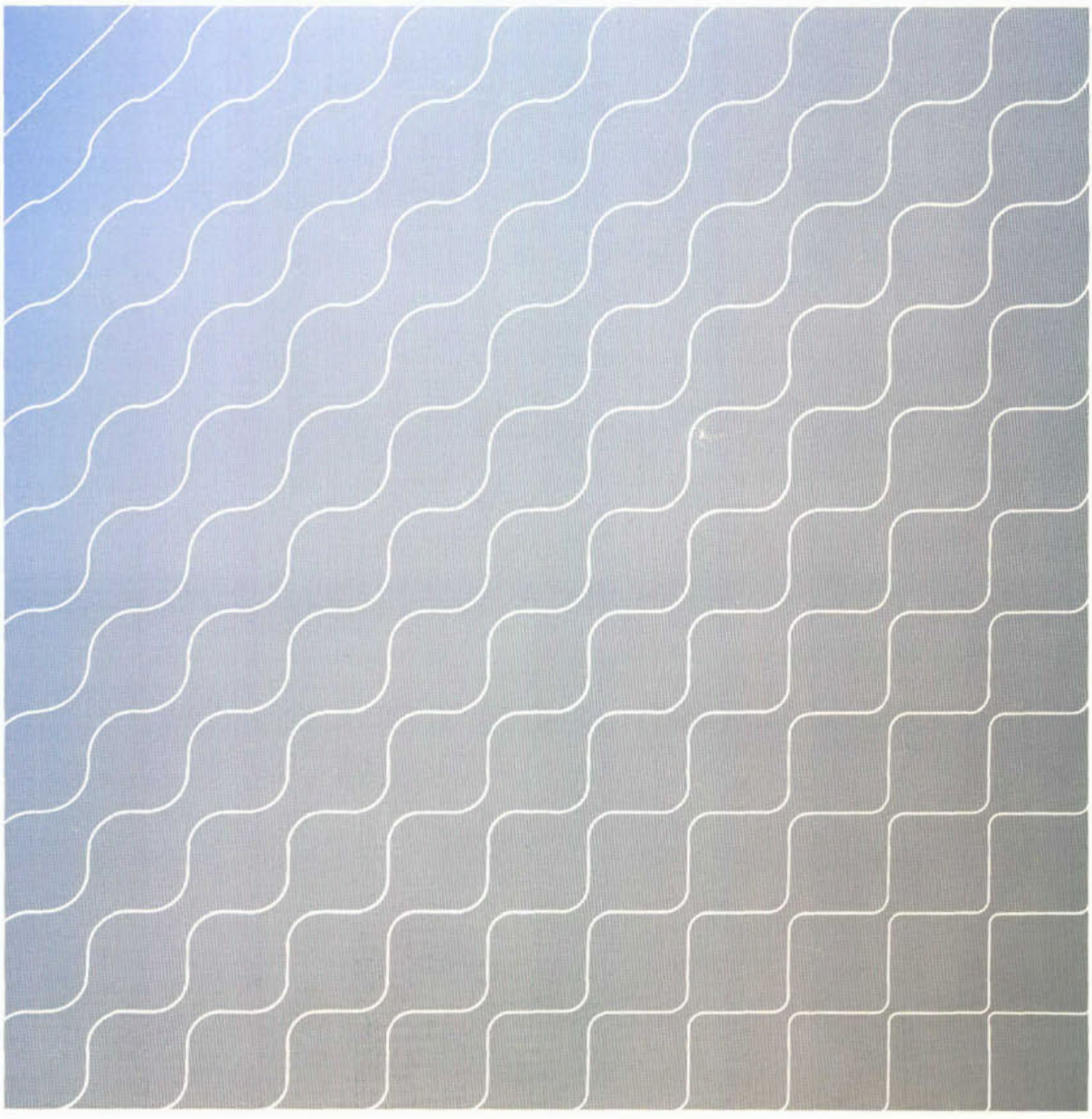
w a t e r -

h t i n g e n

rwzi 2000

FUNDAMENTELE ASPEKTEN VAN SLIBONTWATERING

Deel 1: Samenvattend verslag



RIZA

Rijkswaterstaat
Rijksinstituut voor Integraal Zoetwaterbeheer
en Afvalwaterbehandeling

Postbus 17, 8200 AA Lelystad

stowa

Stichting Toegepast Onderzoek
Waterbeheer

Postbus 8090, 3503 RB Utrecht

Toekomstige generatie rioolwaterzuiveringsinrichtingen RWZI 2000

projectleiding en secretariaat: postbus 17, 8200 AA Lelystad 03200 - 70411

FUNDAMENTELE ASPEKTEN VAN SLIBONTWATERING

Deel 1: Samenvattend verslag

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 onderzoek-programma 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 NMR-apparatuur.

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.

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

SAMENVATTING

Het onderzoek 'Fundamentele Aspecten van Slibontwatering' is in het kader van het onderzoekprogramma RWZI-2000 geïnitiëerd om door een beter begrip van het mechanisch ontwateringsproces van slib op adequate wijze te kunnen inspelen op maatschappelijke en technologische ontwikkelingen. Daarom is in dit onderzoek getracht om te komen tot een zo objectief en zo kwantitatief mogelijke beschrijvingswijze van het slibontwateringsgedrag. Hierbij kunnen de hoofdthema's *Karakteriseringsmethoden voor slib* en *Filtratie/expressie van slib* worden onderscheiden. Enkele belangrijke conclusies worden in deze samenvatting kort toegelicht.

Karakteriseringsmethoden voor slib

In dit onderzoek is een uitgebreide reeks van karakteriseringsmethoden voor slib en slibkoek onderzocht en vervolgens toegepast op vier slibben, afkomstig van vier verschillende rioolwaterzuiveringsinrichtingen (RWZI's). Hieronder volgt een opsomming van alle gemeten grootheden, vaak bepaald als functie van tijd en/of type flocculant en/of dosering van flocculant en/of drukval filterkoek en/of vochtgehalte:

drogestofgehalte	gloeirest	ATP-gehalte
ESA-signaal	ijzerionen concentr. in filtraat	polyelectrolyt concentr. filtraat
deeltjesgrootteverdeling	vloksterkte	SVI
pH	geleidbaarheid	bindingsenthalpie slib/water
droogsnelheid	vriestemperatuur	evenwichts Rel. Vochtigheid
specifieke filtratie weerstand	drogestofgehalte na expressie	compressiecoëfficiënten
permeabiliteit slibkoek	porositeit slibkoek	vochtprofiel in slibkoek
drukprofiel in slibkoek	MFT-afzuigtijd	MFT-einddrogestofgehalte
Capillary Suction Time		

Uit dit onderzoek komen enkele meetmethoden naar voren die in aanmerking komen voor toepassing in de RWZI-praktijk, bijvoorbeeld ter sturing van de flocculantdosering. De twee belangrijkste methoden zijn de *Filtratie-Expressie-Cel* en de *Modified Filtration Test.*

Er blijkt een *optimale flocculantdosering* te bestaan, waarbij de ontwaterbaarheid van het slib maximaal is. Genoemde twee meetmethoden zijn geschikt voor de bepaling van deze optimale dosering. De flocculatie*condities* blijken in zeer sterke mate de ontwaterbaarheid van slib beïnvloeden, veel sterker dan de aangelegde mechanische druk.

Op grond van de gemeten bindingsenthalpie van slib/water kan worden geconcludeerd dat het *theoretisch maximaal haalbare* drogestofgehalte in een mechanisch ontwateringsproces rond de 65-75 gew.% zal liggen. Dit betekent dat het water in slibkoeken, afkomstig uit

praktijkinstallaties, voor ongeveer 90% bestaat uit 'vrij water', d.w.z. niet fysisch/chemisch gebonden water.
De Capillary Suction Test is zodanig gemodificeerd dat de positie van het vloeistoffront continu wordt geregistreerd; als 'capillary suction' materiaal is filtreerpapier vervangen door een poreuze keramische dunne plaat. Tevens is een fysisch model opgesteld, zodat deze methode nu meer zinvolle informatie over de ontwaterbaarheid van (on-)geflocculeerd slib oplevert.

Filtratie en expressie van slib

Voor de beschrijving van het ontwateringsgedrag van slib is een *fysisch-mathematisch model* opgesteld. Het model houdt rekening met de constitutieve eigenschappen van slib, d.w.z. dat zowel locale deformaties als tijdsafhankelijk kruipgedrag van de slibkoek in het model zijn verdisconteerd. Het model is uitvoerig getoetst m.b.v. de Filtratie-Expressie-Cel en de Compressie-Permeabiliteits-Cel. Niet alleen *globale* parameters, zoals het filtraatvolume en het drogestofgehalte, maar ook de *locale* interne parameters van de filterkoeken (gradiënt in porositeit, vochtprofiel, drukprofiel) zijn gevalideerd. Hierbij heeft de *NMR-imaging* techniek voor het meten van vochtprofielen een onmisbare rol gespeeld.
Tijdens de filtratiefase gedraagt de slibkoek zich als een *elastisch* materiaal, terwijl in de expressiefase een *visco-elastisch* materiaalgedrag heerst. Dit visco-elastisch materiaalgedrag veroorzaakt, vooral bij slibben die met poly-electrolyt zijn geflocculeerd, vaak lange ontwateringstijden.
Experimenten wijzen uit dat einddrogestofgehaltes van 40-45 gew.% reeds haalbaar zijn bij mechanisch aangelegde drukken van 3-6 bar. Het kan echter soms enkele uren duren voordat deze waarden zijn bereikt. Bij 60-100 bar zijn drogestofgehaltes tot 60 gew.% mogelijk. Drukverhoging blijkt nauwelijks te leiden tot een *snellere* ontwatering.
Over het algemeen levert slib geflocculeerd met polyelectrolyt hogere einddrogestofgehaltes dan slib geflocculeerd met ijzerchloride/kalk. Daarentegen is de ontwateringstijd van slib geflocculeerd met polyelectrolyt meestal hoger.
Voor het ontwikkelen van apparaatmodellen voor kamerfilter- en membraanpersen, zeefbandpersen en centrifuges vormt het fysisch/mathematisch model in combinatie met enkele belangrijke karakteriseringsmethoden een uitstekende basis.

Behalve dit 8-delige eindrapport heeft dit onderzoek opgeleverd: 7 publicaties/lezingen, 10 afstudeerverslagen, 9 voortgangsrapportages, 3 interne rapporten, 2 bijdragen aan cursussen en tenslotte nog 2 proefschriften in voorbereiding.

RAPPORTAGES EN KENNISOVERDRACHT

Eindrapport (8 delen)

Herwijn, A.J.M., La Heij, E.J., Janssen, P.M.H., Coumans, W.J. en Kerkhof, P.J.A.M., *Fundamentele aspecten van slibontwatering*, Eindrapport Slibontwateringsproject, april 1994

Proefschriften (nog in voorbereiding)

1. La Heij, E.J., *Filtration and Expression of Sewage Sludges*, Proefschrift TUE, 1994
2. Herwijn, A.J.M., *Characterization of Sewage Sludges*, Proefschrift TUE, 1994

Publicaties en Lezingen (zie ook Eindrapport DEEL 8: CONGRESBIJDRAGEN)

1. Kerkhof, P.J.A.M., *Some fundamental aspects of sludge dewatering,* Workshop Sludge Netherlands/Japan, Heelsum, 1991.
2. Herwijn, A.J.M., Coumans, W.J., Kerkhof, P.J.A.M., *Some fundamental aspects of sludge dewatering,* Proceedings of Symposium on Developments in Environmental Technology, Eindhoven, october 1991
3. Herwijn, A.J.M., van Dijke, D.Q.A., La Heij, E.J., Coumans, W.J., Kerkhof, P.J.A.M., *The solid-water bond strength in sewage sludge,* Annual Meeting AIChE, Miami Beach, USA, november 1992.
4. La Heij, E.J., Herwijn, A.J.M., Coumans, W.J., Kerkhof, P.J.A.M., *Filtration and expression behaviour of sewage sludge,* Annual Meeting AIChE, Miami Beach, USA, november 1992.
5. Herwijn, A.J.M., Coumans, W.J., *Characterization of sewage sludges; fundamentals and results,* Workshop Japan-the Netherlands, Miyazaki, Japan, oktober 1993.
6. La Heij, E.J., Kerkhof, P.J.A.M., *Fundamental aspects of sludge filtration and expression,* Workshop Japan-the Netherlands", Miyazaki, Japan, oktober 1993.
7. La Heij, E.J., *Filtratie en persing van zuiveringsslib; modelvorming,* NPT symposium Persfiltratie: de theorie en de praktijk, februari 1994 (alleen als lezing)

Afstudeerverslagen:

1. Berlo, v. M., *Karakterisering van fysische eigenschappen van zuiveringsslib; studie van parameters die van invloed zijn op de ontwaterbaarheid*, augustus 1993.
2. Boon L., *Het flocculatiegedrag van zuiveringsslib*, januari 1992.
3. Dohmen, P.C.J., *De bepaling van de slib-water binding met behulp van thermische analyse technieken,* maart 1992.
4. Dijke, D.v., *Ontwerp en ontwikkeling van een meetopstelling ter bepaling van waterdampsorptie-isothermen*, juni 1992.

5. Meijer, O.G.P., *Modellering van compressibele koekfiltratie*, mei 1993.
6. Pijpers, P.G.W.F., *Mathematische modellering van het filtratiegedrag van zuiveringsslib*, mei 1992.
7. Veldhuizen, A., *Compressiegedrag van zuiveringsslib*, oktober 1991.
8. Verduin, M., *Optimalisatie en modellering van het drainage- en expressiegedrag van zuiveringsslib*, mei 1993.
9. Ijzermans, J.J., *Capillary Suction Time, theorie en praktijk (de modellering en ontwikkeling van een CST-meetinstrument)*, juni 1992.
10. Zande, v.d. A., *Karakterisering van de slib-water binding met behulp van thermische analyse technieken en sorptie-isothermen*, mei 1993.

Voortgangsverslagen

Auteurs: A.J.M. Herwijn, E.J. La Heij, P.M.H. Janssen,

1e voortgangsverslag, maart 1990.
2e voortgangsverslag, juni 1990.
3e voortgangsverslag, november 1990.
4e voortgangsverslag, maart 1991.
5e voortgangsverslag, oktober 1991.
6e voortgangsverslag, april 1992.
7e voortgangsverslag, oktober 1992.
8e voortgangsverslag, februari 1993.
9e voortgangsverslag, oktober 1993.

Interne rapporten

1. Herwijn, A.J.M., La Heij E.J., Janssen P.M.H., interimrapport, juli 1991.
2. Janssen, P.M.H., La Heij, E.J., *Filtratie en expressie van zuiveringsslib*, januari 1992.
3. La Heij, E.J., *Compressible cake filtration: an overview*, september 1991.

Bijdragen aan cursussen

1. Cursus "Slibkarakterisering en slib-water binding"; onderdeel van de PAO-cursus Slibverwerking", maart 1992. Docent: A.J.M. Herwijn.
2. Cursus: "Slibwaterscheiding", onderdeel van de PAO-cursus "Nieuwe ontwikkelingen bij de behandeling van afvalwater", november 1992. Docent: A.J.M. Herwijn.

SAMENVATTING

INHOUDSOPGAVE DEEL 1

1 INLEIDING

1.1 Achtergronden en doelstellingen 1

1.2 Overzicht van onderzochte slibben 3

1.3 Indeling van dit verslag 4

2 KARAKTERISERINGSMETHODEN VOOR SLIB 5

2.1 Overzicht van slibeigenschappen 5

2.2 Opzet van het karakteriseringsonderzoek 5

2.3 Samenstelling 7

2.3.1 Droge stof gehalte en gloeirest 6

2.3.2 ATP gehalte 7

2.4 Colloidale eigenschappen 9

2.4.1 Electrokinetic Sonic Analyzer 9

2.4.2 Ijzerionen concentratie in het filtraat 16

2.4.3 Polyelectrolytconcentratie in het filtraat 17

2.4.4 Deeltjesgrootteverdeling via Image Analysis 18

2.4.5 Vloksterkte uit reogrammen 20

2.4.6 Slibvolume index, pH en geleidbaarheid 23

2.5 Slib/water bindingseigenschappen 23

2.5.1 Inleiding 23

2.5.2 Bindingsenthalpie uit droogcurven (TGA/DTA) 24

2.5.4 Bindingsenthalpie en waterdamp-sorptie-isothermen 27

2.5.3 Bindingsenthalpie uit vriescurven (DSC) 33

2.6 Ontwateringseigenschappen

2.6.1 Inleiding 35

2.6.2 Filtratie-Expressie-Cel 36

specifieke filtratieweerstand

filtratie- en expressiesnelheid

einddrogestofgehalte bij filtratie en expressie

2.6.3 Compressie-Permeabiliteits-Cel 40

compressiecoefficienten

permeabiliteit

porositeit

2.6.4 Modified Filtration Test 42

AZT als maat voor filtratiesnelheid

MFT-ds als maat voor einddrogestofgehalte

2.6.5 Conventionele CST-apparaat 43

capillary suction time als maat voor filtratiesnelheid

2.6.6 Gemodificeerde CST-apparaat 44

filtratiesnelheid

specifieke filtratieweerstand

2.7 Resultaten en evaluatie

2.7.1 Resultaten karakterisering vier slibben 47

2.7.2 Evaluatie van karakteriseringsmethoden 48

2.7.3 Rangorde van karakteriseringsmethoden m.b.t. toepassing in de RWZI-praktijk 51

3 FILTRATIE EN EXPRESSIE VAN SLIB

3.1 Inleiding 53

3.2 Modellering filtratie- en expressiefase 53

3.3 Filtratie- en expressie experimenten 58

3.3.1 Vergelijking van experiment en model 58

3.3.2 Invloed van druk op filtratiegedrag 61

3.3.3 Invloed flocculant op filtratiegedrag 61

3.3.4 Invloed van druk op expressiegedrag 61

3.3.5 Invloed van flocculant op expressiegedrag 64

3.3.6 Invloed van koekdikte op expressiegedrag 65

3.3.7 Invloed van initiele droge stof gehalte op expressiegedrag 66
3.3.8 Sedimentatie 66
3.4 Interne structuur van filterkoeken 66
3.4.1 Profiel van vloeistofdruk in filterkoek 66
3.4.2 Meting porositeitsprofiel in filterkoek via NMR-imaging 68
3.5 Enkele conclusies 71
3.6 Vergelijking tussen laboratorium- en praktijkresultaten 71

4 CONCLUSIES 73
5 AANBEVELINGEN VOOR TOEKOMSTIG ONDERZOEK 77
6 LITERATUUR 79
symbolenlijst
appendix 1: *Kenmerken m.b.t. herkomst onderzochte slibben*
appendix 2: *Werkschema slibkarakterisering*
appendix 3: *Resultaten karakterisering Mierlo-slib*
appendix 4: *Overzicht resultaten karakterisering 4 slibben*

HOOFDSTUK 1 INLEIDING

1.1 Achtergronden en doelstellingen

Bij de zuivering van afvalwater ontstaat zuiveringsslib. Jaarlijks komt in Nederland bij de reiniging van afvalwater 300.000 ton communaal slib op drogestofbasis vrij (CBS, 1991). Begin jaren zeventig werd het zuiveringsslib nog beschouwd als een waardevolle meststof en werd het veelal in natte vorm toegepast in de landbouw. Het toenemende milieubesef leidde eind jaren zeventig tot kwaliteits- en doseereisen voor de nuttige toepassing van slib in de landbouw. Hierdoor, en door het ontstaan van overschotten aan dierlijke meststoffen, werd (mechanische) ontwatering in toenemende mate ingezet voor de verwerking van slib.

Tot voor kort kende het slib verschillende bestemmingen, zoals afzet in de landbouw, bereiding van compost en zwarte grond, storten en verbranden. Toepassing van zuiveringsslib in de landbouw als meststof en de compost/zwarte-grond-bereiding zal sterk verminderen ten gevolge van de normen die gesteld worden aan de toegestane verontreinigingen met zware metalen ("besluit kwaliteit en gebruik van zuiveringsslib als meststof", het zogenaamde BOOM-besluit, Staatsblad 1991 nr. 613) enerzijds en aan de slibdosering anderzijds. Bij het storten volgens de richtlijn "gecontroleerd storten" is de eis dat het drogestofgehalte minimaal 40% bedraagt. Op de lange termijn zal de hoeveelheid te storten zuiveringsslib drastisch gereduceerd worden gelet op het voorgenomen stortverbod van organische stof. Bij verbranding van slib wordt de organische vaste stof geoxydeerd tot tal van vluchtige verbindingen. Het restproduct (as) is ongeschikt voor toepassing in de land- of tuinbouw. De verwachting is dat de produktie van slib in de toekomst onder andere door de groei van de bevolking en een verdergaande zuiveringsgraad van stedelijk afvalwater nog verder zal stijgen. Op korte termijn zal de invoering van defosfatering in 1995 leiden tot een verdere toename van de slibproductie met 20 à 40% drogestof (NVA "slibwijzer", 1991).

Het huidige beleid is er dan ook op gericht om te streven naar:

- een beter beheersbare mechanische slibontwatering,
- verdergaande reductie van volume en massa van het slib,
- lagere jaarlijkse kosten voor de totale slibverwerkingsketen.

Reductie van het slibvolume kan worden bereikt door:

- Vermindering van de slibproduktie.

  Door de vakgroepen Microbiële Fysiologie en Theoretische Biologie van de VU in Amsterdam wordt een fundamenteel onderzoek uitgevoerd naar de vergaande vermindering van de slibproduktie (Eikelboom, 1993).

- Toename van het drogestofgehalte bij mechanische ontwatering.

  Een extra voordeel bij verhoging van het drogestofgehalte is de verlaging van de benodigde energie voor slibverbranding. Boven een drogestofgehalte van 30 à 35% is de slibverbranding een autotherm proces. In Nederland wordt mechanische ontwatering uitgevoerd in kamerfilterpersen, zeefbandpersen en centrifuges.

  In tabel 1 is een overzicht gegeven van de capaciteit en behaalde drogestofgehaltes.

	droge stof	**Volume**		**drogestofgehalte**	
				gemiddelde	
		in	**uit**	**in**	**uit**
	mln kg	**1000 m^3**		**%**	
zeefbandpersen	112,9	3515	553	3,5	21,3
filterpersen	65,1	1957	253	4,0	34,1
centrifuges	17,9	544	104	3,5	21,0
verbranden[1)]	10,4	64	4	16,0	99,9
'geen' ontwatering[2)]	88.0	2380	1969	3,8	4,3

Tabel 1 *Overzicht capaciteit en drogestofgehaltes bij slibverwerkingsprocessen in Nederlandse RWZI's (CBS, 1991).*

1) Deze methode wordt (veelal) voorafgegaan door één der eerder genoemde.

2) In bufferbakken vindt een zekere indikking plaats, waardoor het drogestofgehalte toeneemt.

In de periode van 1979-1983 is door STORA onderzoek verricht naar de mechanische slibontwatering. Het onderzoek omvatte ondermeer literatuurstudie naar de aard van de waterbinding in slib en naar slibeigenschappen en resultaten van slibverwerkingapparatuur. Ook werd onderzoek verricht naar optimalisatie van de werking van zeefbandpersen en

kamerfilterpersen en naar optimalisatie van de slibconditionering. De resultaten van het STORA-onderzoek zijn vastgelegd in een achttal rapporten.

Omdat doorbraken op het gebied van mechanische slibontwatering met de toenmalige, veelal op empirisch onderzoek gebaseerde, inzichten en kennis niet direct te verwachten waren, is in 1990 in het kader van het RWZI-2000 onderzoeksprogramma een fundamenteel onderzoek gestart naar slibontwatering. Een beter fundamenteel begrip van het ontwateringsgedrag kan leiden tot het verbeteren van het proces, zodanig dat hogere drogestofgehaltes kunnen worden bereikt en sneller kan worden ontwaterd bij eenzelfde of hogere capaciteit. Het onderzoek is uitgevoerd in het Laboratorium voor Scheidingstechnologie van de Technische Universiteit Eindhoven. Voorafgaand aan dit onderzoek is in een voorstudie de "state of the art" van slibontwatering vastgelegd [van Dijck et al., 1989]. Op basis van deze voorstudie is een projectvoorstel [Kerkhof en Coumans, 1989] geschreven.

De globale doelstellingen van het onderzoek zijn hierin als volgt geformuleerd:

- Het ontwikkelen van meer inzicht in de fundamentele aspecten van het slibontwateringsproces.
- Het ontwikkelen van karakteriseringsmethoden voor slib en slibkoek, voorzover deze relevant geacht worden voor het ontwateringsgedrag. De ontwikkelde karakteriseringsmethoden dienen te worden getoetst op de toepasbaarheid om het ontwateringsgedrag van zuiveringsslib te kunnen vaststellen. Met behulp van geschikte methoden kan men voor een gegeven slib sneller vaststellen wat het te bereiken drogestofgehalte van de slibkoek zou moeten zijn onder de gegeven condities .
- Het ontwikkelen van een fysisch-mathematisch model voor de beschrijving van het filtratie- en expressiegedrag van zuiveringsslib. De ontwaterbaarheid van zuiveringsslib zal niet alleen bepaald worden door slibeigenschappen maar ook door de wijze waarop het scheidingsproces wordt uitgevoerd. Het blijkt in de praktijk regelmatig voor te komen dat slibontwateringsinstallaties niet die ontwateringsresultaten of -capaciteit behalen waarvan bij het ontwerp was uitgegaan. Ook de ontwateringsresultaten kunnen sterk fluctueren. Modellen waarmee de werking van slib-ontwateringsapparatuur wordt beschreven als functie van slibontwateringseigenschappen en proces- en apparaatparameters kunnen een belangrijk hulpmiddel zijn bij het oplossen van de vermelde problemen. Een fysisch-mathematisch model voor de beschrijving van het ontwateringsgedrag van zuiveringsslib kan als basis dienen voor dergelijke apparaatmodellen.

1.2 Overzicht van onderzochte slibben

Vier verschillende zuiveringslibben afkomstig van vier RWZI's zijn onderzocht:

- actief slib uit Mierlo,

- uitgegist slib uit Amsterdam-Oost,
- oxydatieslootslib uit Veghel,
- oxydatieslootslib uit Lage Zwaluwe.

Incidenteel is in de experimenten ook secundair slib van RWZI Eindhoven gebruikt. In alle gevallen is ongeflocculeerd slib afgetapt op posities vlak vóór de mechanische ontwatering. Het slib is opgeslagen bij 5 °C.

In appendix 1 wordt nader ingegaan op de typische kenmerken van de betreffende RWZI's. De processchema's van de betreffende RWZI's zijn gegeven in DEEL 6: KARAKTERISERING VAN SLIBBEN.

1.3 Indeling van verslag

In hoofdstuk 2 wordt een groot aantal karakteriseringsmethoden besproken en worden enkele typische resultaten gegeven. In hoofdstuk 3 wordt het fysisch-mathematisch model voor het filtratie- en expressiegedrag van zuiveringsslib beschreven. Tevens zijn in dit hoofdstuk resultaten van filtratie- en expressie-experimenten gegeven, die zijn uitgevoerd ter verificatie van het model.

HOOFDSTUK 2 KARAKTERISERINGSMETHODEN VOOR SLIB

2.1 Overzicht van slibeigenschappen

In het kader van dit onderzoek wordt onder slibkarakterisering verstaan het bepalen van eigenschappen van zuiveringsslib die relevant worden geacht voor een beter begrip van het ontwateringsgedrag. Hierbij zijn de volgende eigenschappen van belang:

1. De samenstelling van het slib zoals het *drogestofgehalte*, de *gloeirest* en het *ATP-gehalte*.
2. Colloïd-chemische grootheden.
   - Bij de vast-vloeistof-scheiding is het van belang de interacties tussen de deeltjes onderling te karakteriseren. De *zêta-potentiaal* is een grootheid die informatie geeft over lading en ladingsdichtheid van deeltjes, al dan niet geflocculeerd, over adsorptie van ionen en de colloïdale stabiliteit van dispersies.
   - De *deeltjesgroottеverdeling* van ongeflocculeerde en geflocculeerde suspensies. Door toevoeging van een flocculant aan een slibsuspensie zullen slibvlokken worden gevormd, waardoor de deeltjesgrootteverdeling zal verschuiven naar grotere diameters.
   - *Vloksterkte*. Ten gevolge van stroming worden individuele vlokken blootgesteld aan afschuif- en normaalkrachten. De vloksterkte van een suspensie geeft aan in hoeverre de "netwerkstructuur" bestand is tegen opgelegde krachten.
3. Waterbindingseigenschappen.

   Het handelt hier om eigenschappen die inzicht verschaffen in de slib-water binding. Door fysisch-chemische interacties zal er een binding zijn tussen slibdeeltjes en water. Een belangrijke parameter is de *bindingsenthalpie*, die de extra enthalpie aangeeft die nodig is om vloeibaar water en vaste slibdeeltjes van elkaar te scheiden.
4. Ontwateringseigenschappen.

   De vast-vloeistof scheiding van zuiveringsslib is gebaseerd op het filtratie- en expressieproces (hoofdstuk 3). Belangrijke ontwateringsparameters direct voor praktisch gebruik zijn *specifieke filtratieweerstand* van de slibkoek en de *CST*-waarde, die beiden een maat zijn voor de *filtratiesnelheid*, het *einddrogestofgehalte* van de slibkoek na expressie, de *permeabiliteit* en de *porositeit* van de slibkoek. Voor het hanteren van de theoretische modellen zijn de *(visco)elastische* eigenschappen van de slibkoek nodig.

2.2 De opzet van het karakteriseringsonderzoek

Het gehele karakteriseringsonderzoek is globaal opgesplitst in twee delen: karakterisering van de slib-water binding en karakterisering van fysische eigenschappen. In appendix 2 is het werkschema

voor de slibkarakterisering weergegeven. Elk slib is volgens dit schema gekarakteriseerd. De betreffende slibben zijn op posities vlak vóór de mechanische ontwatering afgetapt.

Van ongeflocculeerd slib zijn elke dag de volgende parameters bepaald om eventuele veranderingen in samenstelling in de tijd te kunnen volgen:

-slibvolume-index,

-ATP-gehalte,

-CST-waarde.

De volgende parameters zijn als functie van de flocculantdosering bepaald:

-geleidbaarheid,

-pH,

-concentratie van de ijzerionen en het polyelectrolyt in het filtraat,

-CST-waarde,

-afzuigtijd (AZT-60),

-einddrogestofgehalte,

-specifieke filtratieweerstand,

-mediaan van de deeltjesgrootteverdeling,

-thixotropie,

-bindingsenthalpie.

Er worden drie doseringen gebruikt per flocculatiemiddel: de optimale dosering, één dosering lager en één dosering hoger dan de optimale. *De optimale flocculatie is de flocculatie waarbij door toevoeging van een bepaalde hoeveelheid flocculant en bij een bepaalde roertijd het hoogste drogestofgehalte van de filterkoek wordt behaald. Het drogestofgehalte wordt bepaald met de MFT-methode en wordt uitgedrukt in een MFT-id, die bij optimale flocculatie minimaal moet zijn*.

Per slibsoort worden drie verschillende flocculanten gebruikt: $FeCl_3/Ca(OH)_2$, het polyelectrolyt Röhm KF975 en het polyelectrolyt dat op de betreffende RWZI wordt gebruikt.

2.3 Samenstelling

2.3.1 *Drogestofgehalte* en *gloeirest*

Het *drogestofgehalte* wordt bepaald door slib te drogen bij 105 °C totdat de massa niet meer afneemt (NEN-norm 6620, Afvalwater en slib). Het *drogestofgehalte* van een monster is gedefinieerd als de hoeveelheid gram drogestof per gram totaal slib.

De gloeirest is de anorganische fractie van de droge stof en wordt bepaald door de droge stof te gloeien bij 600 °C totdat de massa niet meer afneemt (NEN-norm 6620, Afvalwater en slib).

In tabel 2 zijn de *drogestofgehaltes* en *gloeiresten* gegeven van de slibben die zijn onderzocht volgens het schema weergegeven in appendix 2.

De slibben afkomstig van Mierlo, Veghel en Amsterdam passeren eerst een indikker alvorens verder mechanisch ontwaterd te worden. Dit verklaart het hogere drogestofgehalte ten opzichte van Lage-Zwaluwe slib.

Het *drogestofgehalte* van het slib hangt mede af van de verblijftijd in deze indikkers. Slibmonsters afkomstig van de rioolwaterzuivering in Lage Zwaluwe zijn rechtstreeks genomen uit de oxydatiesloot.

slibsoort	**drogestofgehalte (gew. %)**	**gloeirest (% v.d. drogestof)**
Mierlo	2,6	25
Veghel	3,2	33
Amsterdam	2,4	35
Lage Zwaluwe	0,9	36

***Tabel 2** Overzicht van drogestof en gloeirest van de onderzochte slibben.*

De *gloeirest* van het slib afkomstig van Mierlo is beduidend lager dan die van de andere slibben. Dit kan worden verklaard doordat het slib in Mierlo niet wordt gestabiliseerd, waardoor het gehalte aan organische stof hoger is. Door stabilisatie (zowel aëroob als anaëroob) wordt een deel van de organische stof gemineraliseerd.

2.4.2 ATP-gehalte

Een slibvlok kan globaal gesplitst worden in drie delen:

1. Levend en niet levend organisch materiaal,
2. Anorganisch materiaal,
3. Water.

De fractie en soort levende biomassa is sterk afhankelijk van procesomstandigheden. Voor het bepalen van de fractie levende biomassa kan de bepaling van het ATP-gehalte (=Adenosine Tri-

Fosfaat) worden toegepast. ATP komt voor in alle levende cellen; het dient voor de energiehuishouding (energiebuffer) van de cel. ATP is buiten de levende cel niet stabiel. Na celdood wordt ATP snel afgebroken. Het ATP-gehalte is daarom een goede maat voor de hoeveelheid levende biomassa.

De ATP-bepaling is gebaseerd op de luminescentie-reaktie (=lichtproducerende reaktie) van ATP met luciferase. De reaktie kan gevolgd worden door de meting van het geproduceerde licht dat proportioneel is met het ATP-gehalte en dus met het aantal levende organismen.

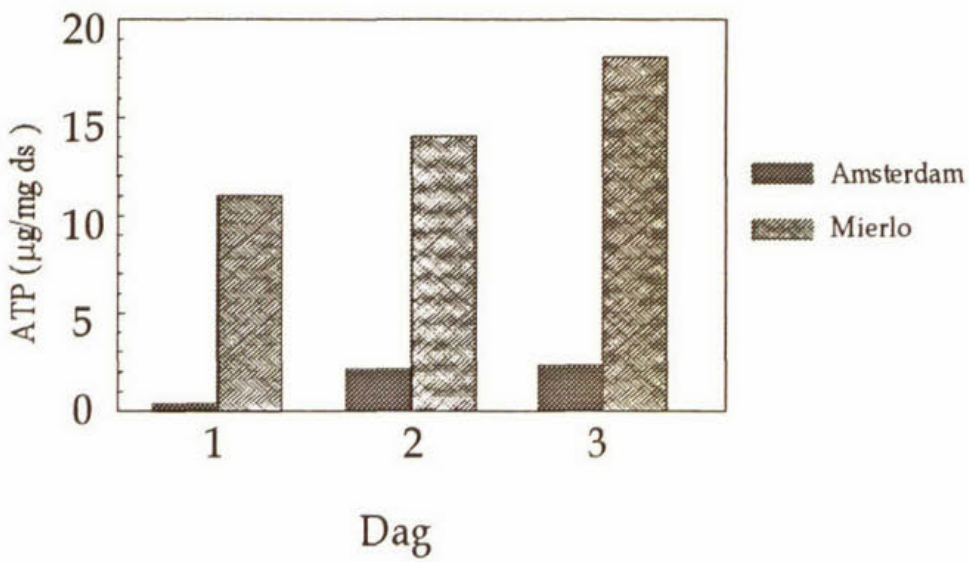
De reaktie verloopt als volgt:

luciferine + luciferase + ATP ——> (luciferine-luciferase-AMP) + pyrofosfaat

katalysator Mg^{2+}

(luciferine-luciferase-AMP) ——> oxyluciferine + luciferase + CO_2 + AMP + **licht**

katalysator O_2



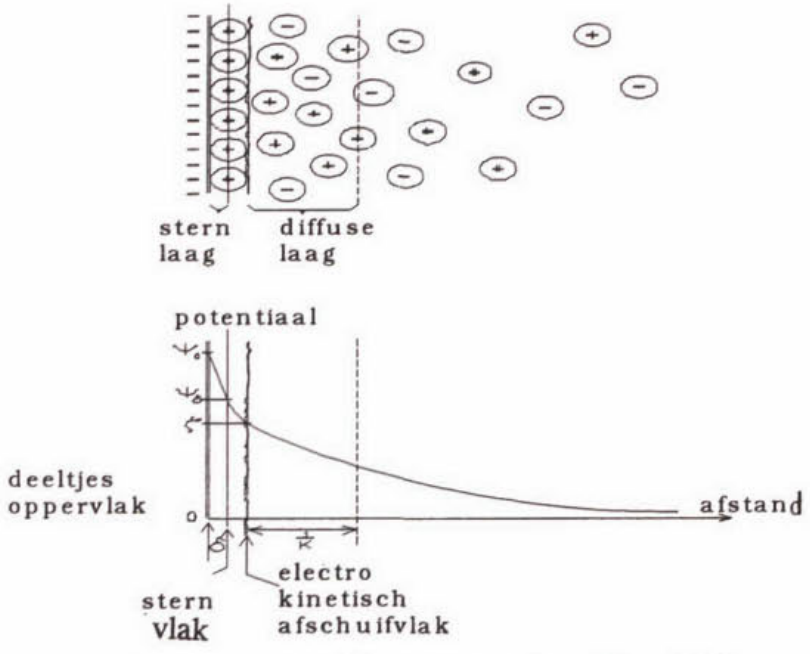
***Figuur 1** ATP-gehalte van twee slibsoorten als functie van de bewaartijd.*

Het ATP-gehalte van Mierlo-slib is veel hoger ligt dan van het Amsterdam-slib. Een oorzaak zou kunnen zijn dat Amsterdam-slib anaëroob en Mierlo-slib aëroob is. Verder zien we dat het ATP-gehalte voor zowel Amsterdam-slib als Mierlo-slib in de tijd stijgt.Een verklaring hiervoor is moeilijk te geven. Bij opslag van het slib bij 5 °C vinden er processen plaats, die het ATP-gehalte kunnen beïnvloeden. Er dient hierbij een kanttekening gemaakt te worden dat deze meetmethode zeer discutabel is (Eikelboom, 1994).

2.4 Colloïdale eigenschappen

2.4.1 *Electrokinetic Sonic Analyzer*

Vóór de mechanische ontwatering wordt slib geconditioneerd met behulp van flocculanten. Toevoegen van flocculanten heeft tot gevolg dat het ontwateringsproces sterk wordt verbeterd. De primaire slibdeeltjes vlokken samen tot grotere deeltjes waardoor de afvoerkanalen groter worden en het watertransport bevorderd wordt. De aggregatie van deeltjes wordt *flocculatie* genoemd. In DEEL 2: FLOCCULATIEMECHANISMEN wordt gedetailleerd ingegaan op flocculatie. Inzicht in de verschillende mechanismen die een rol spelen bij de flocculatie van zuiveringsslib leidt mede tot een beter fundamenteel begrip van het slibontwateringsproces. Een belangrijke parameter hierbij is de *zêta(ζ)-potentiaal*. In figuur 2 is een schematische tekening gegeven van de zogenaamde elektrische dubbellaag.



Figuur 2 *Schematische voorstelling van de elektrische dubbellaag [Shaw,1969].*

Een slibdeeltje bezit een negatieve oppervlaktelading ten gevolge van de aanwezigheid van geïoniseerde carboxylgroepen (Steiner et al., 1976). Ionen met een tegengesteld ladingsteken worden tot de deeltjes aangetrokken en ionen met hetzelfde ladingsteken worden afgestoten. Het deeltje met de ionenwolk eromheen wordt de elektrische dubbellaag genoemd.

De dubbellaag kan in drie gebieden worden verdeeld:

-Oppervlaktelaag,

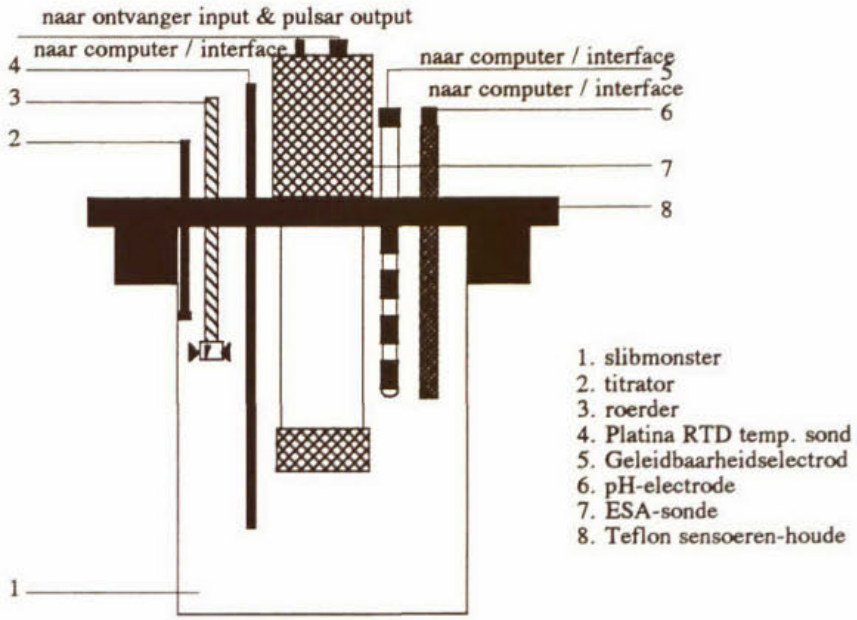
-Stern-laag,

-Diffuse dubbellaag.

Een laagje vloeistof van enkele moleculen dik, aangrenzend aan het deeltjesoppervlak, beweegt met de deeltjes mee. Er is dus een afschuifvlak in de vloeistof, ook wel het electrokinetische afschuifvlak genoemd. Dit bevindt zich iets verder van het deeltjesoppervlak dan het Sternvlak. De elektrische potentiaal in dit afschuifvlak is de *ζ-potentiaal*.

Experimentele techniek.

Standaardtechnieken om de *ζ-potentiaal* van dispersies te bepalen zijn o.a. electroforese en electro-osmose. In dit onderzoek is gebruik gemaakt van een vrij nieuwe techniek: electroacoustoforese. De acoustoforetische metingen



Figuur 3 *Schematische weergave van de meetcel van de Matec.*

zijn uitgevoerd met een Matec ESA-8000. De meetcel is weergegeven in figuur 3. In de "ESA-sonde" (figuur 3) bevinden zich twee elektroden, waartussen zich een deel van de slibsuspensie bevindt.

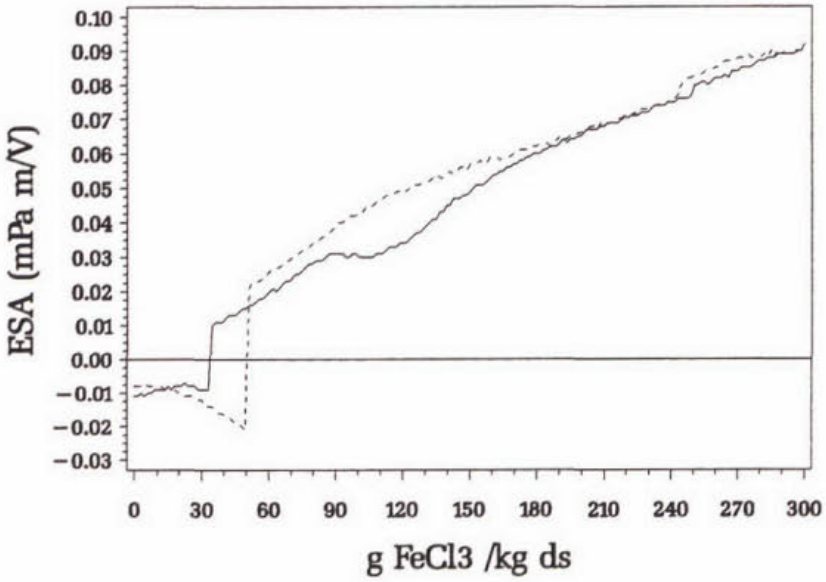
Tussen deze twee elektroden wordt een hoogfrequent elektrisch veld aangelegd. Een negatief geladen slibdeeltje beweegt in de richting van de positieve elektrode en de positief geladen ionenwolk in de richting van de negatieve elektrode. Een slibdeeltje met ionenwolk is in dit systeem te beschouwen als een oscillerende dipool. Alle oscillerende dipolen tezamen veroorzaken een (acoustische) golf in de suspensie. De eigenschappen van deze golf hangen samen met de grootte en massa van de deeltjes. Het gemeten ESA-signaal is evenredig met de dynamische electroforetische mobiliteit [Babchin et al., 1989]:

$$ESA(\omega) = \Phi.\Delta\rho.c.G_f.\mu(\omega) \approx \zeta\text{-potentiaal} \qquad (2.1)$$

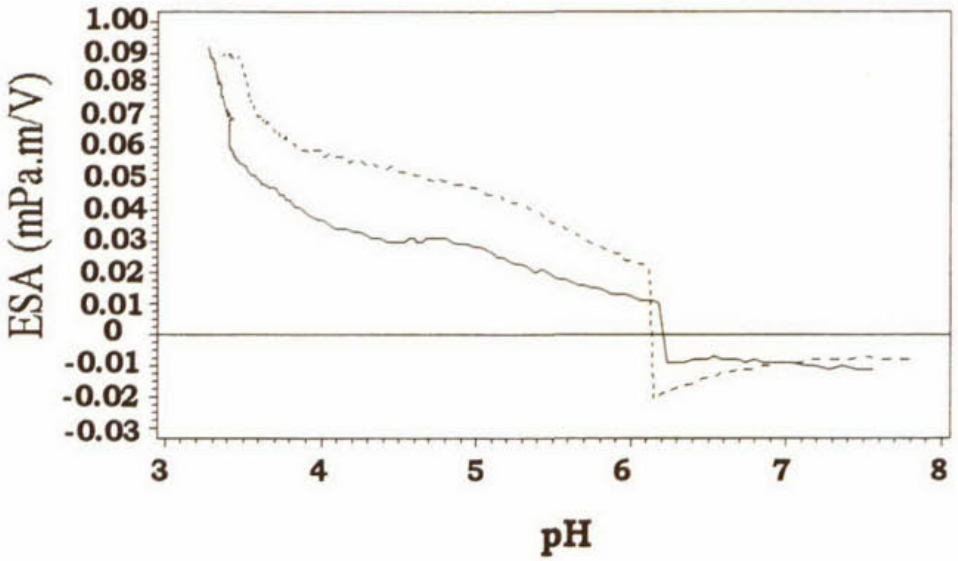
$ESA(\omega)$	= grootheid waarvan de absolute waarde gelijk is aan het quotiënt van de acoustische druk en de amplitude van de opgelegde electrische veldsterkte	$[N.V^{-1}.m^{-1}]$
ω	= frequentie van het electrisch veld	$[s^{-1}]$
Φ	= volumefractie van de disperse fase	[-]
$\Delta\rho$	= dichtheidsverschil tussen de vloeistoffase en de slibdeeltjes	$[kg.m^{-3}]$
c	= geluidssnelheid in de suspensie	$[m.s^{-1}]$
G_f	= correctiefactor voor de electrode-geometrie	[-]
$\mu(\omega)$	= frequentieafhankelijke electroforetische mobiliteit	$[m^2.V^{-1}.s^{-1}]$

In de figuren 4 en 5 zijn de resultaten te zien van een duplo-experiment, uitgevoerd met secundair slib (250 ml) afkomstig van RWZI-Eindhoven.

In de experimenten wordt een slibsuspensie getitreerd met $FeCl_3$, waardoor de *pH* van de slibsuspensie daalt. De concentratie $FeCl_3$ van de doseeroplossing is zodanig dat per ml $FeCl_3$-oplossing 12 gram $FeCl_3$ per kilogram droge stof wordt toegevoegd aan de suspensie. In totaal is 25 ml $FeCl_3$-oplossing gedoseerd met intervallen van 1 ml. In figuur 4 is het verloop van de ESA als functie van de concentratie $FeCl_3$ weergegeven. In figuur 5 is het verloop van het ESA-signaal gegeven als functie van de *pH* van de suspensie.



***Figuur 4** ESA-signaal als functie van de hoeveelheid toegevoegd $FeCl_3$. Resultaat van een duplo experiment.*



***Figuur 5** ESA-signaal als functie van de pH van de slibsuspensie.*

Duidelijk is te zien dat bij een bepaalde dosering het ESA-signaal omslaat van teken (van - naar +). Het omslaan van het ESA-signaal houdt fysisch in dat ladingsomkeer van de slibdeeltjes plaatsvindt. Ladingsomkeer duidt op adsorptie van positief geladen gehydrolyseerde metaalionen. Na het optreden van adsorptie kunnen slibdeeltjes flocculeren door aantrekking tussen de onbedekt negatief geladen en de bedekte positief geladen plaatsen. Flocculatie kan ook worden veroorzaakt doordat gehydrolyseerde metaalionen polymeriseren en bruggen vormen tussen de slibdeeltjes.

Het fenomeen van ladingsomkeer is ook bij alle andere slibben, behalve bij het slib afkomstig van Veghel, waargenomen (zie DEEL 2).

In de praktijk wordt ook calciumhydroxyde toegevoegd aan het te ontwateren slib.

Calciumhydroxyde wordt daartoe eerst aangemaakt in de vorm van kalkmelk, dat een dispersie is van claciumhydroxyde in water. In een experiment blijkt dat ook calciumionen specifiek adsorberende eigenschappen hebben (zie DEEL 2).

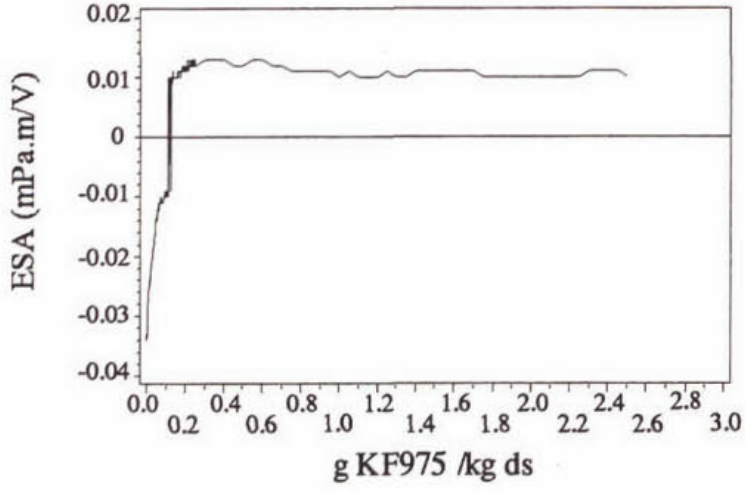
Door toevoeging van $Ca(OH)_2$ wordt de *pH* van de slibsuspensie sterk verhoogd ($\approx$ 12) waardoor er precipitatie van $Fe(OH)_3$ plaatsvindt. $Ca(OH)_2$ fungeert als vulmiddel, waardoor de slibkoek minder compressibel wordt. Andere functies van $Ca(OH)_2$ zijn de desinfecterende werking en vermindering van de stankproductie.

Theoretisch komt de flocculantdosering (of *pH*) waarbij ESA gelijk is aan nul overeen met een aantal suspensie-eigenschappen: minimale colloïdale stabiliteit, maximale ontwatering en minimaal sedimentvolume.

Niet bij alle experimenten die zijn uitgevoerd met het slib-$FeCl_3$ systeem is de ladingsomkeer waargenomen. De oorzaak hiervan zou kunnen liggen in een aantal eigenschappen van het slib/$FeCl_3$-systeem:

- De volumefractie slibdeeltjes in de suspensie is vrij klein (1-3 gew. %). Dit heeft tot gevolg dat het ESA-signaal vrij klein is (formule 2.1).
- Het dichtheidsverschil tussen de slibdeeltjes en de vloeibare fase is ook vrij klein ($\Delta\rho \approx 30$ kg/m^3). Ook dit heeft een kleine ESA tot gevolg (formule 2.1).
- Door toevoeging van $FeCl_3$ tijdens het experiment neemt de zoutconcentratie toe. Dit heeft tot gevolg dat er naast het signaal van de slibdeeltjes met geadsorbeerde ijzerhydroxyde-complexen ook het ongewenste electrolytsignaal een rol speelt, het zogenaamde "Debye-effect" [Debye, 1933]. Het electrolytsignaal en slibsignaal zijn vaak van dezelfde grootte-orde (zie DEEL 2; Marlow, 1988).

  Met behulp van de MATEC zijn o.a. ook experimenten uitgevoerd met verschillende polyelectrolytsoorten. Er is slechts bij enkele experimenten ladingsomkeer geconstateerd. In figuur 6 is het resultaat te zien van een experiment uitgevoerd met Eindhoven slib, getitreerd met het polymeer KF975.



Figuur 6 *ESA-signaal als functie van de toegevoegde hoeveelheid polymeer KF975.*

De ladingsomslag treedt op bij 0,12 g KF975(kg ds)$^{-1}$. Dit duidt op adsorptie van positief geladen polymeerketens. Inzicht in de mechanismen van flocculatie met behulp van polyelectrolyten kan niet worden verkregen door experimenten uit te voeren met de MATEC. Een mogelijke oorzaak hiervan is dat bij flocculatie van slib met polyelectrolyt grote deeltjes worden gevormd die niet kunnen worden gedetecteerd door de ESA-sonde. Om deeltjes te kunnen detecteren moeten deze vrij kunnen bewegen tussen de uiteinden van de sonde en de metalen elektrode die zich op een afstand van 3,7 mm van het uiteinde bevindt.

Fe^{3+} adsorptie aan slibdeeltjes

Indien aan slib $FeCl_3.6H_2O$ wordt toegevoegd, zullen er zwak-zure $Fe(H_2O)_6^{3+}$-groepen ontstaan. Afhankelijk van de zuurgraad van de slibsuspensie kunnen deze groepen H^+-ionen afstaan. De volgende hydrolyse-evenwichten zijn van belang:

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

Er kunnen dus zeven van dit soort ijzerhydroxydecomplexen aanwezig zijn van $Fe(H_2O)_6^{3+}$ tot $Fe(OH)_6^{3-}$. Des te lager de *pH* van het mengsel, des te meer het evenwicht links ligt. Slib is bij benadering *pH*-neutraal. Als ijzerhydroxydecomplexen aanwezig zijn, gedragen deze zich als zuren. Bij adsorptie van een metaalion aan het oppervlak van een slibdeeltje treedt verandering van de Gibbs-vrije energie op.

De verandering van de Gibbs-vrije energie wordt dan als volgt uitgedrukt:

$$\Delta G_{ads} = \Delta G_{coul} + \Delta G_{solv} + \Delta G_{chem} \qquad (2.2)$$

ΔG_{ads}	=	verandering van de adsorptie-energie	[J]
ΔG_{coul}	=	verandering van de Coulomb-energie	[J]
ΔG_{solv}	=	verandering van de solvatatie-energie	[J]
ΔG_{chem}	=	verandering van de specifieke adsorptie-energie	[J]

Voor adsorptie is het uit thermodynamisch oogpunt noodzakelijk dat ΔG_{ads} kleiner is dan nul. Aangezien ΔG_{coul} en ΔG_{chem} adsorptie-bevorderende termen zijn en ΔG_{solv} een adsorptie-remmende term is, geldt de volgende voorwaarde voor adsorptie:

$$\Delta G_{solv} < |\Delta G_{coul} + \Delta G_{chem}| \qquad (2.3)$$

Bij adsorptie van ijzerionen aan een slibdeeltje verliezen de ijzerionen hun secundaire hydratatiemantel. De energie die hiervoor nodig is, de solvatatie-energie, is evenredig met het kwadraat van de valentie van het gehydrateerde ijzerion (James en Healey, 1972). De energetisch gunstigste situatie voor adsorptie treedt op indien de lading zo klein mogelijk is. Verlaging van ΔG_{solv} vindt plaats door hydrolyse van het gehydrateerde ijzerion:

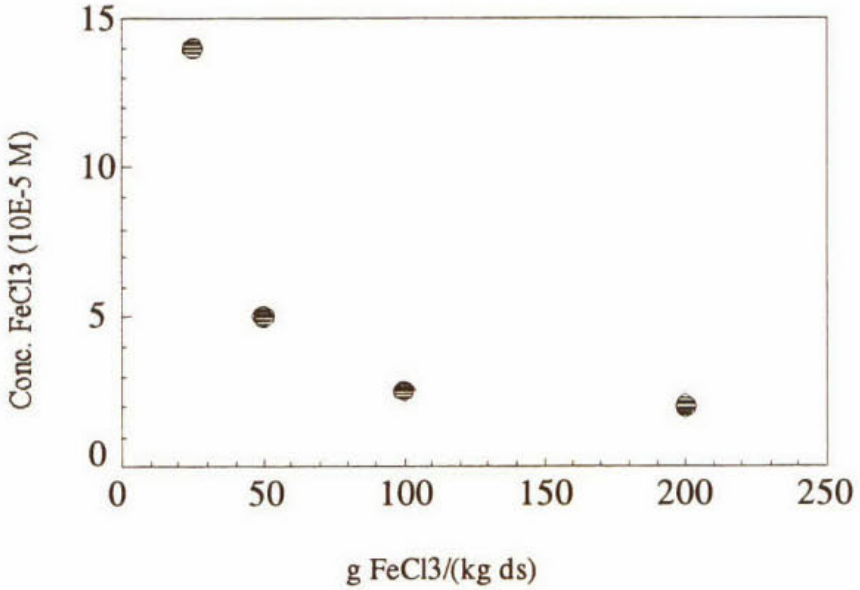
$$Fe(H_2O)_6^{3+} \leftrightarrow Fe(H_2O)_5(OH)^{2+} + H^+ \leftrightarrow Fe(H_2O)_4(OH)_2^+ + 2H^+$$

De solvatatie-energie is in dit geval het kleinst voor $Fe(H_2O)_4(OH)_2^+$. Bovenstaand evenwicht is *pH*-afhankelijk. Bij lage *pH* (pH<2) ligt het evenwicht links. Er vindt (vrijwel) geen adsorptie plaats, omdat geldt: $\Delta G_{solv} > |\Delta G_{coul} + \Delta G_{chem}|$. Bij verhoging van de *pH* verschuift het evenwicht naar rechts. De solvatatie-energie wordt kleiner, totdat de adsorptie-energie negatief wordt, met als gevolg dat adsorptie optreedt. Bij hoge *pH* zijn de positief geladen gehydrateerde ijzerionen nog verder gehydrolyseerd, zodat vooral negatief geladen complexen aanwezig zijn. Er vindt dan elektrostatische afstoting plaats tussen de slibdeeltjes en de complexen. Hierdoor is ΔG_{ads} positief zodat er geen adsorptie optreedt. Er is dus een *pH*-gebied waarbij adsorptie optreedt. Voor het secundaire slib afkomstig van RWZI-Eindhoven is dit *pH*-gebied gelegen tussen 2 en 6. De ondergrens van het *pH*-gebied komt overeen met het ladingsnulpunt ("point of zero charge" PZC) van slib (zie DEEL 2).

2.4.2 *Ijzerionenconcentratie* in het filtraat

Kennis omtrent de *ijzerionenconcentratie* in het filtraat is van belang omdat zij mogelijk meer inzicht geeft in het flocculatiemechanisme geïnduceerd door toevoeging van $FeCl_3$. Daarnaast is het uit milieu-oogpunt noodzakelijk de concentratie ijzerionen in het filtraat zo laag mogelijk te houden.

De *ijzerionenconcentratie* in het filtraat kan worden bepaald door de lichtabsorptie van het monster te bepalen m.b.v. een spectrofotometer. Voordat absorptiemetingen kunnen worden uitgevoerd moet het filtraat eerst een voorbehandeling ondergaan. De *pH* van het filtraat wordt verlaagd zodat Fe^{3+} wordt omgezet in Fe^{2+} .Daarna worden de Fe^{2+}-ionen gebonden in een 2,2-bipyridine-complex. De lichtabsorptie van dit roodkleurig complex wordt gemeten bij 523 nm, waarbij de absorptie maximaal is (zie DEEL 2). De absorptie is evenredig met de concentratie van de absorberende component. In figuur 7 is een typisch voorbeeld gegeven van metingen waarbij de *ijzerionenconcentratie* in het filtraat is uitgezet als functie van de concentratie toegevoegd $FeCl_3$. De *ijzerionenconcentratie* is zeer laag omdat vrijwel al het ijzer wordt geadsorbeerd op de slibdeeltjes of als ijzerhydroxyde neerslaat in de slibkoek (*pH* ligt rond de 12 vanwege $Ca(OH)_2$-toevoeging). Het feit dat de *ijzerionenconcentratie* in het filtraat relatief hoog is bij lage doseringen toegevoegd $FeCl_3$ is nog onduidelijk. Dit probleem vraagt nadere bestudering.



Figuur 7 *Concentratie ijzerionen in het filtraat bij toenemende $FeCl_3$ -dosering en constante dosering $Ca(OH)_2$ van 200 g.(kg ds)$^{-1}$.*

2.4.3 *Polyelectrolytconcentratie* in het filtraat

In dit onderzoek zijn verschillende methoden getest, ter bepaling van de concentratie polyelectrolyt in het filtraat. De bentonietproef [Stora-rapport 4, 1982] is semi-kwantitatief en geeft alleen een indruk van de concentratie. Bentoniet is een kleisoort, die in oplossing troebel is. Indien polyelectrolyt wordt toegevoegd, ontstaat er een neerslag. De troebelheid van de oplossing boven de neerslag wordt bepaald en is een maat voor de *polyelectrolytconcentratie*.

Een andere methode is de complexvorming van cobalt-ftalocyanine ($CoPc(NaSO_3)_4$) met polyelectrolyten (van Welzen, 1989). In een neutrale waterige oplossing bestaan er twee absorptiemaxima (628 en 662 nm) in het zichtbare gebied als gevolg van gedeeltelijke dimerisatie:

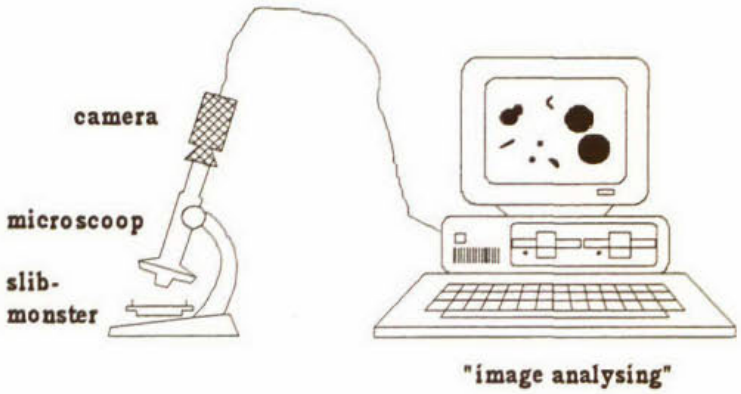
$2M \leftrightarrow D$ (M=monomeren; D=dimeren)

De monomeervorm heeft een maximale absorptie bij 662 nm en de dimeervorm bij 628 nm. In de beginsituatie ligt het bovenstaand evenwicht links, dus er is alleen een absorptiepiek bij 662 nm. Bij toevoeging van positief geladen polymeermoleculen verschuift het evenwicht naar rechts. Daarbij verschuift het absorptiemaximum, via een overgangsfase, van 662 nm naar 628 nm. Voor deze verschuiving is een bepaalde hoeveelheid polyelectrolyt nodig. Deze hoeveelheid is afhankelijk van het type polyelectrolyt (zie DEEL 6). Door te werken met standaardoplossingen kan de hoeveelheid polyelectrolyt, benodigd voor deze verschuiving bepaald worden. De "piekverschuiving" kan worden gemeten door het opnemen van een absorptiespectrum (UV-VIS spectrum). Filtraatmonsters kunnen ook op een dergelijke manier geanalyseerd worden. Een bepaald volume filtraat is benodigd voor de verschuiving. Deze verschuiving correspondeert met een hoeveelheid polyelectrolyt bepaald met behulp van de standaardoplossingen. Uit de verhouding hoeveelheid polyelectrolyt en het volume van het filtraat kan de concentratie polyelectrolyt in het filtraat worden bepaald.

Vele filtraatmonsters zijn op deze wijze geanalyseerd. De monsters zijn afkomstig van filtratie-experimenten waarbij gewerkt is met verschillende polyelectrolytsoorten en doseringen. De trend is dat bij toename van de dosering polyelectrolyt aan het monster, de concentratie in het filtraat ook toeneemt. Echter een goede kwantitatieve bepaling van de *polyelectrolytconcentratie* bleek niet mogelijk. Een oorzaak kan zijn dat bij een filtratie-experiment een grote hoeveelheid kleine slibdeeltjes in het filtraat terechtkomt. Deze deeltjes verstoren de absorptiemetingen zodanig dat de verschuiving van de absorptiepiek niet duidelijk is. Dit probleem zou eventueel opgelost kunnen worden door de filtraatmonsters vooraf te centrifugeren.

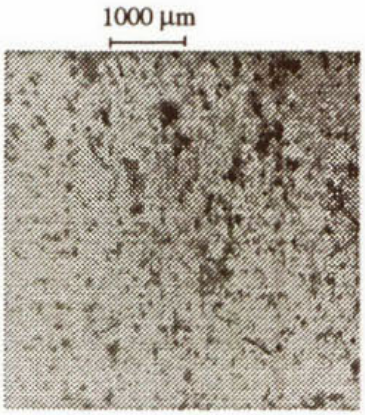
2.4.4 *Deeltjesgrootteverdeling* via Image Analysis

Slibdeeltjes zijn zowel voor ongeflocculeerd als geflocculeerd slib niet uniform van vorm en grootte. In dit onderzoek is optische microscopie in combinatie met "Image analysing" gebruikt om de *deeltjesgrootteverdeling* van een systeem te bepalen.

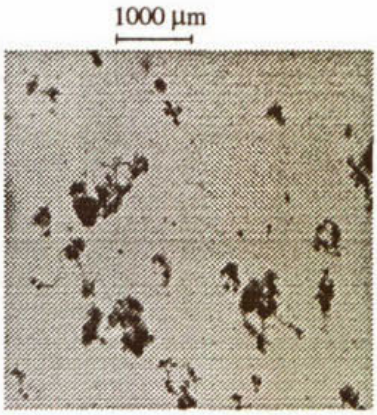


Figuur 8 *Schematische weergave van de "image analysing" techniek.*

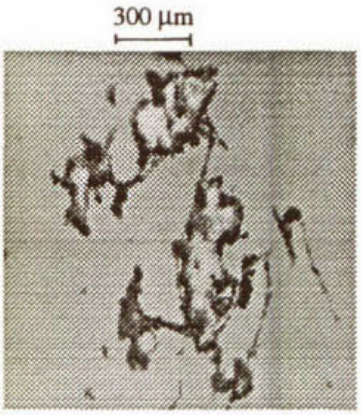
Een slibmonster wordt in een petrischaal gebracht en zodanig verdund met supernatant dat de slibdeeltjes onder een optische microscoop van elkaar te onderscheiden zijn, dat wil zeggen dat er geen sprake is van meerdere lagen deeltjes over elkaar. Op de microscoop is een CCD-camera aangesloten, die gekoppeld is aan een PC. In figuur 8 is de opstelling schematisch weergegeven.



Figuur 9 *Puur Mierlo slib*



Figuur 10 *9 gew. % $FeCl_3$*



Figuur 11 *1 gew. % KF975*

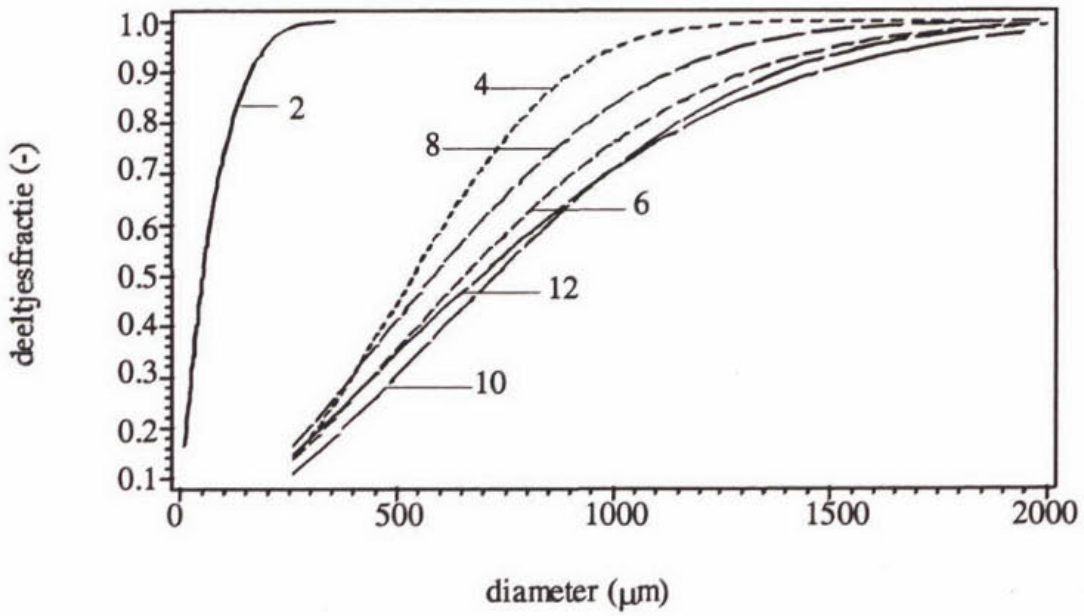
Via de techniek van "image analysing" kan het door de camera geregistreerde beeld ingelezen, gedigitaliseerd en op het beeldscherm getoond worden. Met behulp van het software pakket TIM© wordt de grootte van het geprojecteerde oppervlak van alle deeltjes bepaald. Uit dit oppervlak wordt een "effectieve diameter" berekend. In de figuren 9, 10 en 11 zijn foto's weergegeven van geflocculeerde en ongeflocculeerde Mierlo-slibmonsters.

Als benadering voor de gemeten cumulatieve frequentieverdeling wordt de Harris vergelijking gebruikt.

$$F(x) = 1 - \left[1 - \left(\frac{x}{x_0} \right)^a \right]^b \qquad (2.4)$$

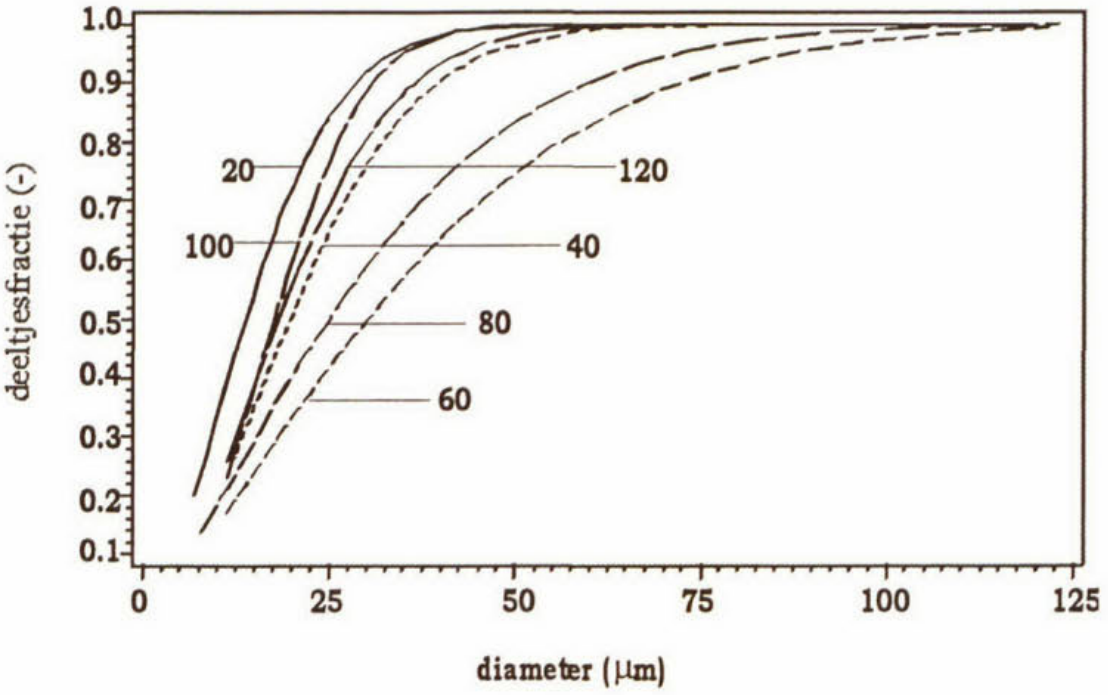
waarbij:

F(x)	=	"undersize" cumulatieve verdeling; aantalfractie deeltjes die kleiner is dan een bepaal de effectieve diameter	[-]
x	=	diameter	[m]
x_0	=	maximale diameter in de verdeling	[m]
a, b	=	constanten	[-]



Figuur 12 *Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling van slib geflocculeerd met Rohafloc KF975; De getallen geven de concentratie KF975 in g.(kg ds)$^{-1}$.*

De mediaan is gebruikt om de *deeltjesgrootteverdeling* te karakteriseren. De mediaan is als volgt gedefinieerd: de helft van het aantal deeltjes is kleiner en de helft is groter dan de mediaan. In figuur 12 en 13 zijn met behulp van de Harris vergelijking de cumulatieve *deeltjesgrootteverdelingen* weergegeven van Veghel-slib geflocculeerd met verschillende concentraties polyelectrolyt KF975, respectievelijk $FeCl_3$.



Figuur 13 *Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling van slib geflocculeerd met $FeCl_3$ en $Ca(OH)_2$. De getallen geven de concentratie $FeCl_3$ in g.(kg ds)$^{-1}$.*

Over het algemeen blijkt dat tot de optimale flocculantdosering (zie hiervoor hoofdstuk 4) de deeltjesgrootte toeneemt bij eenzelfde mengintensiteit. Bij zeer lage doseringen is er niet voldoende flocculant aanwezig om het slib optimaal te flocculeren. Als er teveel flocculant wordt toegevoegd draagt de overmaat niet bij aan vlokvergroting. Doordat vrijwel alle "active sites" bezet zijn door ijzerhydroxyde-complexen of polymeerdeeltjes vindt er zelfs elektrostatische afstoting plaats tussen de deeltjes. De deeltjesgrootte zal dus boven een bepaalde waarde van de flocculantdosering niet meer toenemen.

Bij het gebruik van polyelectrolyten zijn de deeltjes groter (500 - 1000 µm) dan bij het gebruik van $FeCl_3$ (10 - 20 µm). De verschillende flocculatiemechanismen en eigenschappen van de flocculanten zijn de oorzaak van deze verschillen in deeltjesgrootte.

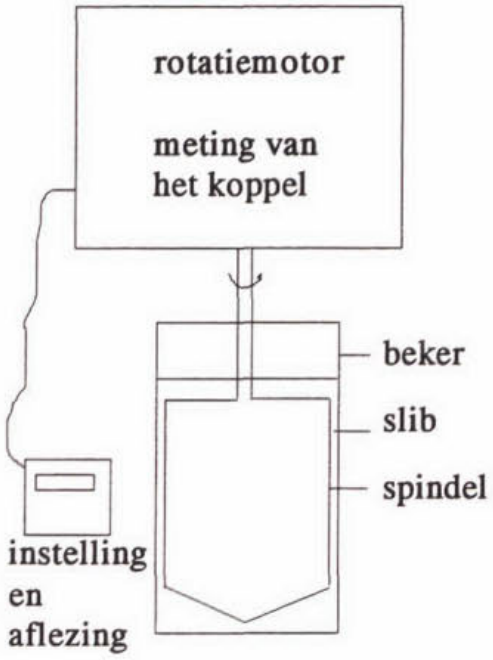
De roertijd bij het mengen van slib en polyelectrolyt is van invloed op de deeltjesgrootte. Naarmate de roertijd groter wordt, bij gelijkblijvend toerental, zullen de deeltjes kleiner zijn. In de experimenten zijn de optimale roertijdcondities, bepaald bij de karakterisering, aangehouden.

2.4.5 *Vloksterkte* uit *reogrammen*

Tijdens transporteren en ontwateren wordt het slib blootgesteld aan afschuifkrachten. Deze krachten hebben grote invloed op de transport- en ontwateringseigenschappen. De invloed van chemische conditionering op de *vloksterkte* is bestudeerd. Informatie over de *vloksterkte* kan

worden verkregen door de relatie te bepalen tussen afschuifspanning τ en de afschuifsnelheid $\dot{\gamma}$ die opgelegd is aan een slibsuspensie. Indien deze twee grootheden tegen elkaar worden uitgezet wordt een *reogram* verkregen.

Het *reogram* van een slibmonster kan worden verkregen door experimenten uit te voeren met een Searle type coaxiaal cilinder reometer (Contraves Rheomat 115). In figuur 14 is de reometer schematisch weergegeven.



Figuur 14 *Schematische weergave van de reometer.*

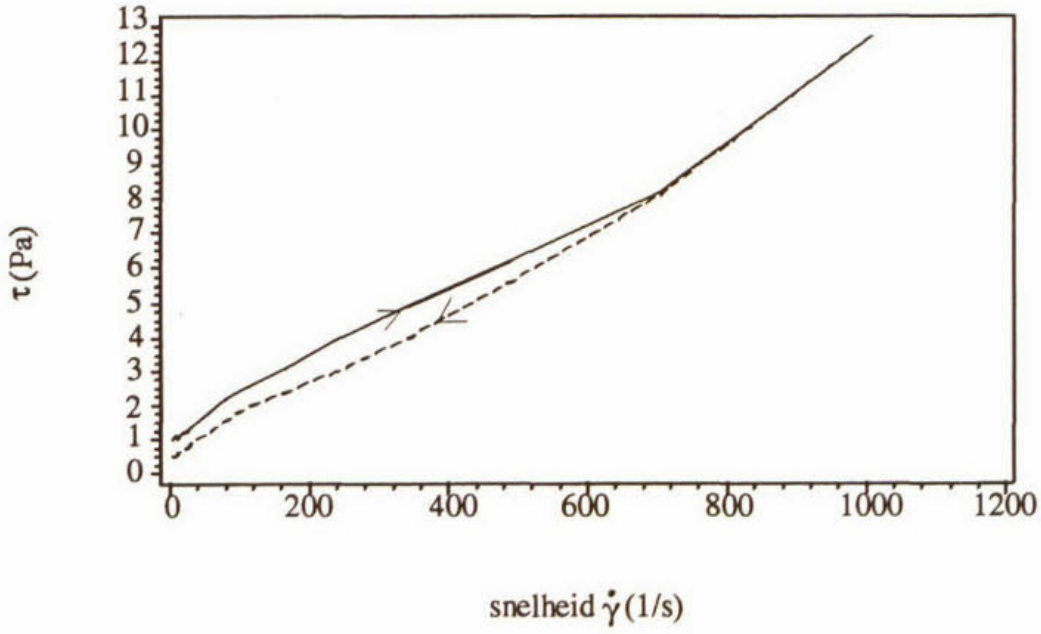
Het slibmonster bevindt zich in de ruimte tussen twee cilinderoppervlakken, de beker en de spindel. De beker staat stil terwijl de spindel ronddraait met een bepaalde instelbare hoeksnelheid. Het koppel dat nodig is om de betreffende hoeksnelheid in stand te houden wordt gemeten. Dit koppel kan worden omgerekend naar een afschuifspanning. In figuur 15 is het *reogram* gegeven van een slibmonster afkomstig van Mierlo geflocculeerd met 9 gew.% $FeCl_3$. In dit experiment is de afschuifsnelheid in 15 stappen opgevoerd tot 1008 s^{-1} en daarna weer teruggebracht naar nul. Een dergelijk *reogram* is typisch voor slibben geflocculeerd met $FeCl_3$. Uit een *reogram* kan de volgende informatie worden verkregen:

- De relatie tussen afschuifspanning en afschuifsnelheid voor een slibsuspensie kan bepaald worden volgens de formule:

$$\tau = \tau_0 + \kappa(\dot{\gamma},\tau) \cdot \dot{\gamma} \qquad (2.5)$$

waarbij: τ_0 = zwichtspanning [Pa]

$\kappa(\dot{\gamma},\tau)$ = plastische viscositeit [Pa.s]



Figuur 15 *Reogram van Mierlo slib geflocculeerd met 9 gew. % $FeCl_3$.*

Het reologisch gedrag van slib kan dus worden beschreven volgens bovenstaande formule en staat bekend als pseudoplastisch gedrag. Het optreden van een zwichtspanning kan worden verklaard doordat er door moleculaire bindingen of interacties tussen deeltjes (van der Waals, elektrostatisch) een netwerk wordt gevormd. Wanneer de afschuifspanning groter wordt dan τ_0 gaat het netwerk "breken" en het materiaal stromen. Bij een slibsuspensie is niet echt sprake van een sterk en uitgebreid netwerk en daardoor is de zwichtspanning niet zo groot.

- In de grafiek bevindt zich een knik bij een afschuifsnelheid van 700 s^{-1}. Bij de knik vindt waarschijnlijk de overgang van laminaire naar turbulente stroming plaats (zie DEEL 6: KARAKTERISERING VAN SLIBBEN).
- De heen- en teruggaande curves vallen niet samen. Dit fenomeen wordt thixotropie genoemd. De oppervlakte tussen de curves is een maat voor deze thixotropie (dimensie Wm^{-3}) en dus een maat voor het gedissipeerde vermogen per volume-eenheid. De oorzaak van *thixotropie* ligt opnieuw in de aanwezigheid van de netwerkstructuur die bij het aanleggen van een afschuifspanning wordt afgebroken en, indien er sprake is van "echte" *thixotropie*, bij het wegvallen van de afschuiving weer wordt opgebouwd. Bij slib vindt geen volledig heropbouw 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". Uiteindelijk resulteert de blijvende verandering van de suspensie, die zich uit in de lager geworden zwichtspanning. De mate van thixotropie hangt van de flocculantdoseringen.

Ongeflocculeerd slib heeft een zeer lage thixotropie. Bij een bepaalde concentratie flocculant is de thixotropie maximaal.

2.4.6 *Slibvolume-index, pH* en *geleidbaarheid*

Onder de *slibvolume-index* verstaat men het volume (in ml) dat een hoeveelheid slib, met een *drogestofgehalte* van 1 g/l , inneemt na een bezinktijd van 30 minuten. De *slibvolume-index* is een sedimentatieparameter en is in de praktijk een belangrijke graadmeter voor de kwaliteit van het actief slib. Door specifieke procesomstandigheden kan actief slib zo volumineus worden dat het moeilijk bezinkt en met het effluent uit de nabezinking wegvloeit.

Goed verlopende biologische zuiveringsprocessen vinden plaats bij een *pH* van 6,5-8. De *pH*-waarde van gistend slib ligt iets hoger dan 7.

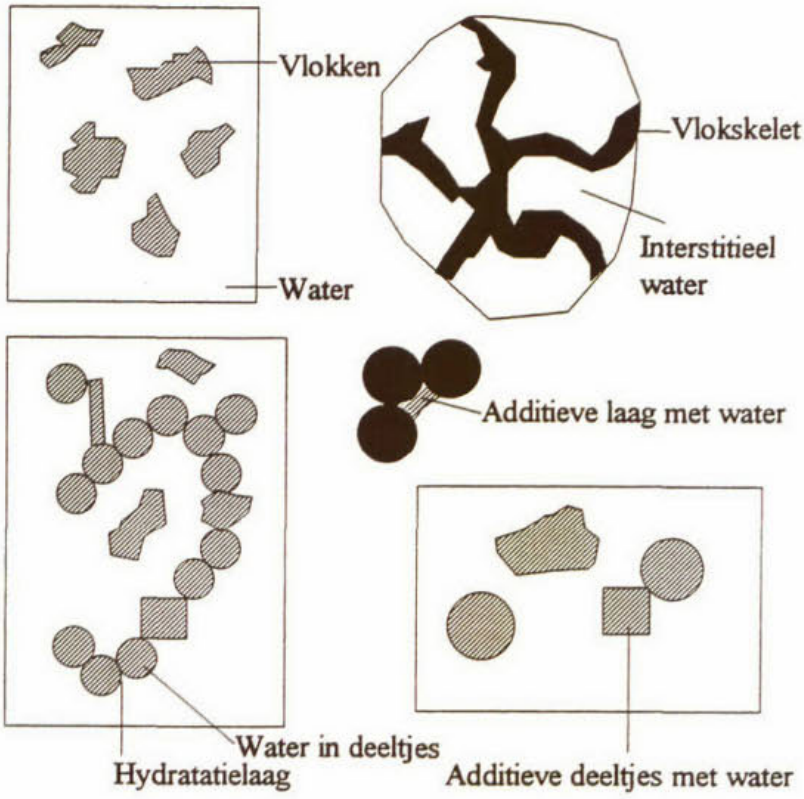
De elektrische *geleidbaarheid* van slib is gerelateerd aan ionensterkte van geflocculeerd en ongeflocculeerd slib.

2.5 Waterbindingseigenschappen

2.5.1 Inleiding

Water is op verschillende manieren gebonden aan slibdeeltjes. In figuur 16 is aangegeven in welke vormen water aanwezig kan zijn in een slibmonster. Slib bestaat uit een waterfase waarin zich slibvlokken bevinden. In het kader van dit onderzoek is vrij water gedefinieerd als water dat geen fysisch/chemische binding heeft met de vaste stof (wateractiviteit van vrij water is per definitie vrijwel gelijk aan 1). Een slibvlok bestaat uit een skelet waar zich water tussen bevindt. Het hier aanwezige water kan zowel vrij water als fysisch/chemisch gebonden water zijn. In de afvalwaterzuiveringswereld wordt een andere definitie gehanteerd voor het begrip vrij water. Vrij water wordt hier gedefinieerd als water dat te verwijderen is met behulp van de minste kracht en energie zoals de zwaartekracht (UTAZ cursus, 1992). Het vlokskelet is gevormd door aggregatie van primaire slibdeeltjes. De aggregatie is bewerkstelligd door toevoeging van flocculanten of additieven. De primaire slibdeeltjes kunnen zelf ook water bevatten (micro-organismen, plantecellen). De primaire deeltjes kunnen verder nog worden omgeven door een hydratatielaag. Er bestaan verschillende methoden om de slib-water binding te bepalen: thermische analysetechnieken en waterdamp-isothermen. Bij thermische analyse wordt een temperatuurafhankelijke grootheid van een stof gemeten als functie van de temperatuur en/of tijd, en het is in principe een dynamische methode. De *waterdamp-sorptie-isotherm* is de evenwichtsre-

latie bij constante temperatuur tussen de relatieve vochtigheid van de atmosfeer (= wateractiviteit) en het vochtgehalte van het produkt.



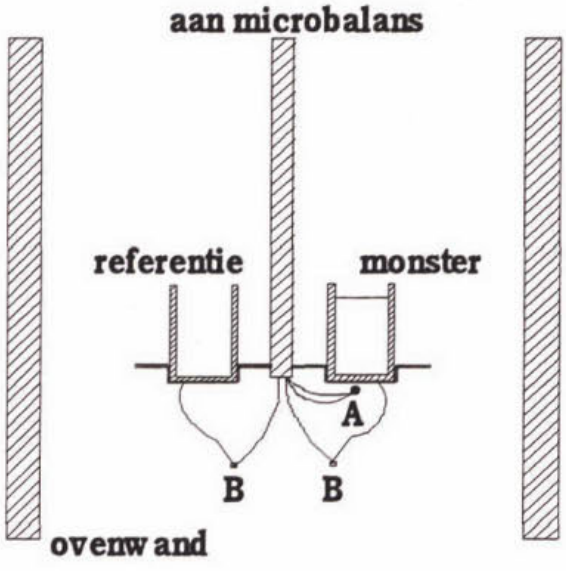
Figuur 16 *Overzicht van de verschillende watertypen aanwezig in slib.*

In de hiernavolgende paragrafen worden de verschillende methoden nader toegelicht en worden de resultaten van de diverse experimenten, die met de betreffende methoden zijn uitgevoerd, besproken.

2.5.2 *Bindingsenthalpie* via droogcurve (TGA/DTA)

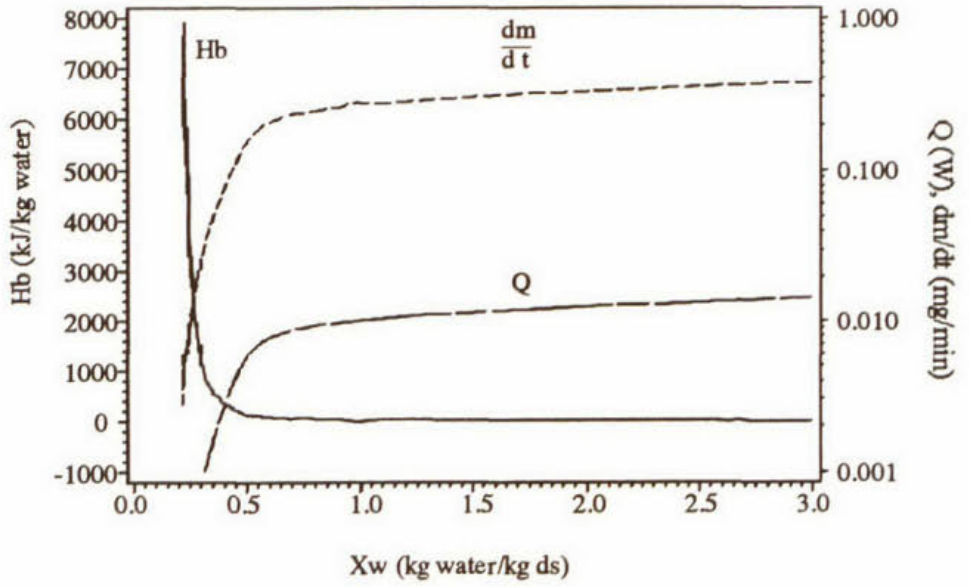
De *bindingsenthalpie* is gedefinieerd als de extra enthalpie, bovenop de verdampingsenthalpie van zuiver water, om het water uit een slibkoekmonster te verdampen. Kennis van de *bindingsenthalpie* als functie van het vochtgehalte van het monster maakt het mogelijk uitspraken te doen over het theoretisch maximaal haalbare *drogestofgehalte* in een zeker ontwateringsproces.
Met de beschikbare thermische analyse apparatuur (merk: SETARAM) kan gelijktijdig thermogravimetrie en differentiële thermische analyse uitgevoerd worden. Bij thermogravimetrische analyse (TGA) wordt de gewichtsverandering van slibkoekmonsters continu gemeten tijdens een opgelegd temperatuurprogramma. Met differentiële thermische analyse (DTA) wordt de warmtestroom, benodigd voor het verdampen van water uit een slibkoekmonster, continu gemeten.

De opstelling is weergegeven in figuur 17. Het monster bevindt zich samen met een referentie op een meetsonde die in een oven hangt.



Figuur 17 *De DTA-meetsonde.*

De sonde is bevestigd aan een microbalans, zodat het gewicht van het monster als functie van de tijd kan worden geregistreerd. Het referentiemateriaal moet in het betreffende temperatuurgebied inert zijn. Als referentie wordt een leeg aluminium cupje gebruikt. Met thermokoppel A wordt de temperatuur van het monster gemeten. Het monster zal warmte opnemen die gebruikt wordt voor het verdampen van water. De monstertemperatuur wordt dan lager dan de temperatuur van de referentie. Het temperatuurverschil wordt geregistreerd met thermokoppels B die zich onder het monster en de referentie bevinden. Het temperatuurverschil is een maat voor de warmtestroom. Voor zowel de referentie alsmede het monster kunnen massa- en energiebalansen worden opgesteld. Met behulp van deze balansen kan de *bindingsenthalpie* van het water in een slibmonster berekend worden (zie DEEL 5: SLIB/WATERBINDING). In figuur 18 is het resultaat weergegeven van een experiment dat is uitgevoerd met een slibkoekmonster geflocculeerd met 3 g KF 975.$(kg\ ds)^{-1}$.



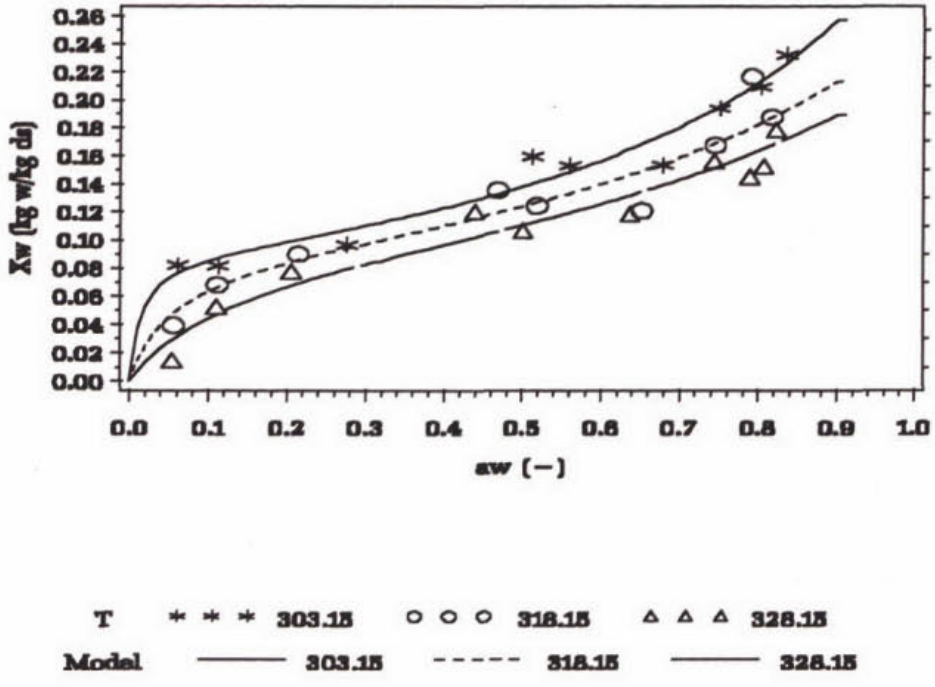
Figuur 18 *Bindingsenthalpie H_b , verdampingssnelheid dm.(dt)$^{-1}$ en warmtestroom Q als functie van het vochtgehalte X_w . Flocculant KF975 3 g.(kg ds)$^{-1}$.*

Het monster is afkomstig van RWZI Veghel en heeft een begingewicht van 39,8 mg en een beginvochtgehalte van 6,8 kg water.(kg ds)$^{-1}$. Het slibkoekmonster is verkregen door middel van drukfiltratie. In het experiment wordt de monstertemperatuur geregeld op 60 °C. In de betreffende grafiek zijn de verdampingssnelheid, warmtestroom naar het monster en de slib-water-*bindingsenthalpie* gegeven als functie van het vochtgehalte. De verdampingssnelheid kan worden berekend door differentiatie van het geregistreerde gewicht als functie van de tijd. Verdampingssnelheid als functie van het vochtgehalte van het monster wordt ook wel *droogcurve* genoemd.

In de *droogcurve*, gegeven in figuur 18, zijn duidelijk twee fasen te onderscheiden. Gedurende de eerste fase van het droogproces is de verdampingssnelheid vrijwel constant. De dampspanning van het water aan het deeltjesoppervlak is gelijk aan die van zuiver water. Constante verdampingssnelheid duidt op ongebonden water. De *bindingsenthalpie* in het traject van constante verdampingssnelheid is gelijk aan 0 J.kg^{-1}. De periode van constante droogsnelheid duurt tot een vochtgehalte van ongeveer 0,5 kg water.(kg ds)$^{-1}$, hetgeen overeenkomt met een drogestofpercentage van 66 gew.%.

De tweede fase is een periode van dalende verdampingssnelheid. Het vochttransport binnen het vaste materiaal naar het oppervlak is het snelheidsbepalende mechanisme. De mobiliteit van de watermoleculen daalt ten gevolge van de slib-water-binding. De *bindingsenthalpie* neemt bij afnemende vochtgehaltes vanaf ongeveer 0,5 kg water.(kg ds)$^{-1}$ sterk toe.

- De adsorptie-enthalpie is voor de verschillende lagen niet gelijk aan de condensatie-enthalpie van water. De invloed van de site waaraan de watermoleculen gebonden zijn blijft merkbaar.



Figuur 20 Waterdamp-isothermen van Veghel-slibkoek geflocculeerd met 5 gew. % $FeCl_3$.

De isothermvergelijking volgens het G.A.B.-model wordt gegeven door:

$$\frac{X_w}{X_w 1} = \frac{C_g k a_w}{(1 - k a_w)(1 - k a_w + C_g k a_w)} \qquad (2.7)$$

waarin:

X_w = vochtgehalte [kg water.(kg ds)$^{-1}$]

X_{w1} = de maximale hoeveelheid water die in de monolaag kan adsorberen [kg water.(kg ds)$^{-1}$]

C_g = de Guggenheim constante, die afhankelijk is van de interactie tussen de geadsorbeerde moleculen en de site. Voor de temperatuurafhankelijkheid geldt:

$$C_g = C_{g,0} \exp\frac{(\Delta H_1 - \Delta H_m)}{RT} = G_{g,0} \exp\frac{E_1}{RT} \qquad (2.8)$$

waarin:

ΔH_m = de molaire sorptie-enthalpie van water in de tweede, derde, m^e laag voorstelt.

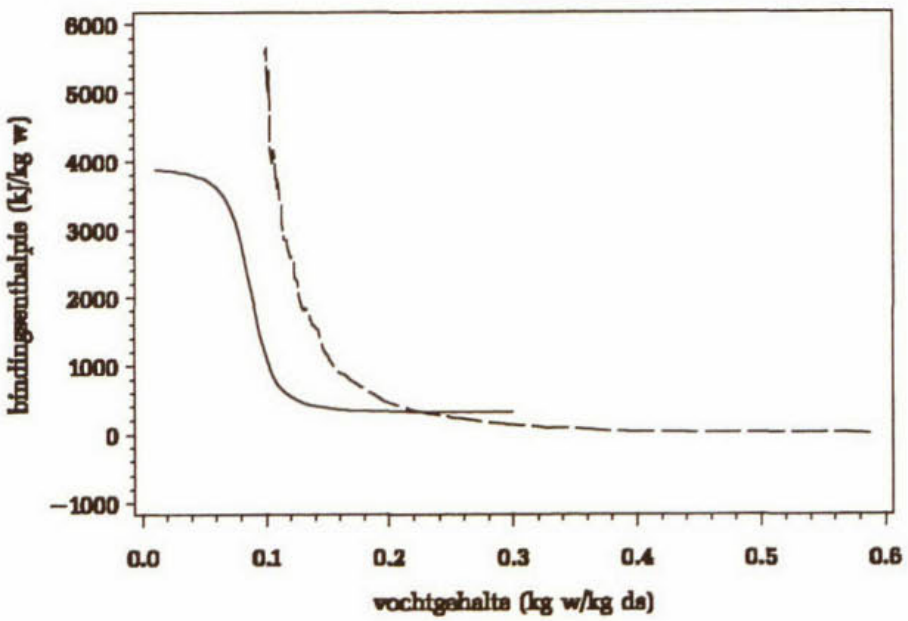
ΔH_1 = de molaire sorptie-enthalpie in de eerste laag

Dus $\Delta H_2 = \Delta H_3 = ... = \Delta H_m \neq \Delta H_{cond}$ (2.9)

k is een factor die corrigeert voor het verschil in eigenschappen van watermoleculen in de multilaag ten opzichte van zuiver water.

$$k = k_0 \exp\frac{(\Delta H_m - \Delta H_{cond})}{RT} = k_0 \exp\frac{E_2}{RT} \quad (2.10)$$

Substitutie van de vergelijkingen 2.8 en 2.10 in 2.7 levert de temperatuurafhankelijke G.A.B.-vergelijking op. Deze vergelijking bevat vijf parameters: X_{w1} , C_{g0} , E_1 , k_0 en E_2. De waarden van deze parameters kunnen worden berekend door de betreffende vergelijking te fitten aan de experimentele resultaten (meestal drie sorptie-isothermen van één produkt). De lijnen in de grafiek zijn het resultaat van een dergelijke fitprocedure. De op deze manier verkregen temperatuurafhankelijke G.A.B.-vergelijking wordt gebruikt om de slib-water-*bindingsenthalpie* te berekenen met behulp van de Clausius-Clapeyron vergelijking. De slib-water-*bindingsenthalpie* als functie van het vochtgehalte voor het monster afkomstig van Veghel (geflocculeerd met 5 gew. % $FeCl_3$) is gegeven in figuur 21.



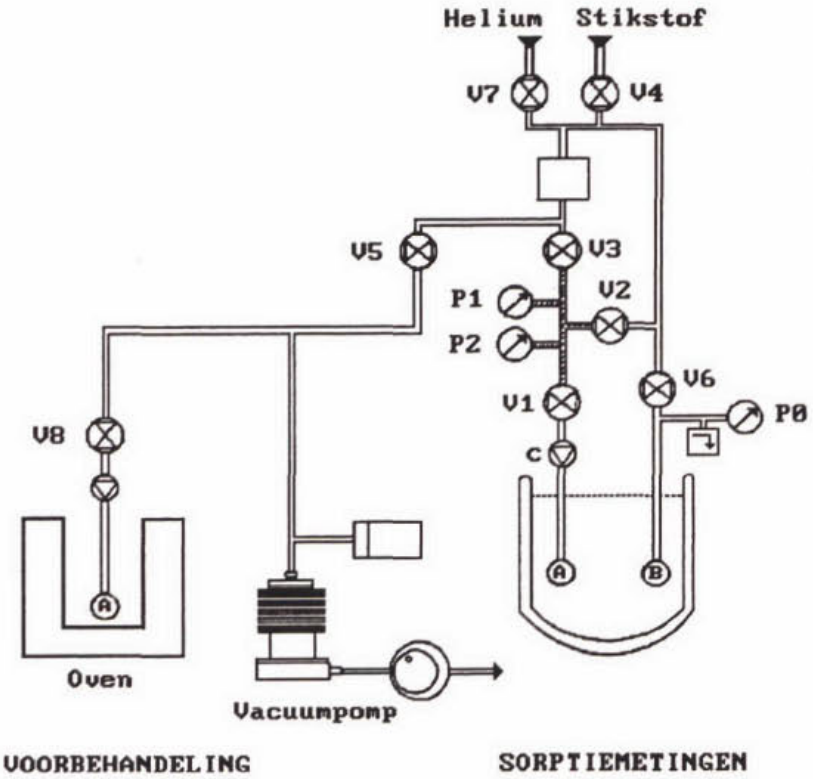
Figuur 21 *Bindingsenthalpie als functie van het vochtgehalte bepaald met de waterdampisotherm (—) en met behulp van TGA-DTA (- - -).*

In deze grafiek is tevens het resultaat gegeven van het TGA-DTA experiment dat is uitgevoerd met hetzelfde slibkoekmonster. Bij zeer lage vochtgehalten vlakt de curve, die verkregen is met behulp

van sorptie-isothermen, af. De *bindingsenthalpie* verkregen met behulp van het TGA-DTA experiment neemt echter verder toe. De vorm van de *bindingsenthalpie*curve, die verkregen is door meting van sorptie-isothermen komt goed overeen met die gemeten aan enkele produkten waarin ook organische cellen voorkomen, zoals aardappel (Görling, 1955) en hout (Pidgeon, 1930). De afwijking van de *bindingsenthalpie*curve, die verkregen is door een TGA-DTA meting, wordt veroorzaakt door het feit dat bij zeer lage vochtgehalten de verdampingssnelheid dm/dt sterker afneemt dan de heatflow Q. De verhouding tussen beiden $Q.(dm/dt)^{-1}$, die wordt gebruikt voor de berekening van de *bindingsenthalpie*, neemt hierdoor sterk toe. Een nadeel van de bepaling van de *bindingsenthalpie* door middel van sorptie-isotherm metingen is dat de *bindingsenthalpie* slechts kan worden berekend over een klein vochtgehaltegebied.

Coulter Omnisorp 100

Een ander instrument waarmee waterdamp-isothermen kunnen worden opgenomen is de Omnisorp-100 van de firma Coulter Electronics. In figuur 22 is een schematische weergave van het apparaat te zien.



***Figuur 22** Schematische weergave van de Omnisorp-100.*

De Omnisorp-100 bestaat uit twee afzonderlijke delen:

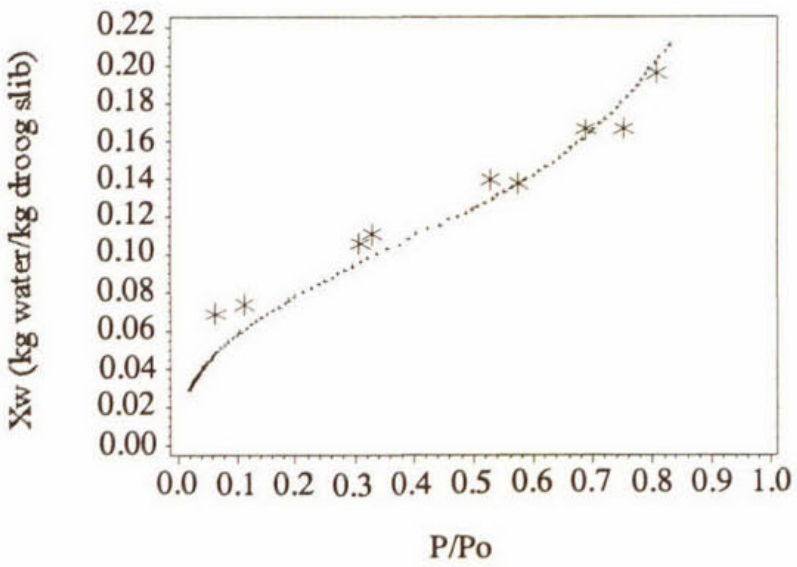
-Een ruimte voor de voorbehandeling van het monster. Als adsorptie uitgevoerd zal worden, moet het monster een voorbehandeling ondergaan. Deze bestaat uit het ontgassen van het monster

onder vacuüm bij hogere temperaturen. Bij desorptie kan een nat monster worden gebruikt en behoeft het monster dus geen voorbehandeling te ondergaan.

-Een sorptie-gedeelte waar de sorptie-experimenten uitgevoerd worden. Deze bestaat uit een manifold (stippellijn in figuur 22), een monsterbuis (A) en een referentiebuis (B). De referentiebuis bevat een kleine hoeveelheid sorbens, in dit geval gedemineraliseerd water.

In de monsterbuis wordt het monster gebracht. De referentiebuis is via de kleppen 1, 2 en 6 verbonden met de monsterbuis. Deze wordt gemeten met de manometer P_0. De druk in de manifold wordt gemeten met de manometers P_1 en P_2. Als klep 1 open is, komt de heersende druk overeen met de waterdampspanning in de monsterbuis.

Bij de start van een desorptie-experiment zal een gedeelte van de waterdamp boven het monster, overeenkomend met een bepaald drukverschil (bv. 2 torr), worden verwijderd. Er zal een nieuwe evenwichtssituatie ontstaan waarbij zich een nieuwe evenwichtsdruk zal instellen boven het monster. Opnieuw wordt een bepaalde hoeveelheid waterdamp verwijderd. Er stelt zich weer een nieuwe evenwichtssituatie in. Op deze manier wordt de hele desorptie-isotherm doorlopen. Het gedesorbeerde waterdampvolume kan worden berekend uit het verschil tussen de doseringsdruk en de evenwichtsdruk. Het verloop van het experiment wordt geregeld met de bij het instrument geleverde software. Eén van de grote voordelen van de Omnisorp-100 is dat aan één monster gemeten wordt. Bij de sorptiecarrousel worden twaalf monsters uit één filterkoek genomen. Deze kunnen qua samenstelling variëren omdat de filterkoek niet uniform van samenstelling is. In figuur 23 is het resultaat weergegeven van een desorptie-experiment uitgevoerd met Mierlo-slibkoek, geflocculeerd met 4,5 gew.% $FeCl_3$ op droge-stof basis.



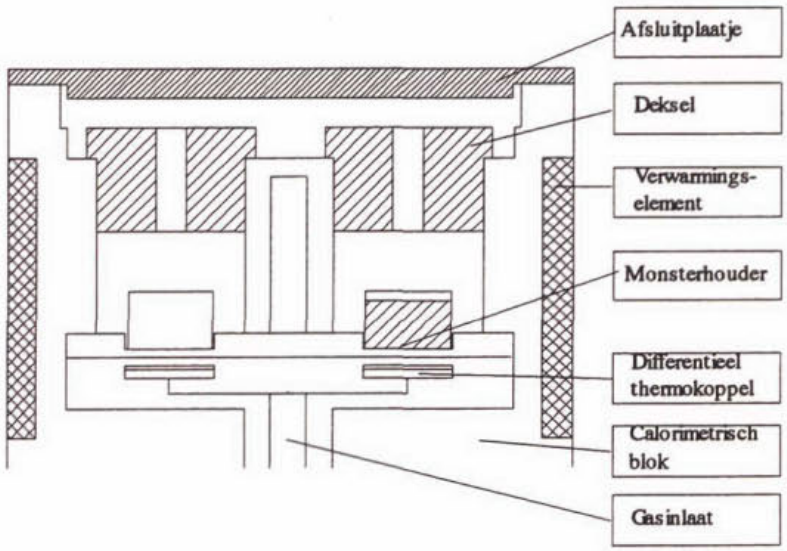
Figuur 23 *Desorptie-experimenten uitgevoerd met Mierlo-slib geflocculeerd met 4,5 gew. % $FeCl_3$. Sorptiecarrousel (*), Omnisorp-100 (+++).*

Het experiment is uitgevoerd bij een temperatuur van 25°C. We zien dat het aantal meetpunten bij de Omnisorp-100 vele malen groter is dan bij de sorptiecarrousel, waarbij de sorptie-isotherm

bepaald wordt door slechts 12 meetpunten. We zien ook dat het met de Omnisorp-100 mogelijk is de sorptie-isotherm op te nemen bij zeer lage wateractiviteiten ($a_w < 0,1$). Voor onze doeleinden is het gebied waarvoor geldt $a_w < 0,1$ zeer interessant daar de slib-water-*bindingsenthalpie* bij afnemende wateractiviteiten vanaf 0,1 sterk zal gaan toenemen. In figuur 23 zijn ook de resultaten gegeven van de experimenten die zijn uitgevoerd aan hetzelfde monster met de sorptiecarrousel. De resultaten van beide technieken zijn met elkaar in overeenstemming.
Het is pas sinds korte tijd mogelijk sorptie-metingen uit te voeren bij andere temperaturen dan 25°C. Het sorptie-gedeelte kan gethermostreerd kan worden, met behulp van warme lucht.

2.5.4 *Bindingsenthalpie* via DSC. *Vriescurven.*

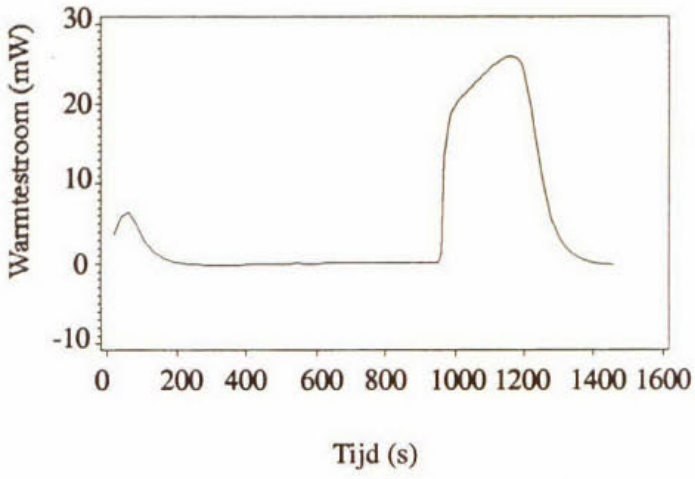
Met behulp van de thermische analyse techniek Differentiële Scanning Calorimetrie (DSC) kan een vriescurve van een monster worden opgenomen. De meetcel is in figuur 24 weergegeven.



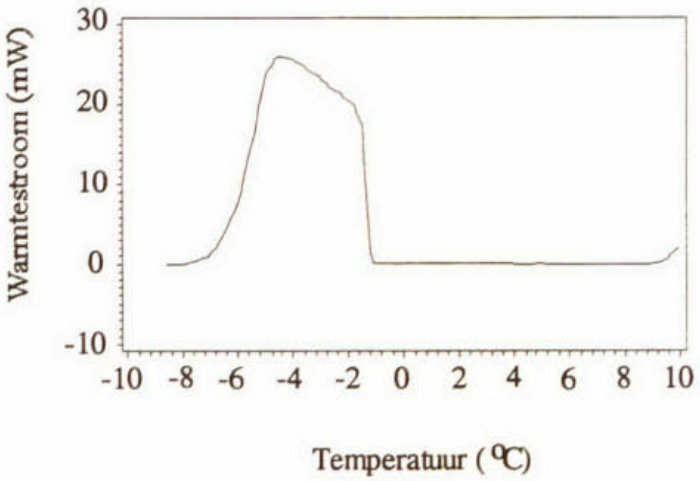
Figuur 24 *Schematische weergave van de DSC-opstelling.*

In het calorimetrisch blok bevinden zich twee cilindrische meetkamers. Elke meetkamer heeft een houder waarop het slibkoekmonster en de referentie geplaatst worden. De referentie is een leeg cupje. In een DSC-experiment worden de meetkamers in temperatuur verlaagd van 20 ^{0}C naar -20 ^{0}C met een afkoelsnelheid van 1 ^{0} C.min^{-1}. Een gedeelte van het in het monster aanwezige water zal kristalliseren. Hierbij komt kristallisatiewarmte (330 kJ.kg^{-1}) vrij. Het water dat niet kristalliseert heeft een *bindingsenthalpie* groter dan 330 kJ.kg^{-1}. Door verschillen in warmtestroom tussen het monster en de referentie zal een klein temperatuurverschil ontstaan. Dit verschil wordt gemeten. Het temperatuurverschil is een maat voor het verschil van beide warmtestromen. In de figuren 25 en 26 is de vriescurve weergegeven van een slibkoekmonster dat geflocculeerd is met 10 gew% $FeCl_3$. Het oppervlak onder de piek in figuur 25 is een maat voor de hoeveelheid gekristalliseerd water in het monster. Water dat niet gekristalliseerd is, wordt in deze context "gebonden water" genoemd. Er worden uiteenlopende waarden voor de hoeveelheid gebonden water gevonden variërend van 0,2 tot 5 kg gebonden water per kilogram drogestof. Er is geen duidelijke

relatie gevonden met de flocculant-dosering. Uit de *bindingsenthalpie*curven verkregen uit TGA-DTA-experimenten en uit *waterdampsorptie-isothermen* kan het vochtgehalte bepaald worden waarbij de *bindingsenthalpie* gelijk is aan 330 kJ(kg)$^{-1}$. Dit vochtgehalte blijkt in het algemeen niet overeen te stemmen met de hoeveelheid gebonden water bepaald in een DSC-experiment. Uit figuur 26 blijkt dat het kristallisatieproces niet begint bij 0 °C, maar bij een lagere temperatuur. Deze zogenaamde vriespuntsdaling is een maat voor de wateractiviteit van het monster.



Figuur 25 *Vriescurve van een slibkoekmonster geflocculeerd met 10 gew. % $FeCl_3$. Warmtestroom als functie van de tijd.*



Figuur 26 *Vriescurve van een slibkoekmonster geflocculeerd met 10 gew. % $FeCl_3$. Warmtestroom als functie van de temperatuur.*

Hoe sterker het water gebonden is, hoe lager de wateractiviteit, hoe meer het vriespunt zal dalen ten opzichte van het vriespunt van zuiver water. Het temperatuurgebied waarbinnen het water in het monster kristalliseert ligt tussen -0,5 °C en -11 °C. De wateractiviteit in dit gebied ligt tussen 0,9 en 0,99.

2.6 Ontwateringseigenschappen

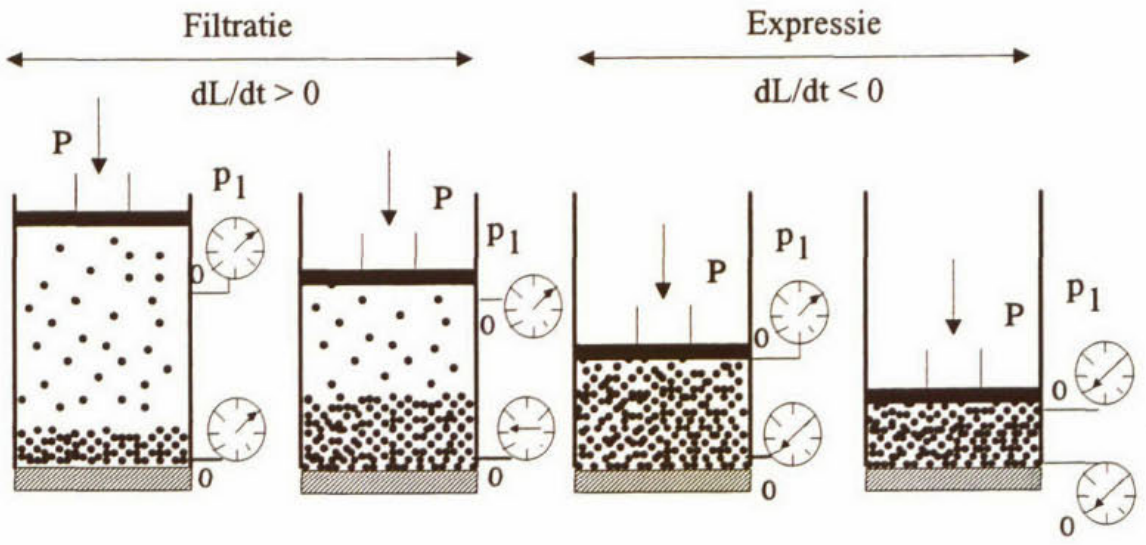
2.6.1 Inleiding

In Nederland worden voor de mechanische ontwatering van zuiveringsslib drie verschillende technieken gebruikt: kamerfilterpersen, zeefbandpersen en centrifuges. Het mechanisch ontwateren van zuiveringsslib is gebaseerd op het filtratie- en expressieproces. Om het filtratie- en/of expressieproces te simuleren op laboratoriumschaal zijn er drie meetopstellingen gebruikt in dit onderzoek: de filtratie-expressiecel, de Modified-Filtration-Test-opstelling (*MFT*) en het conventionele en vernieuwde Capillary-Suction-Time-apparaat (*CST*).

Ter verduidelijking van wat nu precies de filtratie- en expressiefase inhoudt, wordt in figuur 27 een schematische weergave getoond van een laboratoriumopstelling waarin slib wordt gefiltreerd en uitgeperst. De drukmeters in dit plaatje geven de vloeistofdruk aan. Uitpersen van een poreus medium, zoals slib, is alleen zinvol als het poreuze medium compressibel is. Een medium is compressibel indien de stromingsweerstand en het vochtgehalte van het poreuze medium veranderen bij veranderende aangelegde mechanische druk. In figuur 27 is te zien dat tijdens de filtratie-fase de slurry langzaam verdwijnt en een koek wordt opgebouwd ($dL/dt > 0$, waarbij L de koekdikte voorstelt). Aan het begin van het experiment is de vloeistofdruk p_l overal in de slurry gelijk aan de druk die er mechanisch met behulp van de zuiger wordt opgezet (P), terwijl de druk op de deeltjes dan overal gelijk is aan nul. Gedurende de filtratie-fase blijft aan de bovenzijde van de koek de vloeistofdruk gelijk aan de aangelegde mechanische druk. Bij het filtermedium wordt de vloeistofdruk steeds lager, terwijl de druk op de deeltjes steeds groter wordt. Overal in de koek geldt dat de som van de vloeistofdruk en de druk op de deeltjes gelijk is aan de opgelegde mechanische druk. Wanneer de uitstroomsnelheid door het filtermedium een constante waarde bereikt, kan bij benadering worden gesteld dat de expressiefase begint. Hierbij wordt de koek uitgeperst ($dL/dt < 0$). De vloeistofdruk aan de bovenzijde van de koek wordt steeds lager tot die net als bij het filtermedium gelijk is aan nul. De druk op de deeltjes is dan in de hele filterkoek gelijk aan de aangelegde mechanische druk. Dit betekent dat de filterkoek een uniforme koekstructuur heeft en dat dus het vochtgehalte over de gehele koekhoogte dezelfde waarde heeft. Vloeistofstroming zal pas weer gaan optreden indien de mechanische druk wordt verhoogd.

Een groot aantal factoren kan het ontwateringsgedrag van slib beïnvloeden. Een aantal belangrijke factoren zijn:

- deeltjesgrootte, vorm en morfologie
- deeltjesaggregatie (flocculatie)
- effect van vloeistofstroming op de compressie van de filterkoek
- slurryconcentratie.



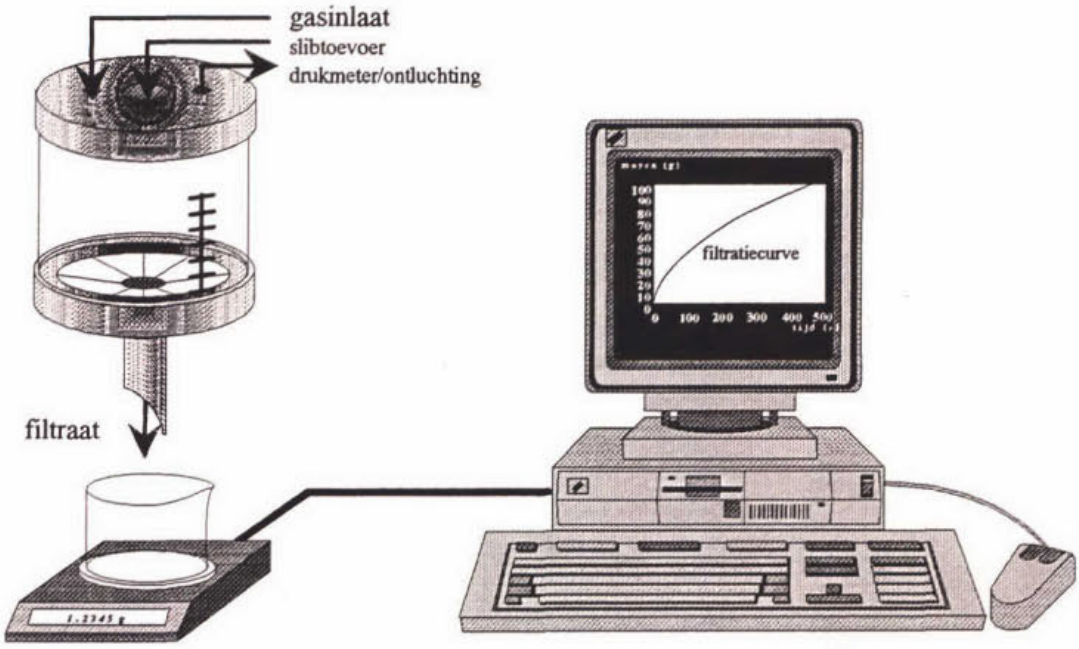
Figuur 27 *Schematische voorstelling van het filtratie- en expressieproces in een laboratoriumopstelling (Yeh, 1985). dL/dt is de snelheid waarmee de koekdikte verandert.*

2.6.2 De filtratie-expressiecel

De filtratie-expressiecel is een geautomatiseerde meetopstelling waarmee filtratie- en expressie-experimenten uitgevoerd kunnen worden. In figuur 28 is een schematische tekening gegeven van de meetopstelling. Via een trechter wordt geflocculeerd slib in een perspex cilinder gebracht. Het filtratieproces wordt gestart door een bepaalde gasdruk op de slibsuspensie te zetten. De aangelegde druk is de drijvende kracht voor de vast-vloeistofscheiding. Op het filtermedium vindt de koekopbouw plaats. De vloeistof (filtraat) wordt opgevangen in een bekerglas dat rust op een weegschaal. Deze is gekoppeld aan een PC. De data (massa en tijd) worden ingelezen. Na afloop van het filtratieproces kan er een zuiger op de ontstane slibkoek worden aangebracht en kan de koek worden uitgeperst (expressie). Uit de expressiefase kan de totale *expressietijd, einddrogestofgehalte* en *visco-elastische materiaalparameters* (zie hoofdstuk3) worden afgeleid. Tevens kan de filterkoek in een filtratie-expressiecel worden gekarakteriseerd m.b.v. *hydraulischedrukprofielen* en *porositeitsprofielen (NMR-imaging)*, zie hoofdstuk 3. Indien slib wordt gefiltreerd, wordt een compressibele koek gevormd (zie hoofdstuk 3).

Voor de bepaling van de *gemiddelde specifieke filtratieweerstand* stellen we bij benadering dat het slib zich incompressibel gedraagt. Het koekfiltratieproces kan in dit geval beschreven worden door middel van de geïntegreerde Darcy-vergelijking. De vergelijking kan als volgt worden weergegeven:

$$t = \frac{\alpha \eta c_v}{2A^2 \Delta p} * V^2 + \frac{\eta R}{A \Delta p} * V \qquad (2.11)$$



Figuur 28 *Schematische weergave van de filtratie-expressie cel.*

waarin:	α = *specifieke filtratieweerstand*	[$m.kg^{-1}$]
	η =viscositeit van het filtraat	[Pa.s]
	A = oppervlak van het filtermedium	[m^2]
	c_V = concentratie vaste stof in de suspensie	[$kg.m^{-3}$]
	Δp = aangelegde drukverschil	[Pa]
	t = tijd	[s]
	V = filtraatvolume	[m^3]
	R = weerstand filtermedium	[m^{-1}]

Bovenstaande vergelijking geeft een kwadratisch verband weer tussen de tijd en het filtraatvolume. De experimentele filtratiecurve wordt gefit aan deze vergelijking. Het resultaat van deze fitprocedure is de waarde van de gemiddelde *specifieke filtratieweerstand* α. De filtratieweerstand is een goede maat voor de gemiddelde filtratiesnelheid en wordt als karakteriseringsparameter in dit onderzoek gebruikt. Met behulp van de filtratiecel kan het effect van verschillende procesparameters, zoals type en dosering flocculant, hoeveelheid slib (= koekdikte) en aangelegde gasdruk, op het filtratiegedrag onderzocht worden. In het kader van het karakteriseringsonderzoek is de invloed van de dosering en het type flocculant onderzocht. In alle experimenten is een hoeveelheid van 100 ml slib en een aangelegde druk van 2 bar gebruikt. In figuur 29 is het resultaat te zien van een experiment dat is uitgevoerd met

Mierlo slib geflocculeerd met 10 gew.% $FeCl_3$ en 20 gew.% $Ca(OH)_2$. In de grafiek is ook de Darcy-plot gegeven.

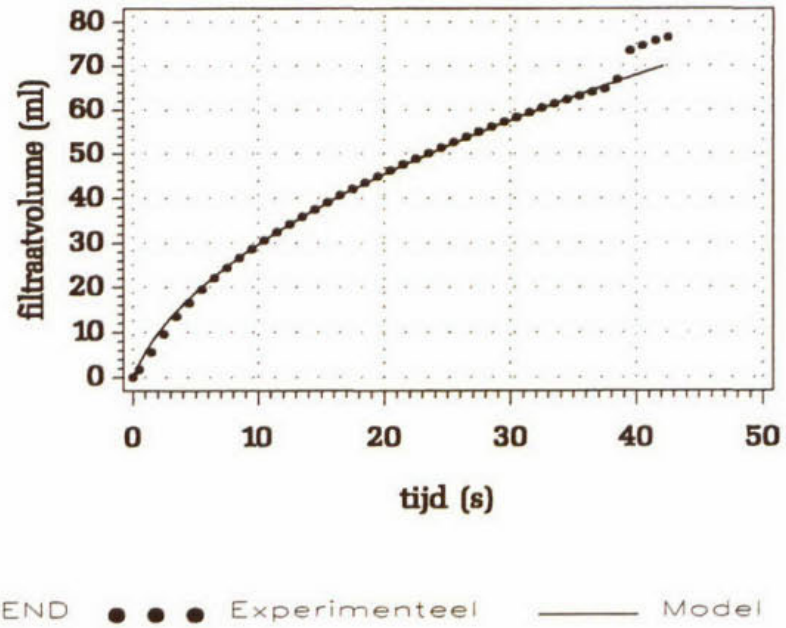
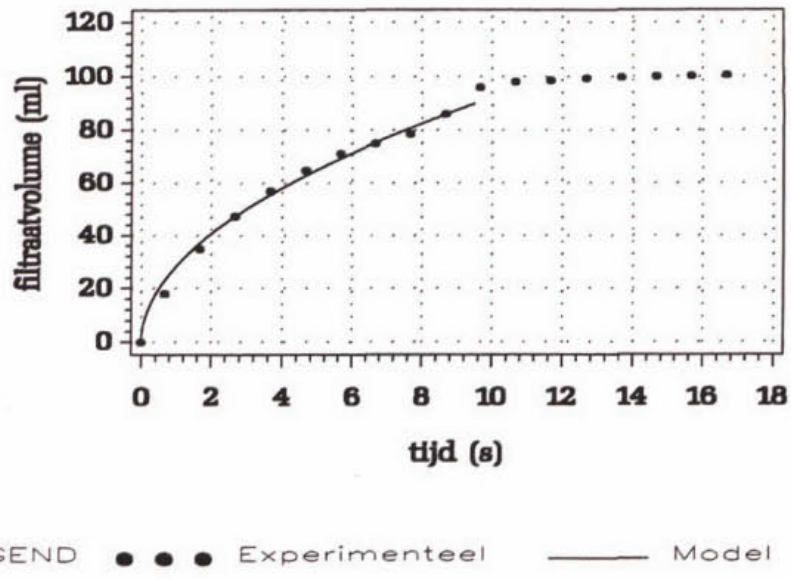
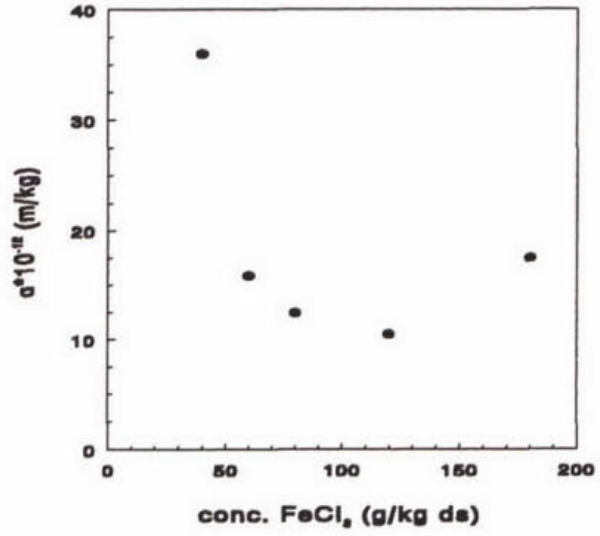


Figure 29 *Filtratiecurve van Mierlo-slib geflocculeerd met 10 gew.% $FeCl_3$ en 20 gew.% $Ca(OH)_2$. Δp = 200 kPa.*

Op tijdstip t = 38 s zien we dat het filtraatvolume plotseling stijgt. Dit wordt veroorzaakt door het barsten van de koek. Het resultaat van een experiment, dat verricht is aan een slibmonster dat vooraf geflocculeerd is met polyelectrolyt KF975, is in figuur 30 weergegeven. Uit de experimenten blijkt dat de filtratiesnelheid sterk afhankelijk is van de dosering flocculant. De filtratiesnelheid heeft een maximale waarde bij een bepaalde dosering. Dit is weergegeven in figuur 31, waarin de *specifieke filtratieweerstand* is gegeven als functie van de flocculantdosering. Bij lage concentraties flocculant treedt adsorptie van ijzerhydroxyde-complexen niet of nauwelijks op (onvoldoende flocculatie). Bij hoge concentraties is er sprake van een overmaat aan flocculant, waardoor de negatieve lading van het slib mogelijk overgecompenseerd wordt door de positief geladen flocculantdeeltjes. Er treedt restabilisatie op.



Figuur 30 *Filtratiecurve van Mierlo-slib geflocculeerd met 9 g polyelectrolyt. (kg ds)$^{-1}$ KF975. Δp = 200 kPa.*

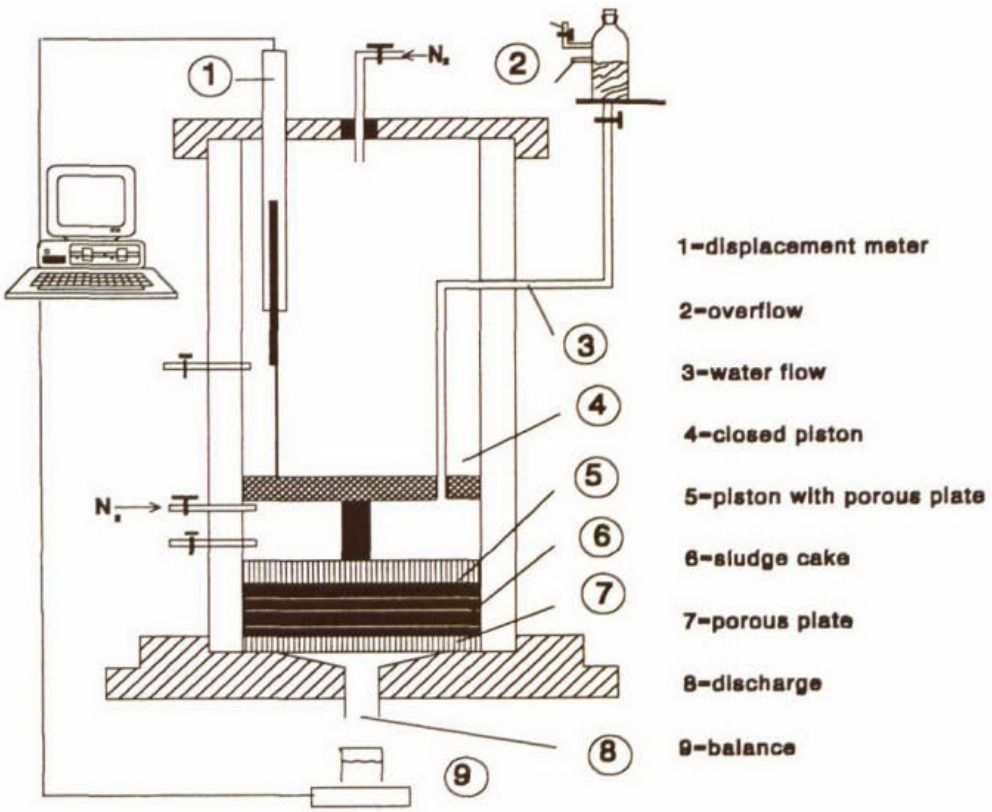


Figuur 31 *Gemiddelde specifieke filtratieweerstand α als functie van de $FeCl_3$-oplossing.*

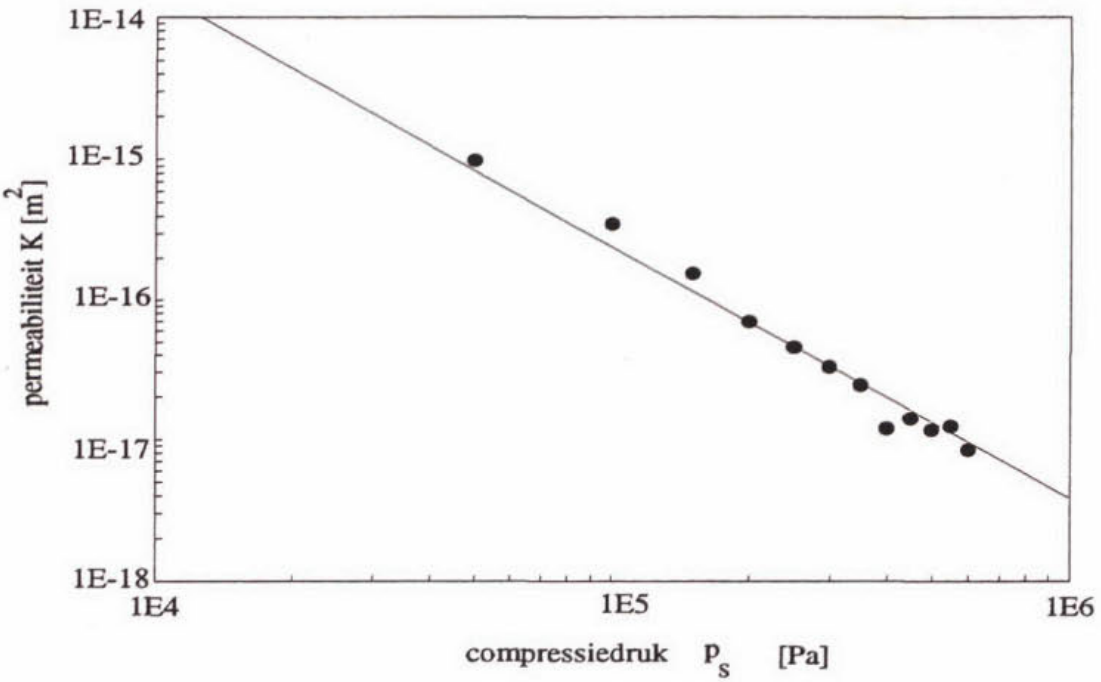
Een typisch verschil tussen de filtratie-experimenten, uitgevoerd met $FeCl_3/Ca(OH)_2$ enerzijds en polyelectrolyten anderzijds, is dat de *specifieke filtratieweerstand* van slibben geflocculeerd met $FeCl_3$ en Ca(OH)2 vijf tot tien maal groter is dan die van slibben geflocculeerd met polyelectrolyt.

2.6.3 De compressie-permeabiliteitscel

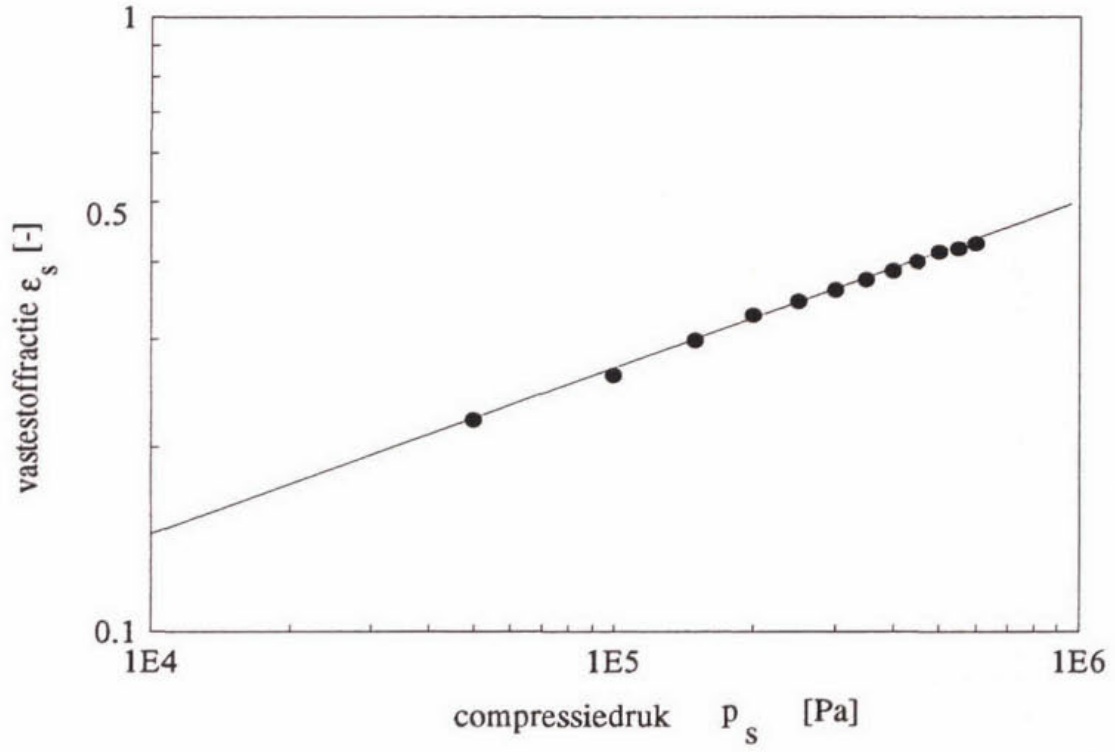
Een andere opstelling waarmee het ontwateringsgedrag kan worden bestudeerd is de compressie-permeabiliteitscel (CP-cel). Hiermee kunnen de *permeabiliteit*, de *porositeit* en *compressiecoëfficiënten* (zie hoofdstuk 3) als functie van de compressiedruk worden bepaald. In figuur 32 is een schematische schets gegeven van de CP-cel. Onderin de cel bevindt zich het filtermedium (filtreerpapier) dat door een poreuze plaat wordt ondersteund. De onderste, poreuze en waterdoorlaatbare, zuiger is star verbonden met de bovenste gesloten zuiger. Op deze gesloten zuiger kan een gasdruk worden aangebracht, die de mechanische druk op de filterkoek bepaalt indien de evenwichtssituatie is bereikt. De massa van het filtraat wordt als functie van de tijd gemeten met behulp van een balans die is aangesloten op een computer. Door nu verschillende mechanische drukken op te leggen, kan het verband tussen de porositeit, de permeabiliteit en de compressiedruk worden gemeten. Voorbeelden zijn gegeven in de figuren 33 en 34. Deze metingen zijn dus zeer geschikt om de slibkoek te karakteriseren. Bovendien geven deze metingen snel een idee over *einddrogestofgehaltes* bij verschillende compressiedrukken.



Figuur 32 *Schematische weergave van de compressie-permeabiliteitscel.*



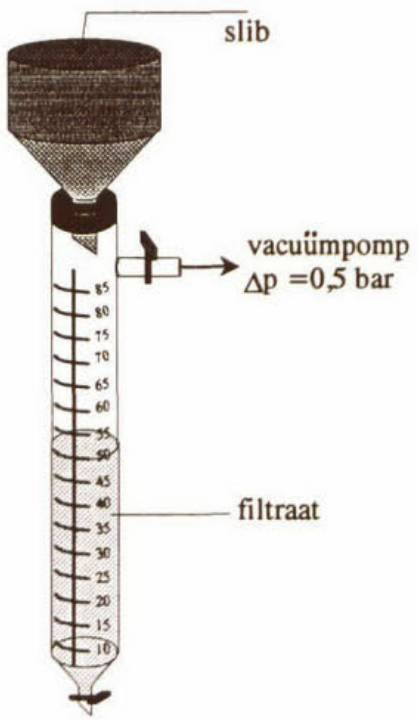
Figuur 33 *Voorbeeld van een resultaat van een CP-cel experiment. Permeabiliteit versus compressiedruk.*



Figuur 34 *Voorbeeld van een resultaat van een CP-cel experiment. Vastestoffractie versus compressiedruk.*

2.6.4 *Modified filtration test*

De *Modified filtration test* (*MFT*) is ontwikkeld door TNO (Heide en Kampf, 1983). Met deze test kan een maat verkregen worden voor zowel de filtratiesnelheid als het bereikbare drogestofgehalte na persen (NEN 6691, Bepaling van de ontwaterbaarheid met de *MFT*-methode). In figuur 35 is de *MFT*-opstelling schematisch weergegeven. Geflocculeerd slib wordt in de büchnertrechter gebracht en gefiltreerd bij een onderdruk van 0,5 bar. Nadat er een enigszins droge koek is ontstaan, wordt een stuk plasticfolie over de slibkoek gespannen. Ter aandrukking wordt op het folie een waterlaag gebracht, waarna de persfase van het filtratieproces ingaat. Het experiment wordt na tien minuten beëindigd. Het gewicht van de koek wordt bepaald voor en na drogen bij 105 °C.



***Figuur 35** Schematische weergave van de MFT-opstelling.*

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

- *AZT60* [s] = de *(Af-Zuig) Tijd* nodig om 60 ml filtraat op te vangen
- *MFTds* [%] = het *drogestofgehalte* van de koek

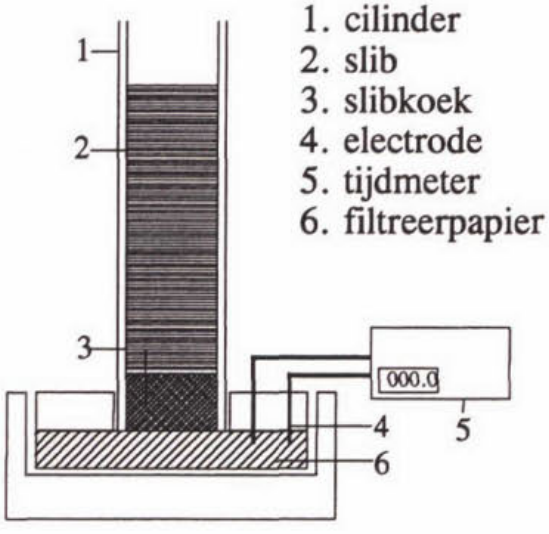
afgeleide grootheden:

- *MFTid* [$^{g}/_{g}$] = het aantal gram water in de koek per gram droge stof van het slib in suspensie.
- *MFTrw* [%] = het percentage (resterend) water in de koek betrokken op de hoeveelheid water in de suspensie.

De *AZT60* is een maat voor de filtratiesnelheid. Als maat voor het drogestofgehalte in de koek wordt vooral de *MFTid* gebruikt omdat deze, in tegenstelling tot de *MFTds*, onafhankelijk is van de hoeveelheid flocculant. Dit is belangrijk om verschillende waarden met elkaar te kunnen vergelijken. De doseringen $FeCl_3$ en $Ca(OH)_2$ zijn ongeveer 10 maal zo groot als die van polyelectrolyt. De dosering flocculant blijkt ook hier een duidelijke invloed te hebben op het ontwateringsgedrag van de slibsuspensie. Bij een bepaalde dosering flocculant is zowel de *AZT60* alsmede de *MFTid* minimaal. In hoofdstuk 4 wordt hier nader op ingegaan. De resultaten van de *MFT*-experimenten zijn gegeven in hoofdstuk 2 en DEEL 6. De *AZT60* blijkt voor slibben geflocculeerd met polyelectrolyt is vaak een factor 10 lager te liggen dan die voor slibben geflocculeerd met $FeCl_3$ / $Ca(OH)_2$. De *MFTid* blijkt voor slib geflocculeerd met $FeCl_3$ / $Ca(OH)_2$ iets kleiner te zijn dan die voor polyelectrolyt.

2.6.5 Het conventionele *CST*-apparaat

Met het conventionele *Capillary Suction Time (CST)* apparaat (Triton Electronics Ltd.) kan op een eenvoudige manier een indruk verkregen worden van de *filtratiesnelheid* van een slibmonster (NEN 6690, Bepaling van de capillaire zuigtijd (*CST* waarde)). In figuur 36 is de opstelling schematisch weergegeven.



Figuur 36 *Schematische weergave van de conventionele CST-opstelling.*

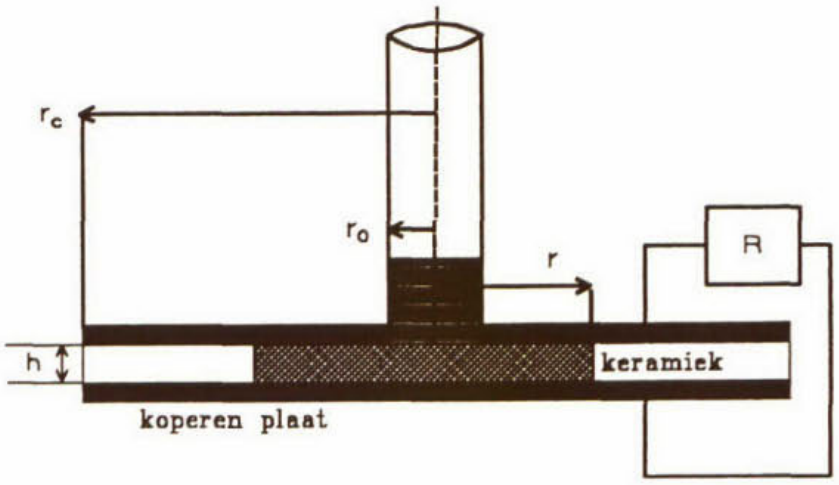
In de cilinder, die rust op een filtreerpapier, wordt slib gegoten. Door de capillaire zuigkracht van het papier wordt het filtraat in het papier gezogen. Een vloeistoffront wordt gevormd dat zich in radiale richting verplaatst. Op het papier zijn twee elektroden aangebracht. De elektroden zijn aan-

gesloten op een tijdmeter. Wanneer het vloeistoffront de eerste elektrode bereikt start de tijdmeting. De tijdmeting stopt als het front bij de tweede elektrode is aangekomen. De af te lezen tijd, de *CST*, is een maat voor de filtratiesnelheid. Experimenten kunnen worden uitgevoerd met zowel geflocculeerd als ongeflocculeerd slib. Bij de experimenten, uitgevoerd met ongeflocculeerd slib, is de spreiding in *CST*-waarden zeer groot, m.a.w. de reproduceerbaarheid is slecht. *CST*-waarden voor ongeflocculeerd slib liggen in de ordegrootte van enkele honderden seconden. Bij slib geflocculeerd met $FeCl_3$ is de spreiding klein en geeft de *CST*- waarde een juiste indruk van de ontwaterbaarheid. De *CST*-methode lijkt niet erg geschikt voor slibmonster met grote vlokken, zoals vaak het geval is bij slib geflocculeerd met polyelectrolyt. Door de grote en ijle vlokken is er nauwelijks sprake van koekvorming. De gemeten *CST*-waarden zijn slechts het gevolg van het in het filtreerpapier gezogen worden van het filtraat zonder dat er sprake is van enige stromingsweerstand ten gevolge van koekvorming. De *CST*-waarden zijn derhalve ook zeer laag.

2.6.6 Het gemodificeerde *CST*-apparaat

Het gemodificeerde CST-apparaat, dat in figuur 37 schematisch is weergegeven, onderscheidt zich t.o.v. de conventionele uitvoering op de volgende drie punten:

- *een keramische plaat i.p.v. filtreerpapier.* De keramische plaat heeft de volgende eigenschappen: dikte h=1 mm, porositeit ε=0,46 en permeabiliteit $K_f=9{,}6*10^{-15}$ m^2. Het voordeel van het keramiek ten opzichte van papier is dat keramiek een isotroop materiaal is. De consequentie is dat er bij keramiek een cirkelvormig vloeistoffront ontstaat; bij papier bestaat er altijd een bepaalde voorkeursrichting voor vloeistofstroming waardoor er een elliptisch vloeistoffront ontstaat. Door gebruik te maken van keramiek in plaats van filtreerpapier als capillair medium zal de reproduceerbaarheid van de metingen worden verbeterd.



Figuur 37 Schematische weergave van de gemodificeerde CST-opstelling.

- *een continue registratie van het vloeistoffront als functie van de tijd.* Tijdens een experiment zal vloeistof in radiale richting in de keramische plaat trekken. Ten gevolge van penetratie van vloeistof in de keramische plaat zal de elektrische weerstand hiervan afnemen. De keramische plaat is ingeklemd tussen twee koperen platen die dienen als elektroden. Een multimeter verbonden aan de elektroden meet de elektrische weerstand continu in de tijd. Een voorwaarde hierbij is dat de meetfrequentie gelijk is aan 10 kHz. De situatie op een bepaald moment van de meting is geschetst in figuur 37. De totale elektrische weerstand R_{tot} van het keramiek wordt gegeven door:

$$R_{tot} = \frac{R_d R_w}{R_d + R_w} \qquad (2.12)$$

waarin:

R_d	=	elektrische weerstand van het droge deel van het keramiek	[Ω]
R_w	=	elektrische weerstand van het bevochtigde deel van het keramiek	[Ω]

De positie van het vloeistoffront r op een willekeurig tijdstip t kan worden berekend met behulp van de formule:

$$r(t) = \sqrt{\frac{\rho_w}{\rho_d - \rho_w} * \left[\frac{\rho_d * h}{R_{tot} * \pi} - r_c^2 \right]} \qquad (2.13)$$

waarin:

r_w	=	specifieke weerstand van het bevochtigde keramiek	[Ωm]
r_d	=	specifieke weerstand van het droog keramiek	[Ωm]
r_c	=	straal van keramische plaat	[m]
h	=	dikte van keramische plaat	[m]

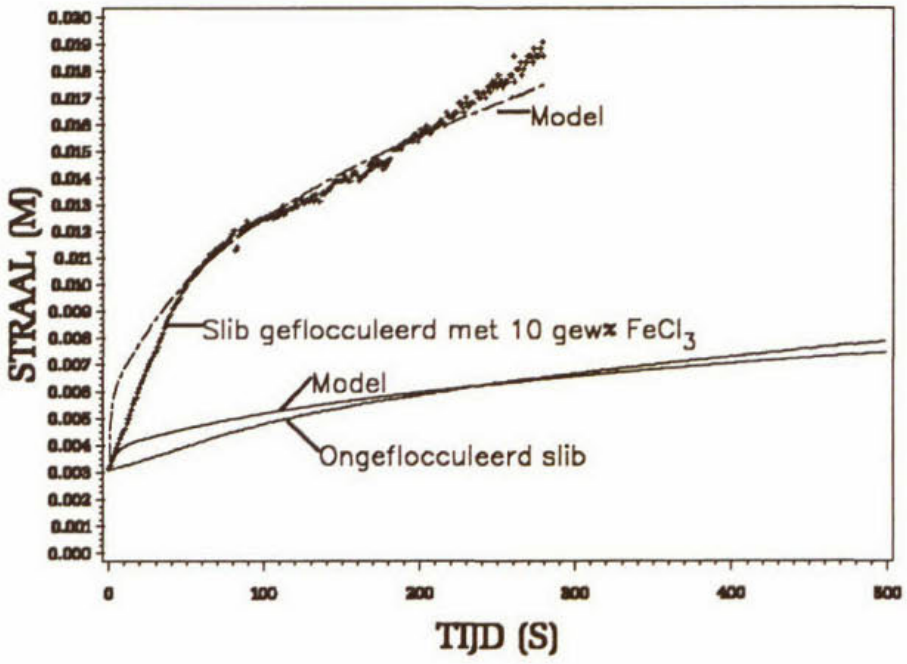
Op deze manier kan de positie van het vloeistoffront continu geregistreerd worden in de tijd. Dit in tegenstelling tot het conventionele *CST*-apparaat, waarbij de plaats van het front slechts op twee tijdstippen wordt gemeten.

- *de specifieke filtratieweerstand kan uit experimenteel resultaat worden berekend.* Zoals in DEEL 7: ONTWIKKELING VAN GEMODIFICEERD CST-APPARAAT uitvoerig wordt behandeld, is tevens een fysisch-mathematisch model ontwikkeld voor het ontwateringsproces in het gemodificeerde CST-apparaat. In dit model wordt de positie van het vloeistoffront r(t) beschreven als functie van de drijvende krachten enerzijds (capillaire zuigkracht van keramische plaat en de

zwaartekracht) en stromingsweerstanden anderzijds (reciproke permeabiliteit van de keramische plaat en *specifieke filtratieweerstand* slibkoek). Dus:

r(t)=functie(capillaire kracht, zwaartekracht, permeabiliteit, *specifieke filtratieweerstand* slib)

De capillaire kracht kan m.b.v. het gemodificeerde CST-apparaat worden vastgesteld indien puur water als monster wordt gebruikt. De permeabiliteit van de keramische plaat kan worden bepaald m.b.v. een drukcel, waarin puur water door de keramische plaat wordt geperst. Uit de wet van Darcy volgt dan de permeabiliteit. Door nu het CST-model toe te passen op het experimentele resultaat r(t) kan de *specifieke filtratieweerstand* van de slibkoek worden gevonden. In figuur 38 zijn resultaten te zien van twee experimenten, uitgevoerd onder identieke procesomstandigheden, met Eindhoven-slib.



***Figuur 38** Resultaat van CST-experimenten uitgevoerd met geflocculeerd en ongeflocculeerd Eindhoven-slib.*

Er zijn een ongeflocculeerd slibmonster en een slibmonster geflocculeerd met 10 gew% $FeCl_3$ / 20 gew% $Ca(OH)_2$ gebruikt. In de figuur zijn tevens de resultaten gegeven van de theoretische modelberekeningen. Volgens verwachting verloopt het intrekken van de vloeistof bij het ongeflocculeerde monster veel langzamer dan bij het geflocculeerde monster, hetgeen te wijten is aan de hogere *specifieke filtratieweerstand* van het ongeflocculeerde slibmonster.

De waardes die worden gevonden voor de *specifieke filtratieweerstand* α zijn:

ongeflocculeerd : $\alpha = 1.24 \cdot 10^{15}$ m.kg^{-1}

geflocculeerd : $\alpha = 2.56 . 10^{13}$ m.kg^{-1}

Met behulp van het nieuwe meetinstrument is het dus mogelijk om de *specifieke filtratieweerstand* van alle slibmonsters te bepalen, dus ook van ongeflocculeerd slib. Dit laatste is vrijwel niet mogelijk met de filtratie-expressie-cel. Vergelijking van de *specifieke filtratieweerstand* van geflocculeerd slib bepaald met het gemodificeerde CST-apparaat en de normale filtratieopstelling leverde een verschil van een factor 1.6. Dit is een redelijk verschil. Oorzaak van dit verschil zou de wandfrictie tussen het slib en de CST-buis en sedimentatie kunnen zijn.

2.7 Resultaten en evaluatie

2.7.1 Resultaten karakterisering vier slibben

De besproken karakteriseringsmethoden zijn toegepast op vier zuiveringsslibben, afkomstig van vier verschillende rioolwaterzuiveringsinstallaties. De installaties verschillen o.a. in type (aëratietank of oxydatiesloot), percentage industriëel afvalwater en stabilisatiewijze (aëroob, anaëroob). Hieronder worden enkele karakteristieken m.b.t. de herkomst van deze slibben tabellarisch samengevat.

Locatie	Ratio huishoudelijk/ industriëel	Primair of Secundair	Wel of geen gisting
Mierlo	60/40	mengsel	geen gisting
de Lage Zwaluwe	100/0	secundair	geen gisting
Amsterdam Oost	100/0	mengsel	gisting
Veghel	35/65	secundair	geen gisting

Tabel 3. *Typische kenmerken van de betreffende rwzi's.*

Voor meer informatie over de herkomst van de slibben zij verwezen naar APPENDIX 1, terwijl in §2.2 en APPENDIX 2 nadere toelichting wordt gegeven omtrent het gevolgde werkschema en de werkprocedures. Wellicht toch nuttig om hier nog even op te merken: de flocculatie van de slibmonsters heeft in alle gevallen plaatsgevonden in het laboratorium, waarbij gestreefd is naar steeds dezelfde flocculatiecondities. Er zijn drie typen flocculanten gebruikt, nl.: $FeCl_3/Ca(OH)_2$ en de polyelectrolyt Röhm KF975 en de polyelectrolyt die op de betreffende rwzi wordt gebruikt. Ook ongeflocculeerd slib is als zodanig gekarakteriseerd.

Ter illustratie worden in dit Samenvattend Verslag alleen de meetgegevens van Mierlo slib uitvoerig gepresenteerd (zie APPENDIX 3).

Voor ongeflocculeerde en geflocculeerde slibben zijn de meetgegevens als volgt samengevat in APPENDIX 4: per type flocculant zijn de meetgegevens van de vier slibben, althans voor zover mogelijk, in één tabel weergegeven, zodat een onderlinge vergelijking van de slibben gemakkelijker wordt; ook worden in één tabel de meetgegevens van de vier ongeflocculeerde slibben samengevat. Voor een uitvoerige rapportage van alle meetresultaten van de vier slibben zij verwezen naar DEEL 5: SLIB-/WATERBINDING en DEEL 6: KARAKTERISERING VAN SLIBBEN.
Uit de meetgegevens van Mierlo-slib blijkt dat er voor alle gebruikte flocculanten een optimale flocculantdosering is waarbij geldt dat de MFTid, CST-waarde, AZT-60, specifieke filtratieweerstand en ijzerionenconcentratie in het filtraat minimaal zijn en de thixotropie en mediaan van de deeltjesgrootteverdeling maximaal zijn. De optimale flocculantdoseringen zijn respectievelijk 90 g $FeCl_3$/(kg ds)$^{-1}$/200 g $Ca(OH)_2$, 9 g (kg ds)$^{-1}$ KF975 en 18 g (kg ds)$^{-1}$ Nalco 41/62. De dosering waarbij ladingsomkeer plaatsvindt komt niet overeen met de optimale flocculantdosering. De bindingsenthalpie neemt bij afname van het vochtgehalte vanaf 0,5 kg water (kg ds)$^{-1}$ sterk toe en is onafhankelijk van type en dosering flocculant.

2.7.2 Evaluatie van karakteriseringsmethoden.

In dit onderzoek heeft niet elke meetmethode bruikbare informatie m.b.t. slibontwatering opgeleverd. Naarmate inzichten en kennis van ontwateringsprocessen groeien, is het denkbaar dat informatie, die *nu niet* relevant wordt geacht, dat in de *toekomst wel* zou kunnen worden. Hieronder zal getracht worden om voor iedere onderzocht slibeigenschap en/of meetmethode aan te geven wat op dit moment de betekenis ervan is in relatie tot een mechanisch ontwateringsproces. Verder is het goed zich te realiseren dat meetmethoden, die in een onderzoekslaboratorium belangrijke informatie kunnen opleveren, niet altijd even geschikt zijn voor toepassing in de RWZI-praktijk.

De ***drogestofgehalten*** van slib en slibkoek, die relatief eenvoudig te bepalen zijn, zijn uiteraard belangrijke parameters in een mechanische ontwateringsproces en de noodzaak voor de meting ervan behoeft hier geen nadere toelichting.

De ***gloeirest***, eveneens via een eenvoudige meting vast te stellen, geeft slechts beperkte informatie over het gedrag van slib in een mechanisch ontwateringsproces. Meestal correleert een hogere gloeirest met een betere ontwaterbaarheid van het slib.

Het ***ATP-gehalte*** biedt geen enkel houvast omtrent de voorspelbaarheid van de ontwaterbaarheid van slib en deze meetmethode is daarom in dit verband niet interessant.

De ***Electrokinetic Sonic Analyzer (ESA)*** blijkt geen geschikte informatie op te leveren m.b.t. de optimale flocculatiecondities. Daar het ESA-signaal correspondeert met de zêta-potentiaal was dat volgens de DLVO-theorie wel te verwachten. De optimale flocculatiecondities zouden bij zêta-potentiaal=0 moeten liggen en dat blijkt bij zuiveringsslib niet het geval te zijn. Deze meetmethode wordt daarom niet aanbevolen voor toepassing in de RWZI-praktijk. Bovendien zijn de investeringskosten van dit geavanceerde apparaat vrij hoog (ca. 150 Kfl.) en is een colloïd-chemisch geschoolde persoon nodig voor een adequate bediening van het apparaat. Bij de bestudering van flocculatiegedrag in het laboratorium is deze meetmethode echter zeer nuttig gebleken, met name bij flocculatie m.b.v. ijzerchloride.

De bepaling van de ***ijzerionenconcentratie in het filtraat*** kan snel en eenvoudig spectrofotometrisch worden uitgevoerd. Bij optimale flocculatiecondities is de ijzerionenconcentratie in het filtraat minimaal. Daarom levert deze meting nuttige informatie over de ontwaterbaarheid van slib dat met ijzerchloride/kalk is geflocculeerd.

Een betrouwbare meetmethode voor de ***polyelectrolytconcentratie in het filtraat*** is op dit moment niet voorhanden . De spectrofotometrische meting wordt ernstig verstoord door de aanwezigheid van vele zeer kleine stofdeeltjes in het filtraat. Mogelijk kan de methode verbeterd worden door filtraatmonsters vooraf te centrifugeren, maar dit is niet verder onderzocht.

De bepaling van de ***deeltjesgrootteverdeling*** van slibdeeltjes kan tot op zekere hoogte effectief gebeuren m.b.v. ***Image Analysis***, maar deze meetmethode blijft desondanks zeer arbeidsintensief. Ook blijft het moeilijk om een representatieve en objectieve maat te krijgen van de deeltjesgrootte vanwege de grillige vorm der deeltjes en vanwege het feit dat een projectie van 3-dimensionale en asymmetrische deeltjes op een plat vlak wordt geanalyseerd. Verder dient men te bedenken dat deze meting wordt verricht aan onbelaste/ongedeformeerde deeltjes. Ondanks al deze bezwaren kunnen bij een gegeven slibmonster de veranderingen in de gemeten deeltjesgrootteverdelingen als functie van de flocculantdosering goed worden waargenomen. Bij de optimale flocculatiecondities blijken de slibvlokken het grootst te zijn. Een meetmethode die snel en on-line informatie over vlokgroottes kan geven zou in de praktijk gebruikt kunnen worden voor de sturing van de flocculantdosering. Verder onderzoek zou nodig zijn om vast te stellen of een geschikte meetprocedure, gebruikmakend van Image Analysis, voor dit doel kan worden ontwikkeld.

De ***reometer*** blijkt geschikt te zijn voor de bepaling van de mate van ***thixotropie*** van ongeflocculeerde slibben en van slib dat met ijzerchloride is geflocculeerd. De gebruikte reometer blijkt minder geschikt voor slib, dat met polyelectrolyt is geflocculeerd, daar de

vlokken te groot zijn t.o.v. de dikte van de spleet tussen spindel en wand. Met de reometer is een snelle en eenvoudige meting van thixotropisch gedrag mogelijk en in principe zou met deze meetmethode on-line het flocculatieproces gevolgd kunnen worden. Het blijkt dat bij optimale flocculantdosering de thixotropie een maximum vertoont.

De ***slibvolume-index (SVI)*** wordt al vaak in praktijk-installaties bepaald, daar het sedimentatiegedrag een beoordeling mogelijk maakt van de kwaliteit van het actief slib. Uit dit onderzoek blijkt echter dat deze grootheid niet correleert met de mechanische ontwaterbaarheid van slib.

De ***pH*** en de ***geleidbaarheid*** zijn alleen van belang voor zover het de dosering van ijzerchloride en kalk betreft, maar geven verder weinig informatie over de te verwachten ontwaterbaarheid van slib. Daar deze metingen gemakkelijk routinematig te doen zijn zouden zij voor toekomstige beoordelingen van het ontwateringsgedrag toch niet geheel buiten beschouwing gelaten moeten worden.
De ***bindingsenthalpie*** van water/slibdeeltjes heeft met betrekking tot een mechanisch ontwateringsproces slechts geringe betekenis. Het meten van ***sorptie-isothermen***, ***droogcurven*** en ***vriescurven*** is daarom voor de praktijk van het ontwateringsproces niet noodzakelijk. De informatie die uit deze meetmethoden wordt verkregen is wèl van belang bij thermische ontwateringsprocessen zoals drogen en kristalliseren. Kennis van de bindingsenthalpie als functie van het vochtgehalte maakt het in principe mogelijk het *theoretisch maximaal haalbare drogestofgehalte* in een zeker mechanisch ontwateringsproces te bepalen. Echter, de resolutie van de meetmethoden is zodanig, dat slechts een ruwe indicatie van deze limietwaarde kan worden verkregen.

De ***Filtratie-Expressie-Cel*** is een geautomatiseerde meetopstelling, die zeer geschikt is om filtratie en expressie van zuiveringsslib te onderzoeken als functie van koekdikte, druk, flocculanttype en flocculantdosering. De berekende ***specifieke filtratieweerstand***, de ***compressibiliteitscoëfficiënt*** van de slibkoek en het ***einddrogestofgehalte*** van de koek na expressie zijn voor een beoordeling van een mechanisch ontwateringsproces zeer van belang. De meetcel biedt uiteraard ook alle voordelen van een geautomatiseerde opstelling zoals dataopslag en dataverwerking, is daardoor weinig arbeidsintensief en kan gebruikersvriendelijk worden ontwikkeld voor toepassing in de RWZI-praktijk. In combinatie met het fysisch mathematisch rekenmodel (hoofdstuk 3) zou de meetmethode kunnen worden ingezet voor diagnostische doelen, hetgeen interessante informatie zou kunnen opleveren over het functioneren van een praktische ontwateringsinstallatie.

Met de ***Compressie-Permeabiliteits-Cel*** worden diverse relevante parameters bepaald: specifieke filtratieweerstand, permeabiliteit, porositeit, te bereiken einddrogestofgehalte als functie van de compressiedruk en compressiecoëfficiënten verkregen. Alhoewel deze meetmethode in het laboratorium belangrijke informatie oplevert over het ontwateringsgedrag van een slib, lijkt toepassing ervan in de RWZI-praktijk minder zinvol vanwege het tijdrovende karakter: één meting per dag.

Het meten van ***vochtprofielen*** in een filterkoek m.b.v. ***NMR-imaging*** is een typische laboratorium methode. In combinatie met de Filtratie-Expressie-Cel, waarin ook ***drukprofielen*** worden gemeten, wordt informatie verkregen over het *locale deformatiegedrag* van een slibkoek. Voor de verhoging van het begrip en inzicht van het mechanisch ontwateringsproces zal deze methode in de nabije toekomst in het laboratorium, ondanks de hoge investeringskosten (ca. 400 Kfl.), een steeds prominentere plaats gaan innemen.

De ***Modified Filtration Test (MFT)*** is een relatief snelle, goedkope en eenvoudige meetmethode, waarmee een goede indruk van de ontwaterbaarheid van een slibmonster kan worden verkregen. Deze test geeft zowel een maat voor de snelheid van ontwateren ***(afzuigtijd=AZT)*** als voor het te bereiken ***einddrogestofgehalte (MFTds)*** van de slibkoek. Dit onderzoek bevestigt de conclusies die ook al bij een eerder onderzoek zijn getrokken (Heide en Kampf, 1983).

Het ***conventionele CST-apparaat*** is bruikbaar voor de bepaling van de filtratiesnelheid en de optimale flocculatieconditie van slib, indien ijzerchloride als flocculant wordt gebruikt. De experimenten zijn op eenvoudige wijze en snel uit te voeren. Bij ongeflocculeerd slib is de methode ongeschikt vanwege de slechte reproduceerbaarheid. De CST-methode, althans in de gegeven uitvoeringsvorm, geeft ook bij slibben die met poly-electrolyt zijn geflocculeerd, te onbetrouwbare informatie. Dit heeft te maken met de grote vlokken, waardoor de gevormde koekweerstand in het CST-buisje te laag blijft om een significante vertraging van de snelheid van het vloeistoffront te krijgen.

Het ***gemodificeerde CST-apparaat*** is een geautomatiseerde meetopstelling, waarmee de ***specifieke filtratieweerstand*** van zowel een ongeflocculeerd als een geflocculeerd monster kan worden bepaald. De positie van het vloeistoffront wordt als functie van de tijd continu geregistreerd met behulp van een weerstandsmeter. Het apparaat kan in principe zodanig worden gedimensioneerd (bijv. inwendige diameter van buisje, dikte en porositeit van keramische plaat), dat het ook geschikt is voor slib, dat met poly-electrolyt is geflocculeerd.

2.7.3 Rangorde meetmethoden m.b.t. toepassing in de RWZI-praktijk

De onderstaande rangorde is tot stand gekomen op grond van bovenstaande beschouwingen en de volgende criteria:

- Zinvolheid en daadwerkelijke bruikbaarheid van de verkregen informatie m.b.t. mechanische ontwateringsproces.
- Snelheid en eenvoud van de methode, mogelijkerwijs on-line inzetbaar.
- Lage kosten, zowel m.b.t. investering, onderhoud als bediening.

De bepaling van drogestofgehalte en gloeirest wordt altijd zinvol geacht en is buiten de onderstaande rangorde gehouden.

	Meetmethode	Gemeten grootheden
1	Filtratie-Expressie-Cel	specifieke filtratieweerstand, einddrogestofgehalte benodigde perstijd voor expressie-fase
2	Modified Filtration Test	MFT-afzuigtijd en MFT-einddrogestofgehalte
3	Spectrofotometrisch	ijzerionenconcentratie in filtraat
4	Microscopie + Image Analysis	deeltjesgrootteverdeling
5	Gemodificeerde CST-methode	specifieke filtratieweerstand
6	Reometer	thixotropie
7	Compressie-Permeabiliteits-Cel	specifieke filtratieweerstand, einddrogestofgehalte, permeabiliteit, porositeit, compressiecoëfficiënten

De praktische bruikbaarheid van een methode komt tot uitdrukking als deze bijvoorbeeld zou kunnen worden ingezet voor:

- diagnostische doelen.
- regeling flocculant dosering.
- regeling tijdprogramma drukopbouw in filtratie en expressie fase.
- optimalisatie van bijv. koekdikte en capaciteit bij kamerfilterpers.

Alhoewel niet van belang voor de directe RWZI-praktijk zij hier toch ook vermeld dat sommige meetmethoden eveneens onmisbare informatie opleveren voor de ontwikkeling van apparaatmodellen en toekomstig ontwerp van mechanische ontwateringsapparatuur.

HOOFDSTUK 3 FILTRATIE EN EXPRESSIE VAN SLIB

3.1 Inleiding

In dit hoofdstuk wordt het filtratie- en expressiegedrag van zuiveringsslib kort besproken; een uitgebreide beschrijving is weergegeven in DEEL 3: FILTRATIE-EXPRESSIE MODELLERING en DEEL 4: FILTRATIE-EXPRESSIE EXPERIMENTEN. Het gaat hierbij zowel om de fysisch-mathematische modellering van het ontwateringsgedrag van zuiveringsslib alsmede om experimenten die zijn uitgevoerd om het model te verifiëren en het ontwateringsgedrag te onderzoeken. Doel van het opstellen van een fysisch-mathematisch model is om dit model als basis te laten dienen voor een apparaatmodel, dat kan nagaan in hoeverre filtratie- en expressiedrukken, *expressietijden* en koekdiktes moeten worden aangepast om hogere *einddrogestofgehaltes* te kunnen bereiken bij eenzelfde of een hogere capaciteit. Onderzoek naar het ontwateringsgedrag impliceert voornamelijk de bestudering van invloed van hoeveelheid en type flocculant op de ontwateringssnelheid en het *einddrogestofgehalte.*
Experimenten ter verificatie van het fysisch-mathematisch model zijn allemaal uitgevoerd met slib afkomstig uit Mierlo. In Mierlo wordt het slib van de rwzi Eindhoven mechanisch ontwaterd.

3.2 Modellering filtratie- en expressiefase

Hieronder zullen vergelijkingen en aannames worden besproken die als basis dienen voor het fysisch-mathematisch model ter beschrijving van het filtratie- en expressiegedrag van zuiveringsslib. De volgende basisprincipes en -concepten zijn van belang voor de beschrijving van de vorming en compressie van een compressibele filterkoek:

1. de gemodificeerde wet van Darcy voor vloeistofstroming door een poreus medium,
2. massa balansen voor de vloeistof- en vastefase,
3. krachtenbalans,
4. constitutieve vergelijkingen; deze vergelijkingen beschrijven het verband tussen de *porositeit* van de filterkoek en de compressiedruk en de tijd. Met de compressiedruk wordt de druk op de deeltjes bedoeld,
5. relatie tussen *permeabiliteit* en *porositeit*

De *permeabiliteit* is een maat voor de open structuur van de filterkoek en is gerelateerd aan de porositeit. De *permeabiliteit* is omgekeerd evenredig met de specifieke filtratieweerstand α (zie paragraaf 2.6). De relatie tussen de *permeabiliteit* en de *specifieke filtratieweerstand* kan als volgt worden geschreven:

$$K = \frac{1}{\alpha \rho_s (1-\varepsilon)} \qquad (3.1)$$

De *porositeit* is als volgt gedefinieerd:

$$\varepsilon = \frac{\text{totale vloeistof volume in de koek}}{\text{totale volume van de koek}}$$

De volgende belangrijke aannames worden gedaan:

1. de filterkoek is volledig verzadigd met vloeistof
2. de primaire deeltjes en de vloeistof zijn incompressibel
3. impulsveranderingen worden verwaarloosd
4. migratie van kleine deeltjes, die filtermediumverstopping kunnen veroorzaken, wordt verwaarloosd
5. de koekstructuur is onafhankelijk van de koekdikte.

De gemodificeerde wet van Darcy is als volgt:

$$v_l - v_s = \frac{1}{\varepsilon}\frac{K}{\eta}\left(\frac{\partial p_l}{\partial x} + \rho_l g\right) \tag{3.2}$$

waarbij v_l en v_s de lineaire snelheden zijn van respectievelijk de vloeistof en de vaste stof, $\partial p_l / \partial x$ de vloeistofdrukgradiënt en η de vloeistofviscositeit.
Door middel van het opstellen van een massabalans kunnen voor de vloeistoffase en de vastefase de zogenaamde continuiteitsvergelijkingen worden afgeleid:

$$\left(\frac{\partial \varepsilon}{\partial t}\right)_x = \left(\frac{\partial q_l}{\partial x}\right)_t \qquad \textit{continuiteitsvergelijking voor de vloeistoffase} \tag{3.3}$$

$$\left(\frac{\partial \varepsilon_s}{\partial t}\right)_x = \left(\frac{\partial q_s}{\partial x}\right)_t \qquad \textit{continuiteitsvergelijking voor de vastefase} \tag{3.4}$$

waarbij q_l en q_s de superficiële snelheden zijn voor respectievelijk de vloeistoffase en de vastefase. De superficiële snelheden zijn als volgt gerelateerd aan de lineaire snelheden:

$$q_l = v_l \varepsilon \tag{3.5}$$

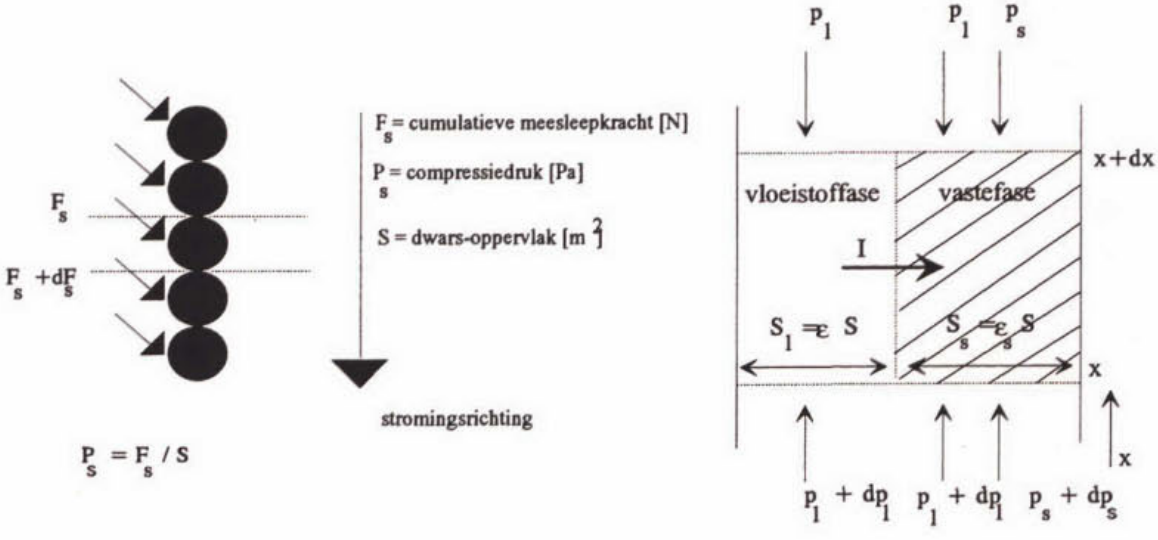
$$q_s = v_s \varepsilon_s \tag{3.6}$$

waarbij ε_s de *vastestoffractie* voorstelt. De som van de *vastestoffractie* en de *porositeit* is altijd gelijk aan 1.

In figuur 39 zijn de krachtenbalansen in een filterkoek schematisch weergegeven. Een eenvoudige krachtenbalans leidt tot de volgende vergelijking:

$$\frac{\partial p_l}{\partial x}+\frac{\partial p_s}{\partial x}+(\rho_l\varepsilon+\rho_s\varepsilon_s)g=0 \qquad (3.7)$$

waarbij p_S de zogenaamde compressiedruk voorstelt. Het is de druk die de deeltjes via hun contactpunten onderling doorgeven, zoals is weergegeven in figuur 39.



***Figuur 39** Krachtenbalans in een filterkoek.*

Integratie van vergelijking 3.7 levert:

$$p_l(x,t) + p_S(x,t) + (\rho_l\varepsilon + \rho_S\varepsilon_S)gL(t) = p(t) \qquad (3.8)$$

waarbij p de aangelegde mechanische druk is en L de koekdikte.

constitutieve vergelijkingen

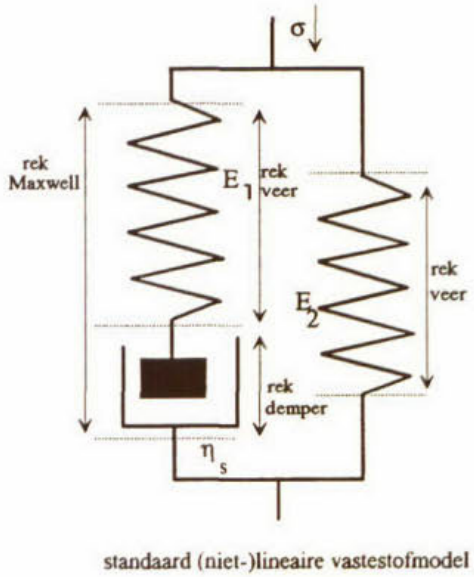
Constitutief gedrag kan worden omschreven als dat deel van het gedrag van een materiaal dat niet meer met algemeen geldende fysische wetten te beschrijven is, maar dat materiaalafhankelijk is. Constitutieve vergelijkingen beschrijven voor filtratie en expressie van poreuze media, zoals slib, het verband tussen *porositeit*, compressiedruk en tijd. Indien een materiaal zich *elastisch* gedraagt, is er een direct verband tussen de *porositeit* en de compressiedruk. Indien het materiaal zich *visco-elastisch* gedraagt, is het verband tussen de

porositeit en de compressiedruk ook nog afhankelijk van de tijd. Voor *elastisch* materiaalgedrag kan de volgende relatie worden gebruikt (Tiller et al. 1980):

$$\varepsilon_{s,\infty} = \varepsilon_{s0}\left(1+\frac{p_s}{p_a}\right)^{\beta} \tag{3.9}$$

waarbij β een zogenaamde *compressibiliteitscoëfficiënt* is. De waarden ε_{so} geeft de waarde van de *vastestoffractie* indien de compressiedruk gelijk is aan 0. P_a is een arbitraire constante om de vergelijkingen dimensieloos te maken en de index ∞ geeft aan dat deze waarden representatief zijn voor evenwichtssituaties, omdat deze verbanden in evenwichtssituaties worden gemeten. Dit wordt verderop in dit hoofdstuk nader uitgelegd. Voor de beschrijving van *visco-elastisch* materiaalgedrag is gekozen voor het zogenaamde standaard niet-lineaire vastestofmodel, schematisch weergegeven in figuur 40.

Voor afleiding van het verband tussen *porositeit*, compressiedruk en tijd moet rekening worden gehouden met het feit dat het verband tussen de *porositeit* en de compressiedruk niet lineair is. Dat wil zeggen dat de elasticiteitsmoduli E_1, E_2 en de viscositeit η_s veranderen bij veranderende *porositeit*. Indien de elasticiteitsmoduli E_1, E_2 en η_s afhankelijk zijn van de *porositeit*, wordt de differentiaalvergelijking voor het standaard niet-lineaire vastestofmodel:



Figuur 40 *Schematische voorstelling van het visco-elastische standaard vastestofmodel.*

$$\frac{(1-\varepsilon_0)}{(1-\varepsilon)}\frac{\partial \varepsilon}{\partial t} = -\frac{E_2 \in}{\Psi} - \frac{\eta_s \frac{\partial p_s}{\partial t}}{\left(\Psi\left(E_1 + \in \frac{\partial E_1}{\partial \in}\right)\right)} - \frac{p_s}{\Psi}$$

$$\Psi = \left(\eta_s + \frac{E_2}{\left(\frac{1}{\tau} + \frac{\in}{\eta_s}\frac{\partial E_1}{\partial \in}\right)} + \frac{\in \frac{\partial E_2}{\partial \in}}{\left(\frac{1}{\tau} + \frac{\in}{\eta_s}\frac{\partial E_1}{\partial \in}\right)} \right)$$

(3.10)

waarbij $\in$ de rek voorstelt:

$$\in = \frac{(1-\varepsilon_0)}{(1-\varepsilon)} - 1 \qquad (3.11)$$

en τ ($=\eta_s/E_1$) de relaxatietijd die de snelheid van de vervorming van het materiaal bepaalt. Indien het standaard vaste stof model is uitgerelaxeerd, d.w.z. er treedt geen vervorming meer op, rust alle spanning op veer E_2. E_2 bepaalt dus de z.g. evenwichtssituatie en de waarde van de elasticiteitsmodulus kan worden verkregen uit vergelijking 3.9. Voor dynamische modellering zal de verandering van de *porositeit* in de tijd, indien het materiaal zich *visco-elastisch* gedraagt, worden bepaald door vergelijking 3.11 en alleen de evenwichtssituatie door vergelijking 3.9.

De *permeabiliteit* kan net als de *porositeit* worden gerelateerd aan de compressieve druk. Dit levert hetzelfde type vergelijking als vergelijking 3.9. Substitutie van vergelijking 3.9 in de vergelijking voor de *permeabiliteit* levert het verband tussen *permeabiliteit* en *porositeit*:

$$K = K_0 \left(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0}\right)^{-\frac{\lambda}{\delta}} \qquad (3.12)$$

Combinatie van de stromingsvergelijking, de krachtenbalans en de continuiteitsvergelijking leidt uiteindelijk tot een partiële differentiaalvergelijking die de verandering van *porositeit* als functie van plaats en tijd in een filterkoek beschrijft:

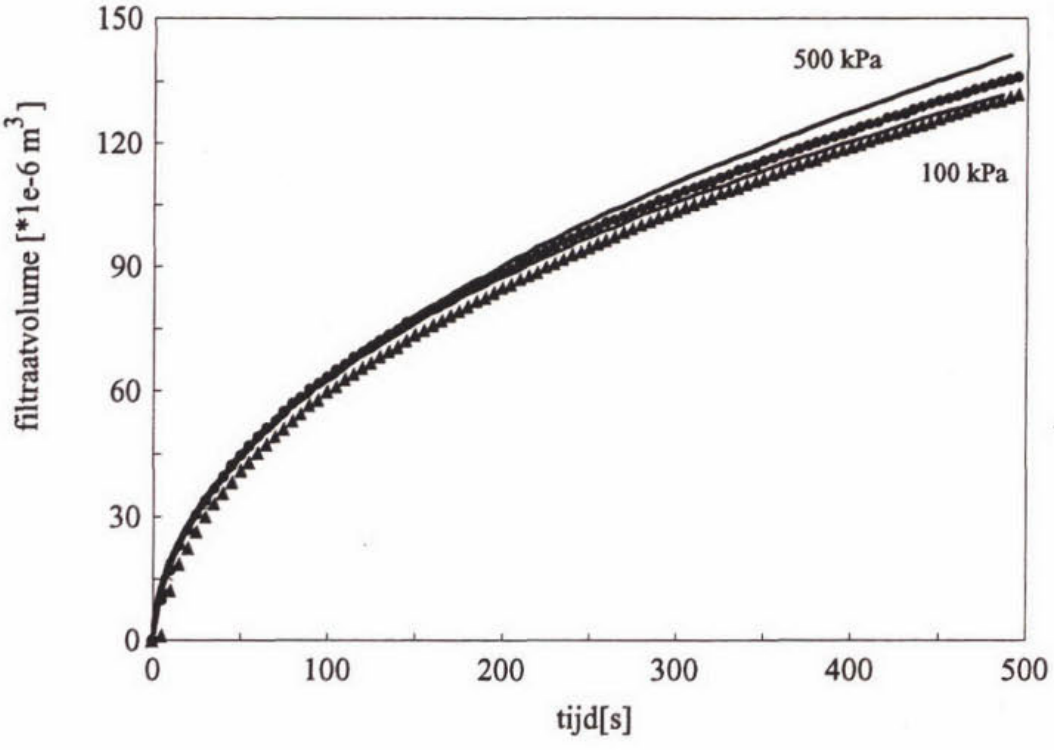
$$\left(\frac{\partial \varepsilon}{\partial t}\right)_x = q_{lm}\frac{\partial \varepsilon}{\partial x} + \frac{\partial}{\partial x}\left[\frac{K}{\eta}(1-\varepsilon)\left[(\rho_s-\rho_l)g-\left(\frac{\partial p_s}{\partial x}\right)_t\right]\right] \qquad (3.13)$$

Deze vergelijking is echter niet direct op te lossen en wordt getransformeerd naar z.g. vastestofcoördinaten of dimensieloze coördinaten. De getransformeerde vergelijkingen kunnen worden opgelost indien een constitutieve vergelijking voor het materiaal wordt gekozen, de relatie tussen de *permeabiliteit* en de *porositeit* en de juiste randvoorwaarden bekend zijn.

3.3 Filtratie- en expressie-experimenten

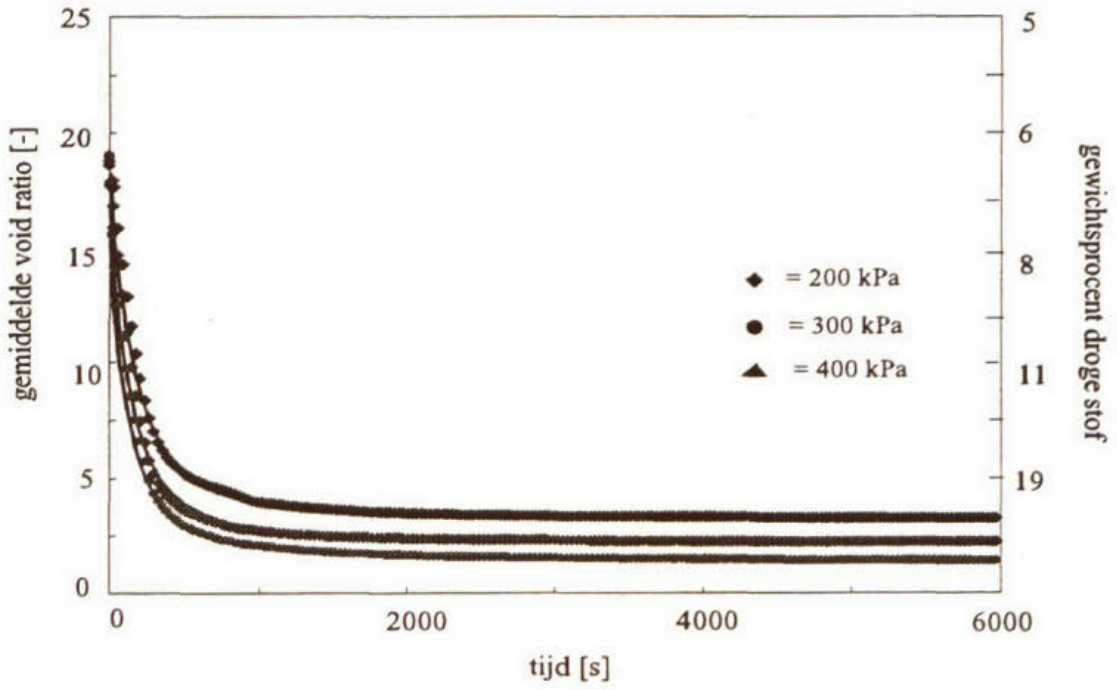
3.3.1 Vergelijking van experiment en model

In deze paragraaf zullen enkele typische resultaten van modelberekeningen en experimenten worden getoond. Modelberekeningen worden als volgt uitgevoerd: ten eerste worden berekeningen uitgevoerd op basis van de parameters van vergelijkingen 3.9 en 3.12. Dus de verbanden tussen *vastestoffractie* ε_s, *permeabiliteit* K en compressiedruk p_s gemeten met de CP-cel worden eerst gebruikt. Dit impliceert dat het materiaalgedrag als *elastisch* wordt beschouwd. Treedt er discrepantie op tussen de tijdschalen waarop de processen verlopen volgens experiment en model (waarbij het model een kleinere tijdsschaal voorspelt dan het experiment), dan wordt verondersteld dat het materiaal zich *visco-elastisch* gedraagt. In figuur 41 is een voorbeeld gegeven van een filtratie-experiment en de bijbehorende modelberekening op basis van *elastisch* materiaalgedrag. Het slib is afkomstig uit Eindhoven en is geflocculeerd met 150 g (kg ds)$^{-1}$ $FeCl_3$ en 200 g (kg ds)$^{-1}$ $Ca(OH)_2$ op drogestof basis. Zoals is te zien aan de hand van dit figuur, is er een goede overeenkomst tussen model en experiment. Uit modelberekeningen voor de expressiefase op basis van *elastisch* materiaalgedrag blijkt dat veelal de initiële fase van expressie goed kan worden beschreven, doch de eindfase niet. Het materiaal "kruipt" naar een evenwichtssituatie. Aangezien er dus een verschil optreedt in tijdsschalen tussen experiment en model, wordt verondersteld dat het materiaal zich *visco-elastisch* gedraagt.

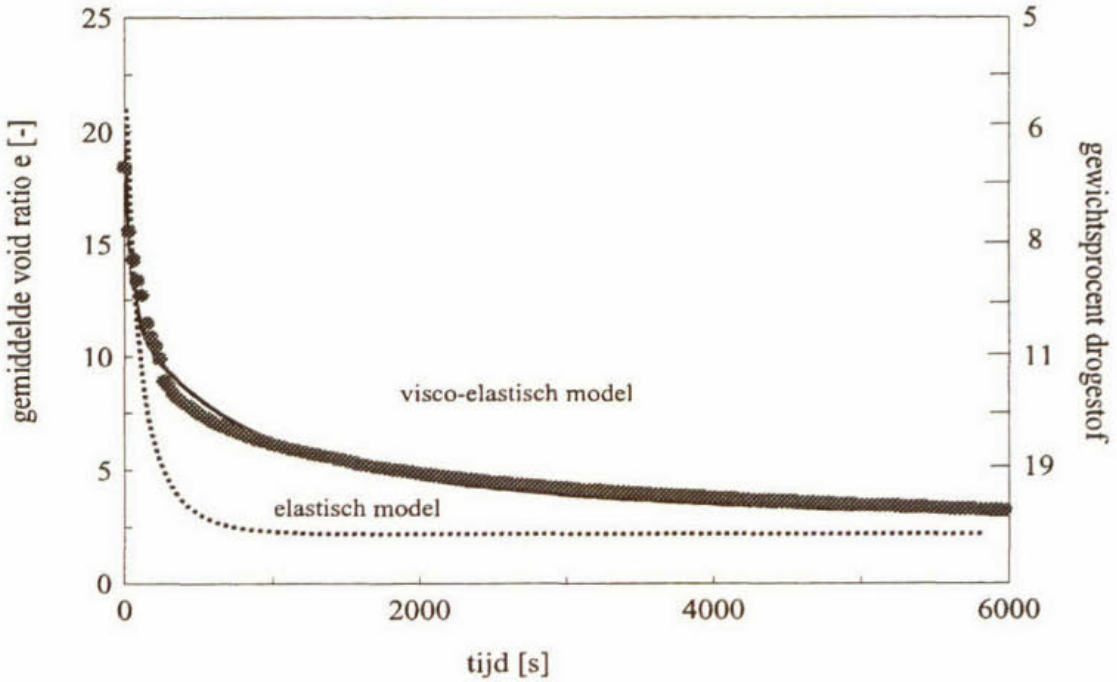


Figuur 41 *Filtraatvolume versus tijd volgens experiment (punten en driehoekjes) en model (lijn, elastisch materiaalgedrag) voor Eindhoven-slib geflocculeerd met 150 g (kg ds)$^{-1}$ $FeCl_3$ en 200 g (kg ds)$^{-1}$ $Ca(OH)_2$.*

De parameters van het standaard niet-lineaire vastestofmodel moeten nu worden gefit aan het experiment. (Het is niet mogelijk om deze parameters op een onafhankelijke manier te bepalen). Dit fitten gebeurt voor één bepaalde druk. Aan de hand van figuur 42 is te zien dat het *visco-elastisch* model de experimenten goed beschrijft. In figuur 43 is het verloop van de gemiddelde void ratio (=verhouding tussen de *porositeit* en de *vastestoffractie* $\varepsilon/\varepsilon_s$) tegen de tijd uitgezet voor een expressieexperiment van Mierlo-slib geflocculeerd met 15 g (kg ds)$^{-1}$ polyelectrolyt (Röhm KF975). Tevens is in deze grafiek de afname van de void ratio volgens berekeningen gebaseerd op *elastisch* en op *visco-elastisch* materiaalgedrag getoond. Duidelijk is dat de evenwichtssituatie op basis van *elastisch* materiaalgedrag veel te snel wordt bereikt. Berekeningen op basis van *visco-elastisch* materiaalgedrag geven een veel betere overeenkomst tussen experiment en model. Aan de hand van figuur 43 is te zien dat het slib heel erg langzaam "kruipt" naar een evenwichtssituatie. Dit is typerend voor slib geflocculeerd met polyelectrolyt.



Figuur 42 *Afname van de gemiddelde void ratio versus tijd volgens experiment en model (lijn, visco-elastisch materiaalgedrag) voor Mierlo slib geflocculeerd met 100 g (kg ds)$^{-1}$ $FeCl_3$ en 200 g (kg ds)$^{-1}$ $Ca(OH)_2$. (Void ratio = 2 is gelijk aan 34 gew.% droge stof).*



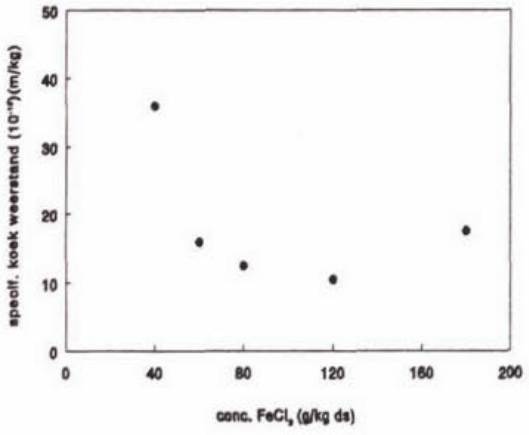
Figuur 43 *Afname van de gemiddelde void ratio versus tijd volgens experiment (bolletjes) en model (lijn, visco-elastisch materiaalgedrag) voor Mierlo slib geflocculeerd met 15 g (kg ds)$^{-1}$ polyelectrolyt Röhm KF975. Void ratio = 3 is gelijk aan 27 gew.% drogestof).*

3.3.2 Invloed van druk op het filtratiegedrag

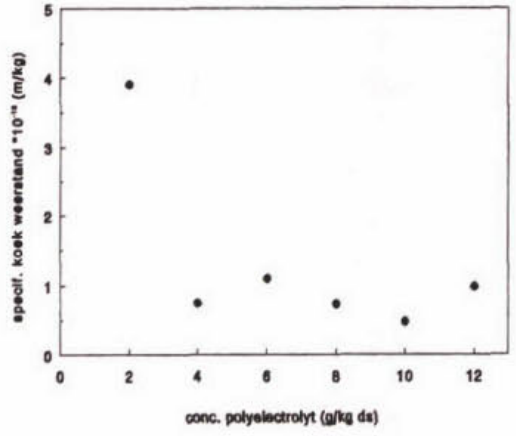
Gezien het feit dat slib zich meestal zeer compressibel gedraagt, levert drukverhoging voor de filtratiefase geen of nauwelijks versnelling op van het filtratieproces. In figuur 41 wordt een filtratie-experiment getoond voor twee verschillende drukken (100 en 500 kPa). Uit de figuur blijkt dat de hoeveelheid filtraatvolume per tijdseenheid voor een druk van 100 kPa vrijwel gelijk is aan die bij een druk van 500 kPa. De drijvende kracht wordt weliswaar hoger, maar de *porositeit* bij het filtermedium wordt ook steeds kleiner bij toenemende druk, zodat deze effecten elkaar opheffen.

3.3.3 Invloed flocculant op het filtratiegedrag

Een typisch voorbeeld van de invloed van de ijzerchlorideconcentratie op de filtratieweerstand is weergegeven in figuur 44. Het verloop van de filtratieweerstand versus polyelectrolytconcentratie geeft vrijwel hetzelfde verloop als bij ijzerchloride, zoals is te zien aan de hand van figuur 45. Alleen de filtratieweerstand is over het algemeen lager indien slib is geflocculeerd met polyelectrolyt. Dit wordt veroorzaakt door de grote vlokken die daarbij ontstaan.



Figuur 44 *Specifieke filtratieweerstand versus concentratie $FeCl_3$ (conc. $Ca(OH)_2$ constant op 200 g (kg ds)$^{-1}$), slib uit Mierlo).*

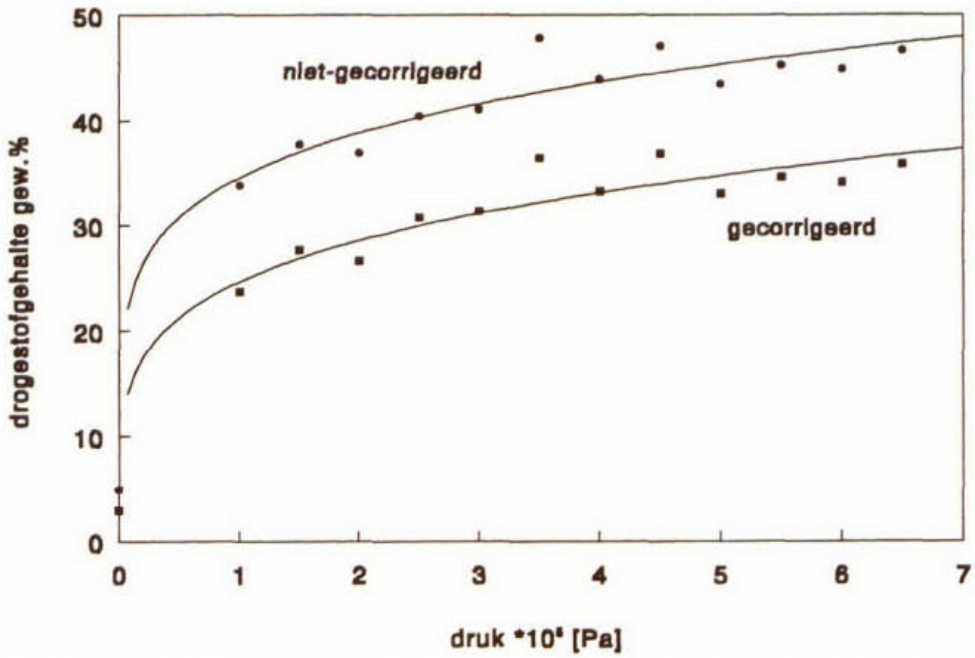


Figuur 45 *Specifieke filtratieweerstand versus concentratie polyelectrolyt, slib uit Mierlo).*

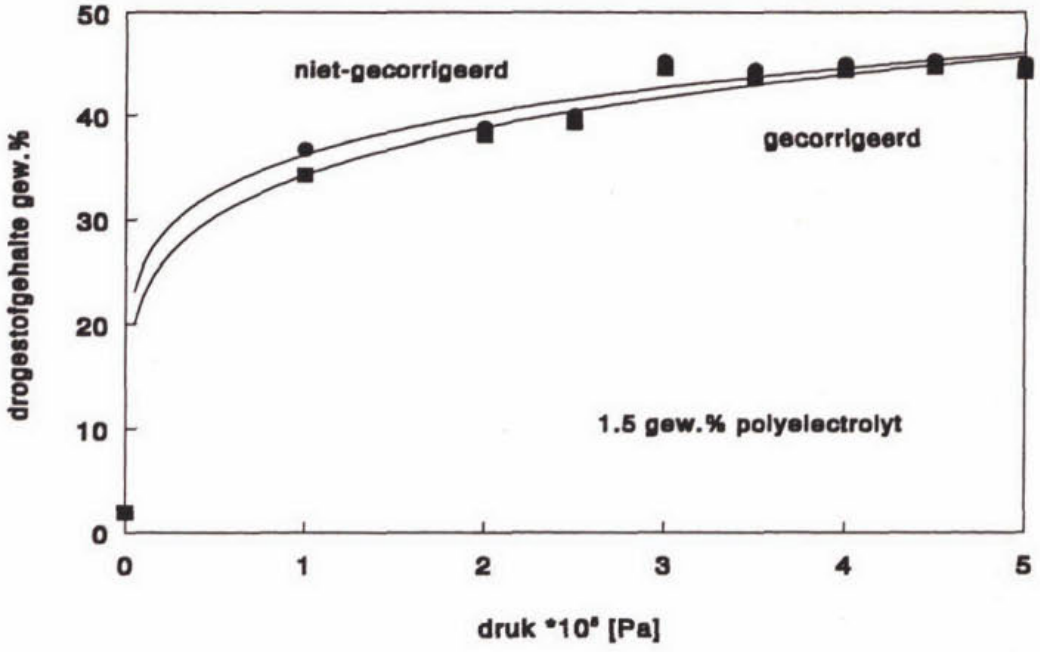
3.3.4 Invloed van druk op het expressiegedrag

In figuur 46 en 47 zijn voor twee verschillende flocculanten de resultaten weergegeven van de experimenten uitgevoerd bij verschillende drukken. In de figuren zijn de *einddrogestofgehaltes* versus de druk weergegeven. Uit de figuren blijkt dat een hogere druk een hoger *einddrogestofgehalte* oplevert. Bij een druk van 400 kPa is al een *einddrogestofgehalte* van ± 43 gew.% te bereiken. Met gecorrigeerde drogestofgehaltes wordt het drogestofgehalte zonder toegevoegde flocculanten bedoeld. Slib geflocculeerd met polyelectrolyt levert iets hogere

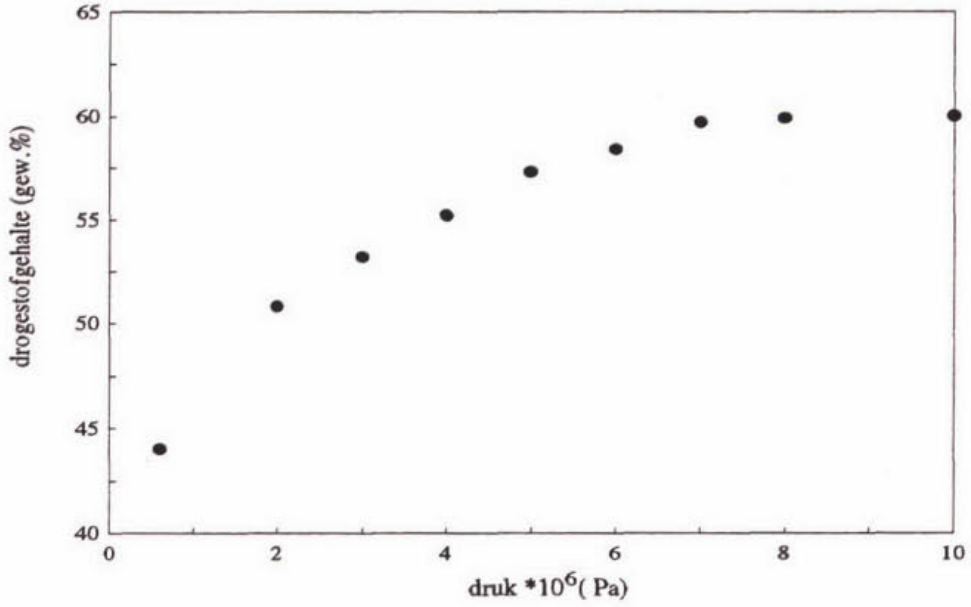
einddrogestofgehaltes dan slib geflocculeerd met $FeCl_3/Ca(OH)_2$; dit wordt veroorzaakt door de hoge compressibiliteit van dit geflocculeerde slib. Een typisch voorbeeld van de gemeten gemiddelde void ratio versus tijd is uitgezet in figuur 42. Aan hand van figuur 42 is te zien dat de evenwichtssituaties ongeacht de aangelegde mechanische druk op hetzelfde tijdstip worden bereikt. Dit wordt veroorzaakt door het feit dat een hogere drijvende kracht (hogere druk) wordt gecompenseerd door een lagere *permeabiliteit.* In figuur 48 zijn de *einddrogestofgehaltes* versus druk uitgezet voor zeer hoge druk experimenten. Bij een druk van 8 MPa wordt een *einddrogestofgehalte* bereikt van 60 gew.%. Bij 10 MPa werd dezelfde waarde bereikt. Dit zal ongeveer het maximaal haalbare *einddrogestofgehalte* zijn m.b.v. mechanische ontwatering. Het slib afkomstig uit Mierlo was geflocculeerd met 100 g (kg ds)$^{-1}$ $FeCl_3$ en 200 g (kg ds)$^{-1}$ $Ca(OH)_2$. Een drogestofgehalte van 60 gew.% komt overeen met ± 0.5 kg w (kg ds)$^{-1}$. Uit thermische analyse experimenten is geconcludeerd dat de bindingsenthalpie sterk toeneemt rond dit vochtgehalte (zie paragraaf 2.6). Mechanische krachten zullen te klein zijn om deze laatste hoeveelheid intracellulair en gebonden water te kunnen verwijderen. Het is echter moeilijk aan te geven waar precies de grens ligt, zoals reeds is besproken in paragraaf 2.6. In figuur 49 zijn de *einddrogestofgehaltes* versus druk uitgezet voor slib afkomstig uit Mierlo, Veghel en Amsterdam. De verschillende slibben zijn geflocculeerd bij optimale condities voor $FeCl_3$ en $Ca(OH)_2$. Aan de hand van deze figuur is te zien dat de *einddrogestofgehaltes* van de verschillende slibben niet veel van elkaar verschillen.



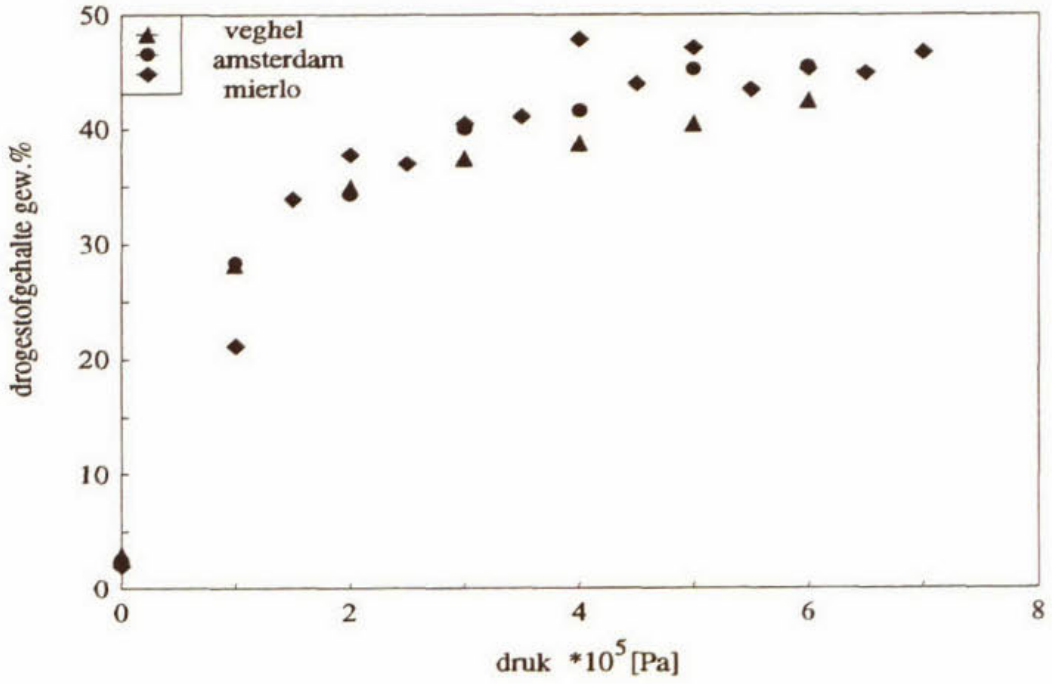
Figuur 46 *Einddrogestofgehalte versus aangelegde mechanische druk. Mierlo-slib geflocculeerd met 150 g (kg ds)$^{-1}$ $FeCl_3$ en 200 g (kg ds)$^{-1}$ $Ca(OH)_2$.*



Figuur 47 *Einddrogestofgehalte versus aangelegde mechanische druk. Mierlo-slib geflocculeerd met 15 g (kg ds)$^{-1}$ p.e. Röhm KF975.*



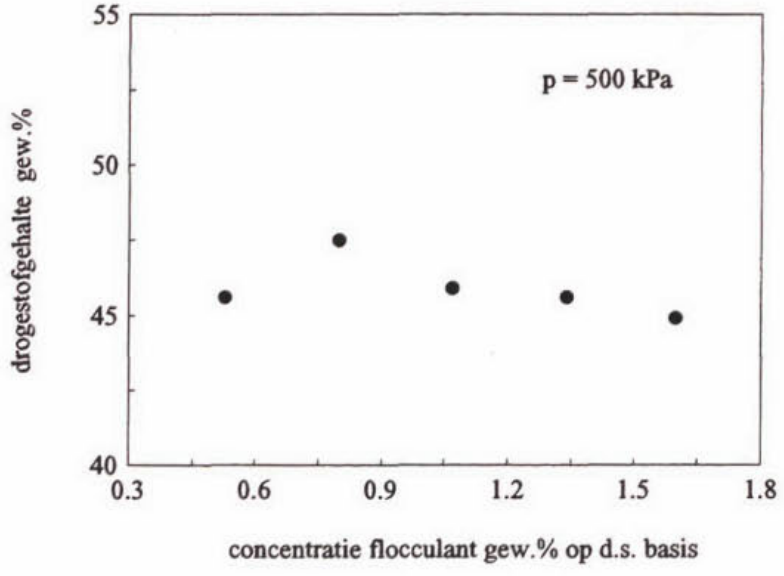
Figuur 48 *Einddrogestofgehalte versus aangelegde mechanische druk. Mierlo-slib geflocculeerd met 100 g (kg ds)$^{-1}$ $FeCl_3$ en 200 g (kg ds)$^{-1}$ $Ca(OH)_2$.*



Figuur 49 *Einddrogestofgehalte versus aangelegde druk voor verschillende slibben. Flocculant $FeCl_3/Ca(OH)_2$.*

3.3.5 Invloed van de flocculant op het expressiegedrag

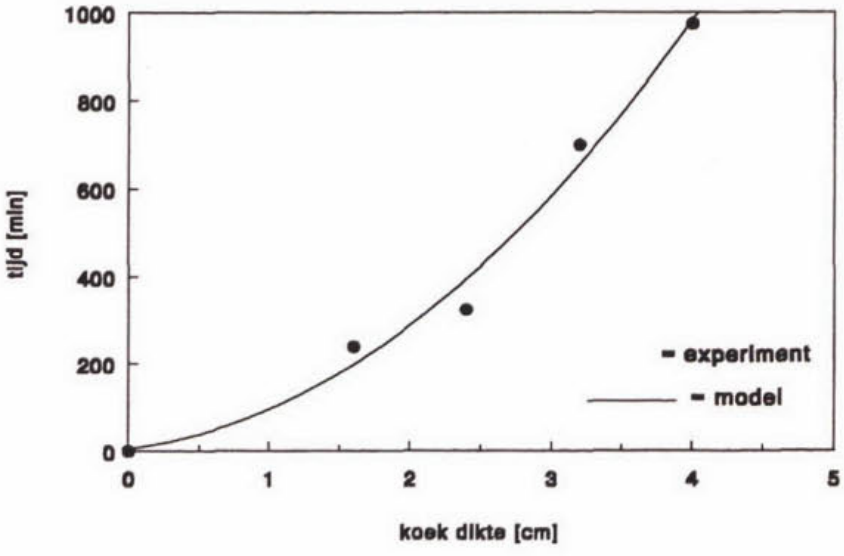
De invloed van het type flocculant (ijzerchloride of polymeer) op het *einddrogestofgehalte* is reeds besproken in paragraaf 3.3.4. Verschillende polymeerdoseringen of verschillende typen polymeer hebben niet al teveel invloed op het *einddrogestofgehalte.* In figuur 50 is een voorbeeld van de *einddrogestofgehaltes* versus flocculant dosering getoond. Uit filtratie- en MFT experimenten blijkt dat de ontwatering van b.v. Veghel slib geflocculeerd met Rohafloc KF975 (standaard polyelectrolyt) sneller en beter verloopt dan wanneer het slib is geflocculeerd met Cyanamid C964 (wordt in de praktijk in Veghel gebruikt). Tevens blijkt de vlokstructuur heel anders (zie deel 6). Uit expressie experimenten blijkt echter dat het *einddrogestofgehalte* voor de verschillende flocculanten vrijwel gelijk is en dat tevens de hoeveelheid flocculant binnen een bepaald doseringsgebied weinig invloed heeft op het *einddrogestofgehalte.* Dit is eveneens gevonden voor slib geflocculeerd met $FeCl_3$ en $Ca(OH)_2$. Er kan in het algemeen worden geconcludeerd dat alleen de hoeveelheid en het type flocculant invloed hebben op de ontwateringssnelheid. Met slib geflocculeerd met polyelectrolyt zijn hogere *einddrogestofgehaltes* te bereiken dan met slib geflocculeerd met $FeCl_3$ en $Ca(OH)_2$. Het duurt echter wel langer om de evenwichtssituatie te bereiken indien het slib is geflocculeerd met polyelectrolyt. Het volume van de filterkoek is daarbij dan kleiner, omdat minder drogestof is toegevoegd.



Figuur 50 *Einddrogestofgehalte versus dosering polyelectrolyt Röhm KF975, Mierlo-slib.*

3.3.6 Invloed van koekdikte op het expressiegedrag

Verschillende koekdiktes hebben niet of nauwelijks invloed op het *einddrogestofgehalte.* Een kleinere koekdikte heeft wel als voordeel dat de expressietijd korter is. De *expressietijden* nemen namelijk kwadratisch toe met toenemende koekdikte volgens experiment en model, zoals is te zien in figuur 51.



Figuur 51 *Ontwateringstijd versus koekdikte volgens experiment en model. Mierlo slib geflocculeerd met 15 g (kg ds)$^{-1}$ p.e.*

3.3.7 Invloed van initiële drogestofgehalte (slurry concentratie) op het expressiegedrag

Het initiële drogestofgehalte heeft geen invloed op het *einddrogestofgehalte* bij hogere mechanische drukken (> 500 kPa). Wel blijkt het van invloed te zijn op de *expressietijden.* Deze nemen sterk toe naar mate het initiële drogestofgehalte toeneemt. Dit komt overeen met de resultaten van de experimenten met verschillende koekdiktes. Een hoger initieel drogestofgehalte levert een grotere koekdikte, dus ook een langere expressietijd.

3.3.8 Sedimentatie

Deeltjes kunnen sedimenteren tijdens het filtratieproces op de koek. Indien sedimentatie tijdens een experiment wel optreedt, maar sedimentatie niet in het model is geïmplementeerd, kan enige discrepantie tussen experiment en modelberekening optreden. Daarom zijn ten eerste in het fysisch-mathematisch model sedimentatie-effecten meegnomen. Sedimentatie is eveneens belangrijk voor de modellering van b.v. een zeefbandpers, omdat in dat apparaat het slib eerst onder invloed van zwaartekracht wordt voorontwaterd. Ten tweede zijn sedimentatie-experimenten uitgevoerd om de gemiddelde sedimentatiesnelheid te bestuderen. Uit deze metingen blijkt dat sedimentatie is te verwaarlozen (tenzij bij hele lage drukken wordt gefiltreerd, filtratiesnelheid komt dan in dezelfde grootte orde als de sedimentatiesnelheid).

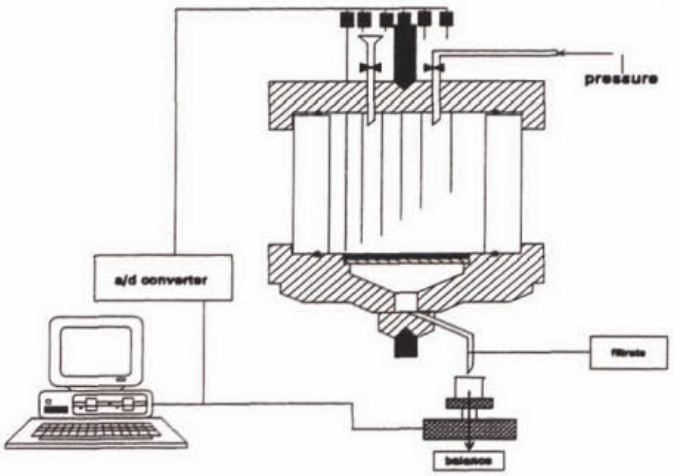
3.4 Interne structuur van filterkoeken

Aangezien het fysisch-mathematisch model niet alleen het verloop van "globale" parameters in de tijd (zoals filtraatvolume en gemiddelde void ratio) voorspelt, maar ook de interne structuur van filterkoeken, is het interessant om dit experimenteel te verifiëren. De bestudering van de interne structuur van de filterkoek tijdens filtratie en expressie bestaat uit twee mogelijkheden:

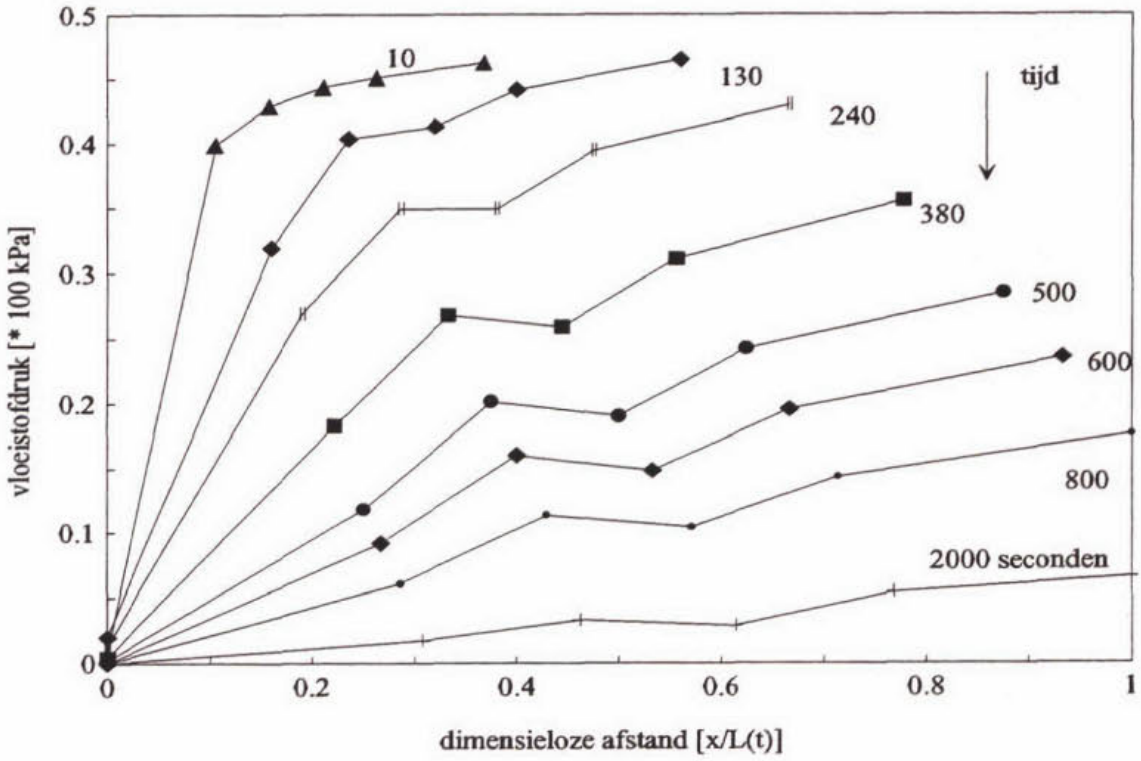
1. meting van de vloeistofdruk
2. meting van het vochtgehalte/*porositeit.*

3.4.1 Profiel van vloeistofdruk in filterkoek

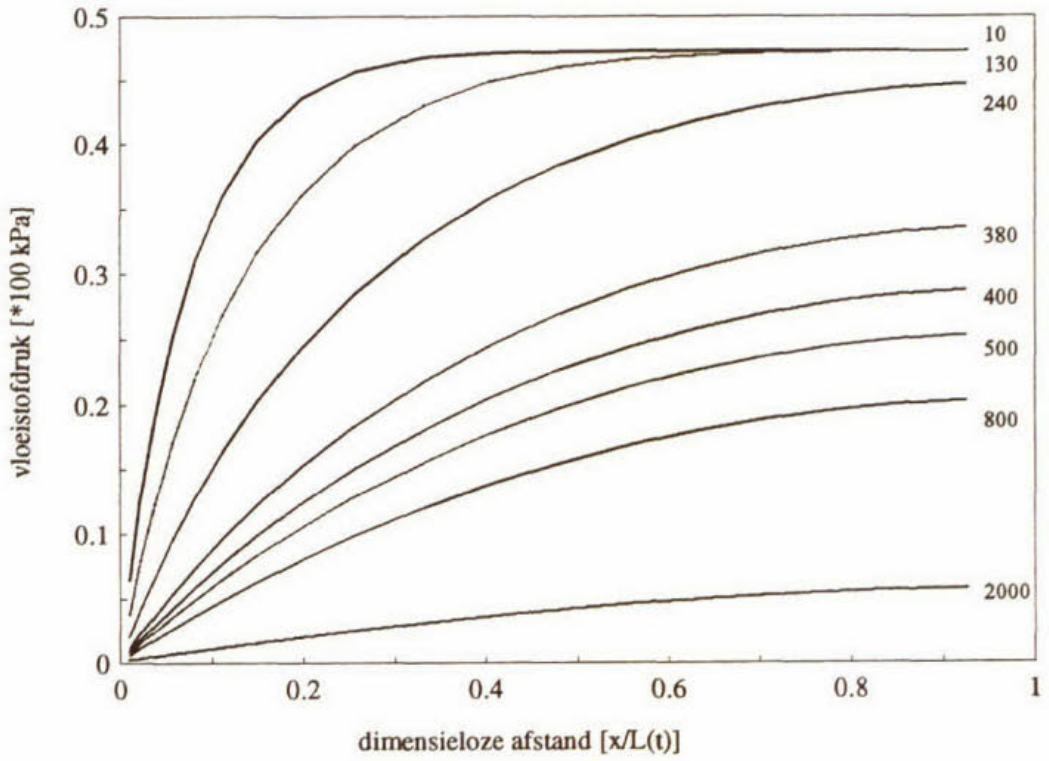
De vloeistofdruk in de filterkoeken wordt gemeten via verticale buisjes met verschillende lengtes die in een filtercel zijn geplaatst, zie figuur 52. Deze capillairtjes zijn verbonden aan drukopnemers, die zijn verbonden aan een A/D converter en een computer. Op deze wijze kan continu en op verschillende hoogtes in de koek de vloeistofdruk worden gemeten. In figuur 53 is het verloop van de vloeistofdruk tijdens de expresssiefase te zien. De vloeistofdruk wordt na verloop van tijd gelijk aan 0 over de gehele koek(hoogte). De koek neemt aan het einde van de expressiefase een uniforme structuur aan. In figuur 54 zijn modelberekeningen weergegeven. Modelberekeningen zijn uitgevoerd op basis van *elastisch* materiaalgedrag. Het slib dat voor deze experimenten is gebruikt is geflocculeerd met een hoge kalkdosering (400 g (kg ds)$^{-1}$); dit betekent dat het slib een vrij harde structuur heeft. Het materiaalgedrag kan dan bij benadering als *elastisch* worden beschouwd. De overeenkomst tussen model en experiment is redelijk.



Figuur 52 Schematische weergave van opstelling ter bepaling van de vloeistofdruk in een filterkoek.



Figuur 53 Gemeten vloeistofdruk profielen tijdens de expressiefase.



***Figuur 54** Vloeistofdruk profielen volgens model.*

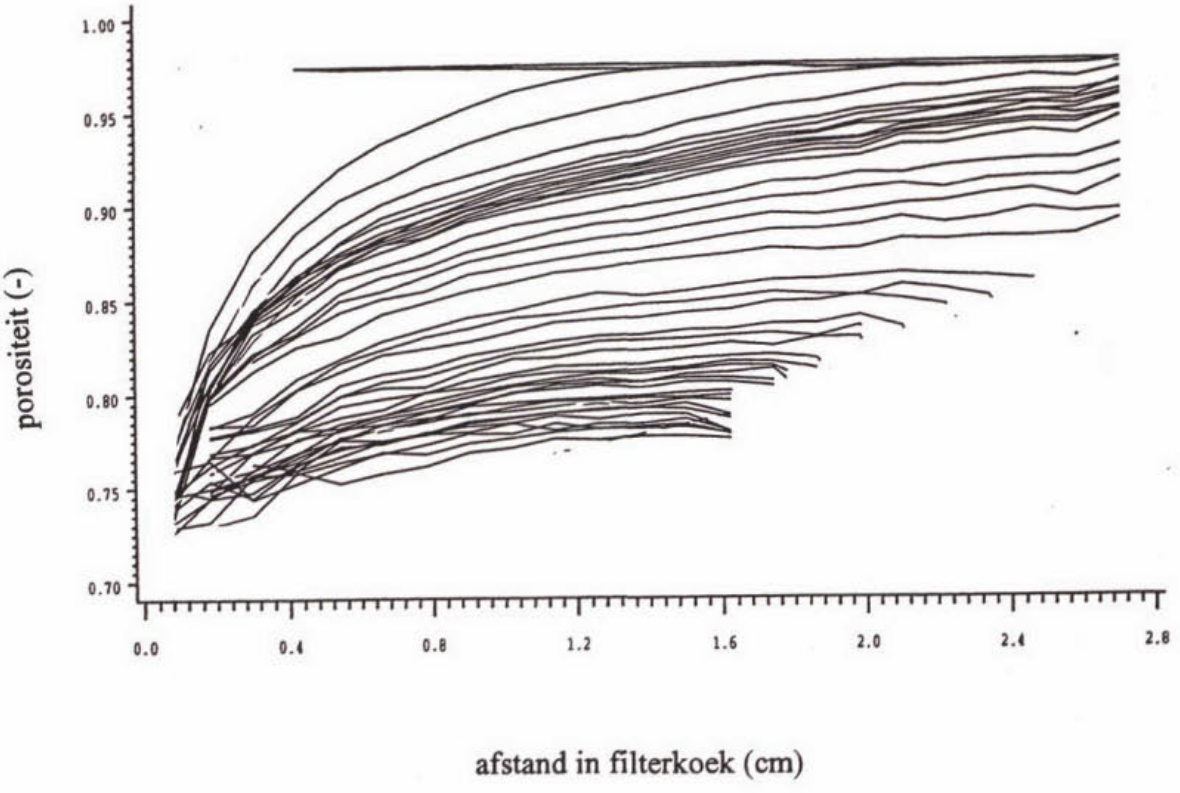
3.4.2 *Porositeit*sprofielmetingen in filterkoek m.b.v. *NMR*-imaging

De *porositeit*sprofielen in een filterkoek kunnen worden gemeten m.b.v. nucleaire magnetische resonantie (*NMR*). Voor een uitgebreidere beschrijving van dit principe en opstelling wordt verwezen naar La Heij (1994). Hieronder wordt echter kortweg het principe van een *NMR*-meting behandeld. Het apparaat waarmee is gewerkt is speciaal geschikt voor het meten van waterstofatomen. Indien slib wordt geplaatst tussen twee magneten zullen de waterstofkernen zich gaan richten naar dit magnetische veld als ware het allemaal kleine kompasnaaldjes. Door nu een hoogfrequent electromagnetisch wisselveld aan te brengen met een geschikte frequentie worden de kernspins uit hun evenwichtstoestand gebracht. Na enige tijd zullen de spins weer in hun evenwichtstoestand terugkeren door z.g. spin-spin interactie (relaxatie). Tijdens deze interactie wordt een electromagnetisch signaal uitgezonden. Deze kan met een gevoelige ontvanger worden gedetecteerd. Uit dit signaal is de volgende informatie af te leiden:

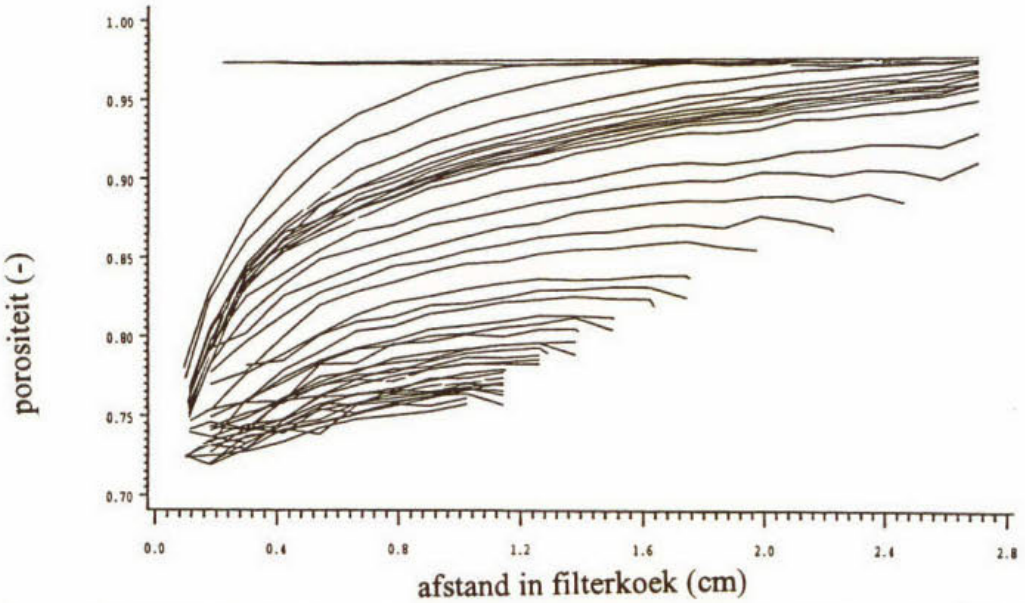
- de initiële amplitude is evenredig met het aantal aangeslagen kernspins.
- de kernspins in de verschillend gebonden waterfracties hebben verschillende relaxatietijden.

Voor elk soort kernen bestaat er een vaste relatie tussen de frequentie en het externe magneetveld. Dit betekent dat bij een bepaalde frequentie slechts een specifiek element (in dit geval H) wordt bekeken. Indien nu een filterkoek wordt geplaatst in een magneetveld, dat op een bekende wijze afhangt van de plaats, treedt een zekere verdeling van resonantiefrequenties op, waaruit het watergehalte als functie van de plaats kan worden afgeleid. Indien nu in plaats van een filterkoek een filtratie-expressie opstelling, zoals getoond in figuur 28, wordt geplaatst

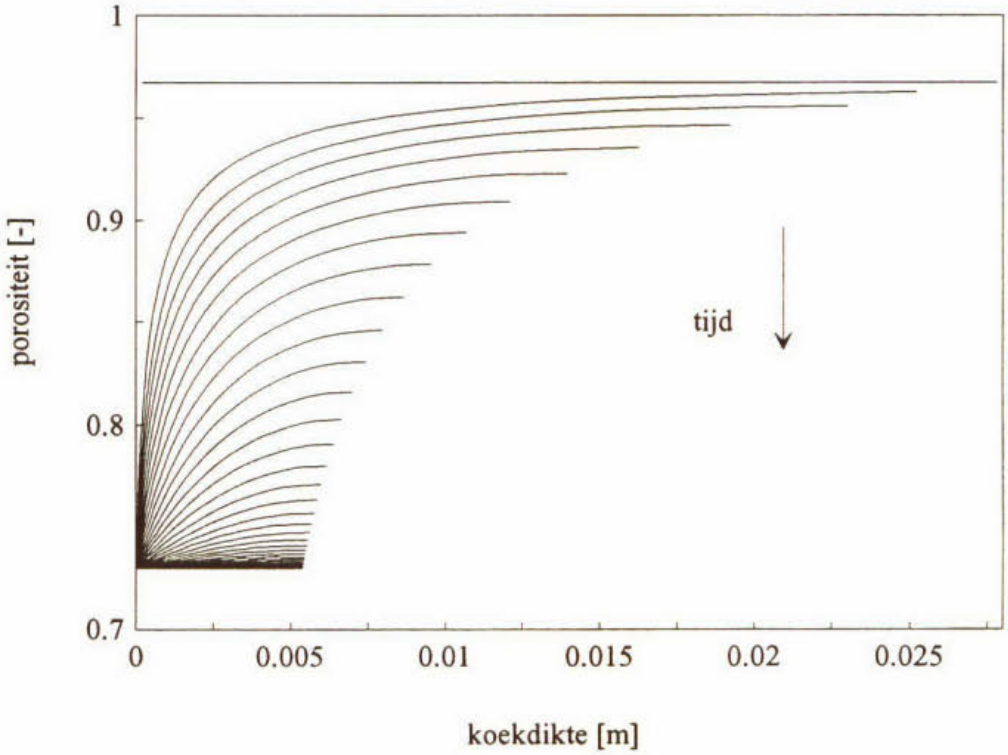
kan de *porositeit*verdeling in de filterkoek on line tijdens filtratie en expressie worden gemeten. In de figuren 55 en 56 zijn twee voorbeelden gegeven van *NMR*-metingen. Bij deze experimenten is speciaal het vrije water, dat verantwoordelijk is voor vloeistofstroming, gemeten. Duidelijk is dat zich eerst een bepaald *porositeit*sprofiel instelt, dat vervolgens langzaam wordt afgevlakt. Uiteindelijk ontstaat nagenoeg een uniform *porositeit*sprofiel. In figuur 57 zijn numeriek berekende *porositeit*sprofielen als functie van de tijd uitgezet. Zoals is te zien aan de hand van dit figuur, is de overeenkomst tussen model en experiment redelijk. Nadere studie naar interne koekstructuren wordt echter aanbevolen. Er kan worden gesteld dat het besproken fysisch-mathematische model niet alleen "globale" parameters, zoals filtraatvolume en afname van de gemiddelde void ratio, goed voorspelt, maar ook redelijk de interne structuur van de filterkoek voorspelt.



Figuur 55 *Voorbeeld van een NMR-meting. Porositeit versus afstand in filterkoek (0 = filtermedium). Mierlo-slib geflocculeerd met 70 g (kg ds)$^{-1}$ $FeCl_3$ en 200 g (kg ds)$^{-1}$ $Ca(OH)_2$. Aangelegde druk 40 kPa. Tijdstappen: 180 seconden.*



Figuur 56 *Voorbeeld van een NMR-meting. Porositeit versus afstand in de filterkoek (0 = filtermedium). Mierlo-slib geflocculeerd met 70 g (kg ds)$^{-1}$ $FeCl_3$ en 200 g (kg ds)$^{-1}$ $Ca(OH)_2$ Aangelegde druk 90 kPa. Tijdstappen: 180 seconden.*



Figuur 57 *Resultaat van numerieke berekening, porositeit versus afstand in de filterkoek (0 = filtermedium). Tijdstappen: 180 seconden.*

3.5 Enkele conclusies

Wat betreft de modellering van het filtratie- en expressiegedrag van slib kan globaal worden gesteld dat het slib zich tijdens de filtratiefase *elastisch* gedraagt. Dit betekent dat de *elastische* constitutieve parameters verkregen met de CP-cel voldoende zijn om de filtratiecurve te beschrijven. Tijdens de expressiefase gedraagt slib zich veelal *visco-elastisch*. Het duurt lang voordat zich een evenwichtssituatie instelt. Dit impliceert dat niet alleen de constitutieve parameters verkregen met de CP-cel, maar ook enkele constitutieve *visco-elastische* parameters nodig zijn om de ontwateringscurve goed te kunnen beschrijven. De *visco-elastische* parameters kunnen alleen worden verkregen door de modelberekening aan het experiment te fitten. Slib geflocculeerd met polymeer vertoont in het algemeen meer *visco-elastisch* gedrag dan slib geflocculeerd met ijzerchloride.

Bij de modellering met *visco-elastisch* materiaalgedrag is voor de elasticiteitsmodulus en de viscositeit van de demper een bepaalde afhankelijkheid van de *porositeit* aangenomen; ook voor de rek is een bepaalde relatie aangenomen. Het is echter nuttig om nog meerdere van dit soort relaties te testen om de modelberekeningen nog nauwkeuriger te maken.

Het behandelde model kan als basis dienen voor apparaatmodellen. Het model beschrijft de filtratie en expressie van slib voor één dimensie. Tijdens filtratie en persing in de praktijk, in b.v. kamerfilterpersen, vindt echter vloeistofstroming in drie dimensies plaats. Er zal in de toekomst dan ook moeten worden geanalyseerd in hoeverre een 1-dimensionaal model de ontwatering in persen voldoende kan beschrijven of dat er een uitbreiding van het model naar drie dimensies moet plaatsvinden.

Verder kan worden gesteld dat de ontwateringssnelheid voornamelijk wordt bepaald door de hoeveelheid en type flocculant en niet door de aangelegde druk. Het is dus van belang om altijd te ontwateren bij optimale flocculatiecondities. De hoeveelheid en type flocculant ,zoals gebruikt in dit onderzoek, hebben echter niet veel invloed op het eind drogestof gehalte. Van belang voor de snelheid van ontwateren is ook de koekdikte. Aangezien de ontwateringstijd met het kwadraat van de koekdikte toeneemt, is het van belang om de koekdikte altijd zo dun mogelijk te houden. Hoge *einddrogestofgehaltes* (> 40 gew.%) zijn altijd mogelijk, indien genoeg tijd voor persing beschikbaar is.

3.6 Vergelijking tussen laboratoriumresultaten en praktijkresultaten

Aangezien er veel variaties zijn opgetreden in het ontwateringsgedrag van de slibben in de onderzoeksperiode, kunnen alleen globale uitspraken worden gedaan wanneer laboratoriumresultaten worden vergeleken met praktijkresultaten. De hieronder volgende vergelijking geldt alleen voor Mierlo-slib.

De diktes van de kamers in een filterpers zijn ongeveer 40 mm. Aangezien de vloeistof naar twee kanten kan uitstromen, is er in feite sprake van twee filterkoeken van maximaal 20 mm. In de kamerfilterpersen in Mierlo wordt alleen slib geflocculeerd met $FeCl_3$ en $Ca(OH)_2$ gebruikt.

De gemiddelde *expressietijden* zijn 2 tot 3 uur waarbij de maximale druk 1.5 MPa bedraagt. Globaal kan worden gesteld dat bij laboratoriumexperimenten, waarbij een koek van ± 20 mm van optimaal geflocculeerd slib wordt gevormd, de *expressietijden* van 2 uur voldoende zijn om een volledige evenwichtssituatie te bereiken (dus onafhankelijk van de aangelegde druk). Een expressietijd van 2 tot 3 uur in de praktijk zou dus voldoende moeten zijn. Een druk van 1.5 MPa levert een drogestofgehalte van ± 47 gew.%, terwijl in de praktijk ± 30 gew.% wordt gehaald. Het verschil in drogestofgehaltes kan twee belangrijke oorzaken hebben:

1. het slib in de praktijk is niet goed geflocculeerd (in Mierlo wordt gemiddeld 400 g (kg ds)$^{-1}$ $FeCl_3$ en 400 g (kg ds)$^{-1}$ $Ca(OH)_2$ toegevoegd). Deze doseringen zijn te hoog (optimale doseringen zie dit hoofdstuk),
2. de kamers in de pers zijn of worden niet goed gevuld. Er kunnen "dode hoeken" ontstaan of in ieder geval een niet uniforme verdeling van de filterkoek (verschillende diktes) in de kamer. Dit kan tot gevolg hebben dat lokaal in de kamers een hoog drogestofgehalte kan worden bereikt, maar dat het gemiddelde *einddrogestofgehalte* toch relatief laag is.

In Mierlo worden ook zeefbandpersen gebruikt om slib geflocculeerd met polyelectrolyt te ontwateren. De gemiddelde verblijftijd van een slibvolumeelementje is ± 10 minuten. Dit is erg kort. Bovendien zal alleen hoge druk (precieze waarde van de opgelegde mechanische druk is echter onbekend) op het slib worden uitgeoefend indien het slib zich tussen twee rollers bevindt. De contacttijd zal echter enkele seconden bedragen. Dit betekent dat de tijd om het slib uit te persen extreem kort is, terwijl uit laboratoriumproeven blijkt dat een volledige evenwichtssituatie, indien slib geflocculeerd met polyelectrolyt, ongeveer 100 minuten kan duren voor een koekdikte van slechts 10 mm. Het is dan ook niet zo verwonderlijk dat met behulp van zeefbandpersen lage *einddrogestofgehaltes* (± 20 gew.%) worden bereikt.

HOOFDSTUK 4 CONCLUSIES

- In dit onderzoek is een uitgebreide reeks van karakteriseringsmethoden voor slib en slibkoek onderzocht en vervolgens toegepast op vier slibben, afkomstig van vier verschillende RWZI's. Hieronder volgt een opsomming van alle gemeten grootheden, vaak als functie van tijd (dynamisch gedrag) en/of type flocculant en/of dosering van flocculant en/of drukval en/of vochtgehalte (zie Hoofdstuk2).

drogestofgehalte	gloeirest
ATP-gehalte	ESA-signaal
ijzerionen concentratie in filtraat	poly-electrolyt concentratie in filtraat
deeltjesgrootteverdeling	vloksterkte
SVI	pH
geleidbaarheid	bindingsenthalpie slib/water
droogsnelheid	vriestemperatuur
evenwichts relatieve vochtigheid	specifieke filtratie weerstand
einddrogestofgehalte bij expressie	compressiecoëfficiënten
permeabiliteit slibkoek	porositeit slibkoek
vochtprofiel in slibkoek	drukprofiel in slibkoek
MFT-afzuigtijd	MFT-einddrogestofgehalte
Capillary Suction Time	

- De onderstaande meetmethoden, gerangschikt in volgorde van voorkeur, komen in aanmerking voor toepassing in de RWZI-praktijk (zie ook §2.7.2):

	Meetmethode	**Gemeten grootheden**
1	Filtratie-Expressie-Cel	specifieke filtratieweerstand, einddrogestofgehalte benodigde perstijd voor expressiefase
2	Modified Filtration Test	MFT-afzuigtijd en MFT-drogestofgehalte
3	Spectrofotometrisch	ijzerionenconcentratie in filtraat
4	Microscopie + Image Analysis	deeltjesgrootteverdeling
5	Gemodificeerde CST-methode	specifieke filtratieweerstand
6	Reometer	thixotropie
7	Compressie-Permeabiliteits-Cel	specifieke filtratieweerstand, einddrogestofgehalte, permeabiliteit, porositeit, compressiecoëfficiënten

- Onderstaande grootheden blijken, als functie van de flocculantdoseringen, een maximale of minimale waarde te vertonen binnen een vrij klein bereik van de flocculant dosering.

Minimaal	**Maximaal**
specifieke filtratieweerstand	MFT-drogestofgehalte
benodigde perstijd in expressiefase	thixotropie (vloksterkte)
ijzerionenconcentratie in het filtraat	deeltjesgrootte

Bij deze flocculantdosering blijkt de ontwaterbaarheid van het slib *maximaal* te zijn. Vandaar dat deze dosering wordt aangeduid als *optimale flocculantdosering.* Alle meetmethoden, zoals vermeld in voorgaande conclusie, zijn in principe geschikt voor de bepaling van deze optimale flocculantdosering.

- Het blijkt dat de flocculatiecondities (dosering en type flocculant, menging, tijd) in zeer sterke mate de ontwaterbaarheid van slib beïnvloeden, veel sterker dan de aangelegde mechanische druk.

- Uit metingen van het ESA-signaal (maat voor zêta-potentiaal) blijkt dat er bij een bepaalde dosering van ijzerchloride aan slib een ladingsomkeer van negatief naar positief optreedt. Dit verschijnsel kan verklaard worden door te veronderstellen dat positief geladen ijzerhydroxyde complexen met valenties +1 en +2 aan de negatief geladen deeltjes adsorberen. Alhoewel op grond van de DVLO theorie deze ladingsomslag zou moeten corresponderen met de optimale flocculantdosering blijkt dat voor de onderzochte zuiveringsslibben niet te gelden.

- Bij afnemend vochtgehalte blijkt de bindingsenthalpie van slib/water aanvankelijk nul te zijn ('vrij' water) om vervolgens sterk toe te nemen bij vochtgehaltes lager dan ca. 0,4 à 0,5 kg water/kg droge stof ('gebonden' water). Deze waarde is slechts indicatief, vanwege de beperkte resolutie van de gebruikte meetmethoden. Niettemin blijkt dat binnen de meetnauwkeurigheid geen effect is waar te nemen van het type en de dosering van de flocculant. Op grond van de gemeten bindingsenthalpie als functie van het watergehalte kan worden geconcludeerd dat het *theoretisch maximaal haalbare* drogestofgehalte in een mechanisch ontwateringsproces rond de 65-75 gew.% zal liggen.

- In filterkoeken is het vochtgehalte vaak in de orde van 4 kg water/kg drogestof (=20 gew.% drogestof). Dit betekent dat ongeveer 90% van het water aanwezig is als 'vrij' water, d.w.z. niet fysisch/chemisch gebonden aan de slibdeeltjes.

- Een gemodificeerd CST-apparaat, waarin de positie van het vloeistoffront continu als functie van de tijd wordt geregistreerd, is ontwikkeld. Bovendien is een fysisch/mathematisch model voor dit apparaat opgesteld. De specifieke filtratieweerstand, zowel van geflocculeerde als ongeflocculeerde slibben, kan worden bepaald. Dit apparaat heeft als grote voordeel t.o.v. de conventionele CST, dat de gemeten specifieke filtratieweerstand onafhankelijk is van de concentratie vaste stof deeltjes in het slib, hetgeen de zinvolheid van de meting ten goede komt.

- Voor de beschrijving van het ontwateringsgedrag van slib is een *fysisch-mathematisch model* opgesteld. Met dit model kunnen het filtratiegedrag van slib, het expressie- en compressiegedrag van een slibfilterkoek, de ontwateringstijd en het drogestofgehalte worden berekend. Het model houdt rekening met de constitutieve eigenschappen van slib. Hiermee wordt bedoeld dat de *locale* porositeit als functie van de *locale* druk op de deeltjes wordt beschouwd, en dat de *locale* permeabiliteit als functie van de *locale* porositeit wordt beschreven; bovendien is ook tijdsafhankelijk materiaalgedrag, zoals bijvoorbeeld kruip van de filterkoek tijdens de expressie-fase, in het model verdisconteerd.

- Het voornoemde model is in het laboratorium uitvoerig getoetst m.b.v. de Filtratie-Expressie-Cel en de Compressie-Permeabiliteits-Cel. Niet alleen *globale* parameters, zoals het filtraatvolume en het drogestofgehalte, maar ook de *locale* interne parameters van de filterkoeken (gradiënt in porositeit, vochtprofiel, drukprofiel) zijn gevalideerd.

- NMR-imaging, zoals ontwikkeld door de faculteit Natuurkunde van de TUE, blijkt uitermate geschikt te zijn voor het meten van vochtprofielen in een slibkoek tijdens een filtratie-expressie experiment. Deze meetmethode levert belangrijke informatie over wat er op micro-schaal in een filterkoek gebeurt. Daarom is deze methode bij een fundamenteel onderzoek van mechanische ontwateringsprocessen van onmisbare waarde.

- Constitutieve eigenschappen dienen in aparte experimenten te worden bepaald. Het blijkt, dat in de filtratiefase de slibkoek zich als een *elastisch* materiaal gedraagt, terwijl in de expressiefase een *visco-elastisch* materiaalgedrag heerst. Dit visco-elastisch materiaalgedag leidt ertoe, dat in een expressie-experiment heel langzaam naar een evenwichtssituatie wordt 'toegekropen'. Met name bij slibben, die met poly-electrolyt zijn geflocculeerd, leidt dit vaak tot zeer lange ontwateringstijden.

- Ontwateringsexperimenten op laboratoriumschaal wijzen uit dat einddrogestofgehaltes van 40-45 gew.% reeds bij lage drukken (3-6 Bar) haalbaar zijn. Het kan echter soms enkele uren duren voordat deze drogestofgehaltes zijn bereikt.

- Uit hoge druk ontwateringsexperimenten (60-100 bar) blijkt dat het mogelijk is zeer hoge einddrogestofgehaltes (ca. 60 gew.%) te bereiken. Verder blijkt uit experimenten en modelberekeningen dat drukverhoging nauwelijks leidt tot *snellere* ontwatering.

- Over het algemeen levert slib geflocculeerd met polyelectrolyt hogere einddrogestofgehaltes dan slib geflocculeerd met ijzerchloride/kalk. Dit wordt veroorzaakt door de hogere compressibiliteit van slib geflocculeerd met polyelectrolyt. Daarentegen is de ontwateringstijd van slib geflocculeerd met polyelectrolyt in het algemeen langer dan die van slib geflocculeerd met ijzerchloride/kalk. Men dient zich wel te realiseren dat alle besproken experimenten zijn uitgevoerd onder optimale laboratoriumcondities.

- Het fysisch/mathematisch model biedt een uitstekende basis voor het ontwikkelen van apparaatmodellen voor kamerfilter- en membraanpersen, zeefbandpersen en centrifuges.

HOOFDSTUK 5 AANBEVELINGEN VOOR TOEKOMSTIG ONDERZOEK

Als logisch vervolg op het huidige onderzoek zijn drie vervolgonderzoeken aan te geven. Deze zullen hieronder kort worden toegelicht.

Overdracht van fundamentele kennis slibontwatering naar de praktijk[2]

In het huidige onderzoek zijn veel kennis, methodieken en inzichten ontwikkeld m.b.t. het gedrag van slib tijdens een mechanisch ontwateringsproces onder goed gedefinieerde condities in kleinschalige laboratoriumopstellingen. Het zou een logische stap zijn om te trachten deze expertise te vertalen en toe te passen bij praktische slibontwateringsinstallaties.

Daarom is een van de doelen van het vervolgonderzoek na te gaan in hoeverre het drogestofgehalte van de slibkoek uit de praktijkinstallatie afwijkt van het drogestofgehalte dat maximaal haalbaar is volgens experimenten uitgevoerd met de Filtratie-Expressie-Cel. Dit betekent dat metingen bij een praktijkinstallatie dienen te geschieden. Het uitvoeren van de metingen en de verwerking van de meetresultaten dienen zo gebruikersvriendelijk mogelijk te worden ontwikkeld.

De meetgegevens zouden gebruikt kunnen worden voor *diagnostische doelen:* welke einddrogestofgehalte wordt in de installatie bereikt? Welk einddrogestofgehalte zou er haalbaar moeten zijn volgens de metingen met de Filtratie-Expressie-Cel? En als er verschillen zijn tussen de praktijk- en testwaarden, hoe komt dat dan? Door deze vraagstellingen en een systematische analyse van de werking van een praktijkinstallatie zal ongetwijfeld een beter inzicht worden verkregen omtrent de werking van een ontwateringsinstallatie. Ook is te verwachten dat 'bottle necks' zullen worden opgespoord, waardoor mogelijkerwijs adequate en effectieve maatregelen ter verhoging van het ontwateringsrendement kunnen worden getroffen.

Op basis van dezelfde meetgegevens zou ook onderzocht kunnen worden in hoeverre een *optimalisatie* van het ontwateringsproces kan plaatsvinden, bijvoorbeeld door sturing van de flocculant dosering, of de snelheid waarmee drukopbouw tijdens de expressiefase plaatsvindt, e.d. In het eerste geval dient de optimale flocculantdosering, bepaald m.b.v. de Filtratie-Expressie-Cel (of door een andere methode, zie §2.7.2), steeds vergeleken te worden met de praktijkdosering.

Ontwikkelen van apparaatmodellen[1]

Bij diagnostische en optimalisatie doeleinden spelen naast de slibkarakteriseringsmethoden ook het huidige fysisch/mathematisch model een belangrijke rol, o.a. ter voorspelling van

---

[1] Dit onderzoek is ook vermeld in **'Onderzoekprogramma Slibontwatering 94-98'** rapport Witteveen+Bos, februari 1994, aangeboden aan STOWA.

[2] Een projectvoorstel, gedateerd 26 november 1993, als vervolgonderzoek binnen het onderzoekprogramma RWZI-2000 gehonoreerd.

einddrogestofgehalte bij andere procescondities, benodigde tijd voor expressie, wijze waarop drukopbouw als functie van tijd zou moeten plaatsvinden en tot welke maximale waarde van de druk, etc. Echter, het huidige fysisch/mathematisch model is in principe ontwikkeld voor de beschrijving van mechanische ontwatering in de Filtratie-Expressie-Cel en heeft naar verwachting een minder voorspellende waarde m.b.t. de werking van praktijkinstallaties. Het is dus gewenst dat ook *apparaatmodellen* worden ontwikkeld, dus modellen waarmee ontwateringsgedrag in kamerfilterpersen, membraanfilterpersen, zeefbandpersen en centrifuges kan worden beschreven en gesimuleerd. Dergelijke modellen zouden bij het ontwerpen en optimaliseren van ontwateringsprocessen een uitstekend hulpmiddel zijn.

De werking van een ontwateringsproces hangt af van:

- gegeven *slibparameters,* die nu tot op zekere hoogte objectief zijn vast te leggen.
- niet-variabele *apparaatparameters,* zoals o.a. vorm en afmetingen van apparaat of onderdelen daarvan, wijze waarop kamers gevuld worden (stromingscondities), geometrische configuratie waarin flocculering plaatsvindt, etc.
- variabele *procesparameters,* zoals vultijd, filtratietijd, expressietijd, filtratiedruk, expressiedruk, wijze waarop drukopbouw in de tijd plaatsvindt, flocculantdosering, type flocculant, koekdikte, te verwerken slibcapaciteit, etc.

In een apparaatmodel wordt de samenhang tussen al deze parameters aangebracht op grond van behoudswetten en fysische inzichten. De beschikbare karakteriseringsmethoden en het huidige fysisch/mathematische model worden geacht een uitstekende basis te vormen voor het ontwikkelen van dergelijke apparaatmodellen.

Ontwerpstudie Flocculatie

Uit het huidige onderzoek is gebleken dat ontwateringseigenschappen zeer sterk worden beïnvloed door de wijze, waarop het flocculatieproces wordt uitgevoerd (type en dosering van flocculant, intensiteit en duur van menging). Daarom is dit onderzoek gericht op het ontwerpen van een flocculatieproces, gebruikmakend van bestaande literatuurkennis betreffende colloïdchemie, stromingsleer,mengen en roeren, procestechnologie en procesregeling. Ook zou het zinvol zijn om na te gaan in hoeverre het flocculatieproces in praktijkinstallaties wordt uitgevoerd volgens de regels van de 'state of the art'. Uiteraard zullen diverse karakteriseringsmethoden, zoals uitvoerig beschreven in dit verslag, ook in dit onderzoek een belangrijke rol spelen.

HOOFDSTUK 6 LITERATUUR

Anderson, R.B. (1946). J. Am. Chem. Soc., 686.

Babchin, A.J., Chow, R.S., Sawatzky, R.P. (1989). Electrokinetic measurements by electroacoustical methods. Advances in Colloid and Interface Science, 30, 111-151.

de Boer, J.H. (1968). The dynamical character of adsorption, Clarendon Press, Oxford, 2nd edition.

Centraal Bureau voor de Statistiek (1991). Waterkwaliteitsbeheer, deel b zuivering van afvalwater.

Debye (1933). A method for the determination of the mass of electrolytic ions. J. Chem. Phys., 1, 13.

v. Dijck, F.W.H.M., Coumans, W.J., Kerkhof, P.J.A.M., Boulan, R.P., v. Breemen, A.N., Kop, J.H. (1989). Slibontwatering, een voorstudie. TU Eindhoven, TU Delft.

Eikelboom, D.H. (1994) Persoonlijke communicatie.

Eikelboom, D.H., Stouthammer, A.H., v. Verseveld, H.B., E.B. Muller (1993). High performance bioreactor: a physiological approach to wastewater treatment with zero production by complete sludge retention. Proceedings Japanese-Dutch Workshop, Miyazaki.

Görling, P. (1955). Untersuchungen zur Aufklärung des Trocknungsverhaltens pflanzlicher Stoffe, insbesondere von Kartoffelstücken. Proefschrift TH Darmstadt.

Greenspan, L., (1977). Humidity Fixed Points of Binary Saturated Aqueous Solutions. J. Res. Nat. Bur. Standards, Vol81A, 89-96.

Guggenheim, E.A., (1966). bijdrage in: Applications of statistical mechanics, Clarendon Press, Oxford.

Heide, B.A., Kampf, R. (1983). Selection and use of polyelectrolytes in dewatering of sludge with belt presses. Proceedings of Workshop "Methods of characterization of sewage sludge", Dublin.

James, R.O., Healy, T. (1972). Adsorption of hydrolyzable metal ions at the oxide-water interface I II III, 40, 42-81. Journal of Colloid Interface and Science.

Kerkhof, P.J.A.M., Coumans, W.J. (1989). Projectvoorstel "Fundamenteel onderzoek slibontwatering".

La Heij, E.J. (1994) Proefschrift TU Eindhoven.

Marlow, B.J., Fairhurst, D., (1988). Colloid vibration potential and the electrokinetic characterization of concentrated colloids. Langmuir, 4, 611-626.

NVA Slibcommissie (1991). Slibwijzer, Rijswijk.

Pidgeon, L.M., Maass, O. (1930). The adsorption of water by wood. J. Amer. chem. soc., 52, 1053-1069.

Shaw, D.J. (1969). Electroforesis. American Press.

Steiner, A.E., McLaren, D.A., Forster, C.F. (1976). The nature of sludge flocs. Water Research, 10, 25-30.

STORA (1979). Slibontwatering tot meer dan 40% droge stof.

STORA (1981). Slibontwatering: 1. Aard en waterbinding in slib (literatuur).

STORA (1981). Slibontwatering: 2. Slibeigenschappen en resultaten van slibverwerkingsapparatuur (literatuur).

STORA (1981). Slibontwatering: 3. Optimalisering van slibontwatering met polyelectrolyt - Zeefbandpersen - aëroob slib.

STORA (1981). Slibontwatering: 3. Optimalisering van slibontwatering met polyelectrolyt - Zeefbandpersen - uitgegist slib.

STORA (1982). Slibontwatering: 4. Zeefbandpersen - slibkarakterisering, keuze en optimaal gebruik van polyelectrolyt (Handleiding).

STORA (1983). Slibontwatering: 5. Filterpersen - slibkarakterisering en optimaal gebruik van anorganische chemicaliën (Onderzoek).

STORA (1983). Slibontwatering: 6. Filterpersen - slibkarakterisering en optimaal gebruik van anorganische chemicaliën (Handleiding).

Tiller et al., F.M. (1980). A revised approach to the theory of cake filtration in "Proc. int. symposium on fine particle processing" vol.2, 1549-1582. Editor: Somassundarem P. (Am. inst. miming, metallurgical and petroleum eng.).

v. Welzen, J. (1989). Effects of polycations on structure and catalytic activity of cobalt phthalocyanine: mechanistic study of the ionene-promoted thoil autoxidation. Proefschrift TU Eindhoven.

Yeh, S. (1985). Cake deliquoring and radial filtration. Dissertatie Universiteit van Houston.

SYMBOLENLIJST

a	constante	-
a_w	wateractiviteit	-
A	oppervlak van filtermedium	m^2
b	constante	-
c	geluidssnelheid	$m\ s^{-1}$
c_v	concentratie vaste stof in de suspensie	$kg\ m^{-3}$
C_g	Guggenheim constante	-
C_{g0}	GAB parameter	-
e	void ratio	-
E1	verschil tussen molaire sorptie-enthalpie van de m^{de} laag en de eerste laag	$J\ kg^{-1}$
E2	verschil tussen molaire sorptie-enthalpie van de m^{de} laag en de condensatie-enthalpie	$J\ kg^{-1}$
E_1	elasticiteitsmodulus	Pa
E_2	elasticiteitsmodulus	Pa
ESA	verhouding tussen acoustische druk en amplitude van de opgelegde electrische veldsterkte	$N\ V^{-1}m^{-1}$
g	zwaartekrachtversnelling	$m\ s^{-2}$
G_{ads}	adsorptie-energie	J
G_{chem}	specifieke adsorptie-energie	J
G_{coul}	Coulomb-energie	J
G_f	correctiefactor voor electrode-geometrie	-
G_{sol}	solvatatie-energie	J
H_b	bindingsenthalpie	$J\ kg^{-1}$
ΔH_{cond}	condensatie-enthalpie	$J\ mol^{-1}$
ΔH_m	molaire sorptie-enthalpie van de m^{de} laag	$J\ mol^{-1}$
ΔH_w	partiële molaire sorptie-enthalpie van water	$J\ mol^{-1}$
k	GAB parameter	-
k_0	GAB parameter	-
K	permeabiliteit	m^2
K_0	permeabiliteit bij $p_s=0$	m^2
L	koekdikte	m
m	massa	kg
p	aangelegde mechanische druk	Pa
p_l	vloeistofdruk	Pa
p_s	compressiedruk	Pa

p_a	constante	Pa
q_l	superficiële vloeistof snelheid	m s^{-1}
q_{lm}	superficiële vloeistof snelheid door filtermedium	m s^{-1}
q_s	superficiële vaste stof snelheid	m s^{-1}
Q	warmtestroom	J s^{-1}
r	straal	m
R	gasconstante	J $mol^{-1}K^{-1}$
R_d	electrische weerstand van droog keramiek	Ω
R_m	weerstand filtermedium	m^{-1}
R_{tot}	totale electrische weerstand van keramiek	Ω
R_w	electrische weerstand van nat keramiek	Ω
t	tijd	s
T	absolute temperatuur	K
v_l	lineaire vloeistof snelheid	m s^{-1}
v_s	lineaire vaste stof snelheid	m s^{-1}
V	filtraatvolume	m^3
x	afstandscoördinaat, diameter	m
x_0	maximale diameter in verdeling	m
X_w	vochtgehalte	kg water.(kg droge stof)$^{-1}$
X_{w1}	vochtgehalte in monolaag	kg water.(kg droge stof)$^{-1}$

Griekse symbolen

α	specifieke filtratieweerstand	m kg^{-1}
ß	compressibiliteitscoëfficient	-
$\dot{\gamma}$	afschuifsnelheid	s^{-1}
δ	compressibiliteitscoëfficient	-
ε	porositeit	-
ε_0	porositeit bij $p_s=0$	-
ε_s	vaste stof fractie	-
ε_{s0}	vaste stof fractie bij $p_s=0$	-
ϵ	rek	-
η	viscositeit	Pa s
η_s	viscositeit demper standaard vaste stof model	Pa s
κ	plastische viscositeit	Pa s
λ	compressibiliteitscoëfficient	-
μ	electroforetische mobiliteit	$m^2V^{-1}s^{-1}$
ρ	dichtheid	kg m^{-3}

ρ_d	soortelijke weerstand van droog keramiek	Ωm
ρ_l	dichtheid vloeistof	kg m^{-3}
ρ_s	dichtheid vaste stof	kg m^{-3}
ρ_w	soortelijke weerstand van nat keramiek	Ωm
τ	relaxatietijd	s
	afschuifspanning	Pa
τ_0	zwichtspanning	Pa
Φ	volumefractie van de disperse fase	-
ω	frequentie	s^{-1}

Afkortingen

ATP	Adenosine-tri-fosfaat
AMP	Adenosine-mono-fosfaat
AZT60	afzuigtijd nodig om 60 ml filtraat op te vangen
BZV	biologisch zuurstofverbruik
C	centrifuge
CCD	charged coupled device
CST	Capillary Suction Test ; Capillary Suction Time
ds	drogestof
ESA	Electrokinetic Sonic Analysis
KFP	kamerfilterpers
NMR	Nucleaire Magnetische Resonantie
MFT	Modified Filtration Test
MFTds	drogestofgehalte van de koek
MFTid	aantal gram water in de koek per gram droge stof van het slib in de suspensie
MFTrw	percentage resterend water in de koek betrokken op de hoeveelheid water in de suspensie
PC	personal computer
p.e.	polyelectrolyt
RWZI	rioolwaterzuiveringsinrichting
SVI	Slib-Volume-Index
ZFB	zeefbandpers

APPENDIX 1: KENMERKEN MET BETREKKING TOT HERKOMST SLIBBEN

RWZI Eindhoven, slibverwerking Mierlo

In deze RWZI (type: aëratietank) wordt het afvalwater uit Eindhoven en omstreken gezuiverd. Het zuiveringsslib dat hierbij vrijkomt, wordt ontwaterd in een speciale slibverwerkingsinstallatie in Mierlo. In dit onderzoek is mengslib (primair en secundair slib) uit Mierlo gebruikt en incidenteel ook secundair slib uit Eindhoven.

<u>afvalwaterzuivering</u>

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:	$5{,}0.10^7$ m³/jaar.
ontwerpcapaciteit:	750.000 inwonerequivalenten.
slibbelasting:	0,20 kg BZV/kg ds.dag.
slibleeftijd:	6 dagen.

<u>slibverwerking</u>

debiet slib:	$5{,}6.10^5$ 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 2½ - 3 uur.
ds% te ontwateren slib:	2,5% .
ds% ontwaterd slib:	22% (ZBP), 24% (C), 35% (KFP).
flocculantverbruik:	145 - 180 g/kg ds $FeCl_3$, 500 - 600 g/kg ds $Ca(OH)_2$ (KFP).
	4 - 5 g p.e./kg ds (C en ZBP).
gebruikte p.e.:	Nalco 41/62 van Nalco Company.

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 (type: aëratietank) 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 $FeCl_3$ aan het slib toegevoegd om de primaire vlokvorming te bevorderen. Ook vindt dan een reactie plaats tussen ijzerionen en gevormd H_2S, waardoor ijzersulfide-neerslag ontstaat en weinig H_2S in het gistingsgas voorkomt. De invloed van vergisting 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 electriciteit dekt meer dan de helft van de behoefte op de RWZI.

<u>afvalwaterzuivering</u>

aangesloten plaats:	deel van Amsterdam.
samenstelling:	praktisch uitsluitend huishoudelijk.
debiet influent:	$4{,}8.10^7$ m³/jaar.
ontwerpcapaciteit:	750.000 inwonerequivalenten.
slibbelasting:	0,10 kg BZV/kg ds.dag.
slibleeftijd:	9 dagen.

<u>slibverwerking</u>

debiet slib:	$8{,}4.10^5$ 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.

RWZI Veghel-Uden

In de RWZI Veghel-Uden (type: oxydatiesloot) wordt stedelijk afvalwater uit Veghel, Uden en omstreken behandeld. Tevens wordt het surplusslib 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:	$1{,}3.10^7$ m^3/jaar.
ontwerpcapaciteit:	250.000 inwonerequivalenten.
slibbelasting:	0,06 kg BZV/kg ds.dag.
slibleeftijd:	13 dagen.

slibverwerking

debiet slib:	$1{,}4.10^5$ m^3/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.

RWZI Lage Zwaluwe, slibverwerking Rijen

In de RWZI Lage Zwaluwe (type: oxydatiesloot) wordt alleen afvalwater uit de gemeente Hooge- en 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.

<u>afvalwaterzuivering</u>

aangesloten plaats:	Lage Zwaluwe.
samenstelling:	100% huishoudelijk.
debiet influent:	$7{,}1.10^5$ m^3/jaar.
ontwerpcapaciteit:	6000 inwonerequivalenten.
slibbelasting:	0,06 kg BZV/kg ds.dag.
slibleeftijd:	20 dagen.

<u>slibverwerking</u>

debiet slib:	$1{,}2.10^5$ m^3/jaar, waarvan $2{,}8.10^3$ m^3/jaar uit Lage Zwaluwe.
ontwateringsapparatuur:	2 ZBP: 2 x 30 m^3 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.

APPENDIX 2: WERKSCHEMA SLIBKARAKTERISERING

1. Eigenschappen

Flocculanten: - $FeCl_3$ en $Ca(OH)_2$
- p.e. Röhm KF975
- p.e. dat wordt gebruikt in de desbetreffende RWZI

Doseringen: - optimale concentratie
- te lage concentratie
- te hoge concentratie

Er wordt dus gemeten aan een slibsoort, die op negen verschillende manieren is geflocculeerd.

Dag 1

- drogestofgehalte (puur slib)
- gloeirest (puur slib)
- organische fractie (puur slib)
- ATP (puur slib)
- CST ϕ10 (puur slib)
- SVI (puur slib)
- 44 MFT experimenten ter bepaling van de optimale conditioneringscondities; 16 MFT experimenten per combinatie slib-polyelektrolyt en 12 experimenten voor de conditionering met $FeCl_3$.

Dag 2

- ATP (puur slib)
- CST ϕ10 (puur slib)
- SVI (puur slib)
- MFT&CST ϕ10 (9x)
- drukfiltratie (9x)
- zêta-potentiaal (automatische reeks)
- pH (9x)
- geleidbaarheid (9x)

Dag 3

- ATP (puur slib)
- CST ϕ10 (puur slib)
- SVI (puur slib)
- deeltjesgrootteverdeling (9x en puur slib)
- rheologische eigenschappen (9x en puur slib)

Dag 4

- rest Fe-ionen in filtraat (3x)
- rest p.e. in filtraat (6x)

2. Slib-waterbinding

Flocculanten:
- $FeCl_3$ met $Ca(OH)_2$
- p.e. Röhm KF975
- p.e. dat gebruikt wordt bij de desbetreffende RWZI

Doseringen:
- optimale concentratie
- te lage concentratie
- te hoge concentratie

Er wordt dus gemeten een slibsoort, die op negen verschillende manieren geflocculeerd is.

Dag 1

- Drukfiltratie; behandeling met effectief schimmelbestrijdingsmiddel

- Waterdampisothermen; bepaling met de sorptiecarrousel

Dag 2

- Drukfiltratie

- TGA/DTA: bepaling bindingsenthalpie als functie van vochtgehalte (3x)

Dag 3

- TGA/DTA: bepaling bindingsenthalpie als functie van vochtgehalte (3x)

Dag 4

- TGA/DTA: bepaling bindingsenthalpie als functie van vochtgehalte (3x)

Dag 5

- DSC: bepaling vriescurven (9x)

APPENDIX 3: RESULTATEN KARAKTERISERING MIERLO-SLIB

Drogestofgehalte

2,6 %

Gloeirest

25 %

Flocculanten

flocculant	concentratie (g/kg ds)	conc. $Ca(OH)_2$ (g/kg ds)	roertijd (s)
$FeCl_3$	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

Geleidbaarheid, pH en hoeveelheid $FeCl_3$ in het filtraat

flocculant	concentratie	geleidbaarheid	pH	conc.$FeCl_3$.10^6
	(g/kg ds)	($\Omega^{-1}.m^{-1}$)	(-)	(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	-

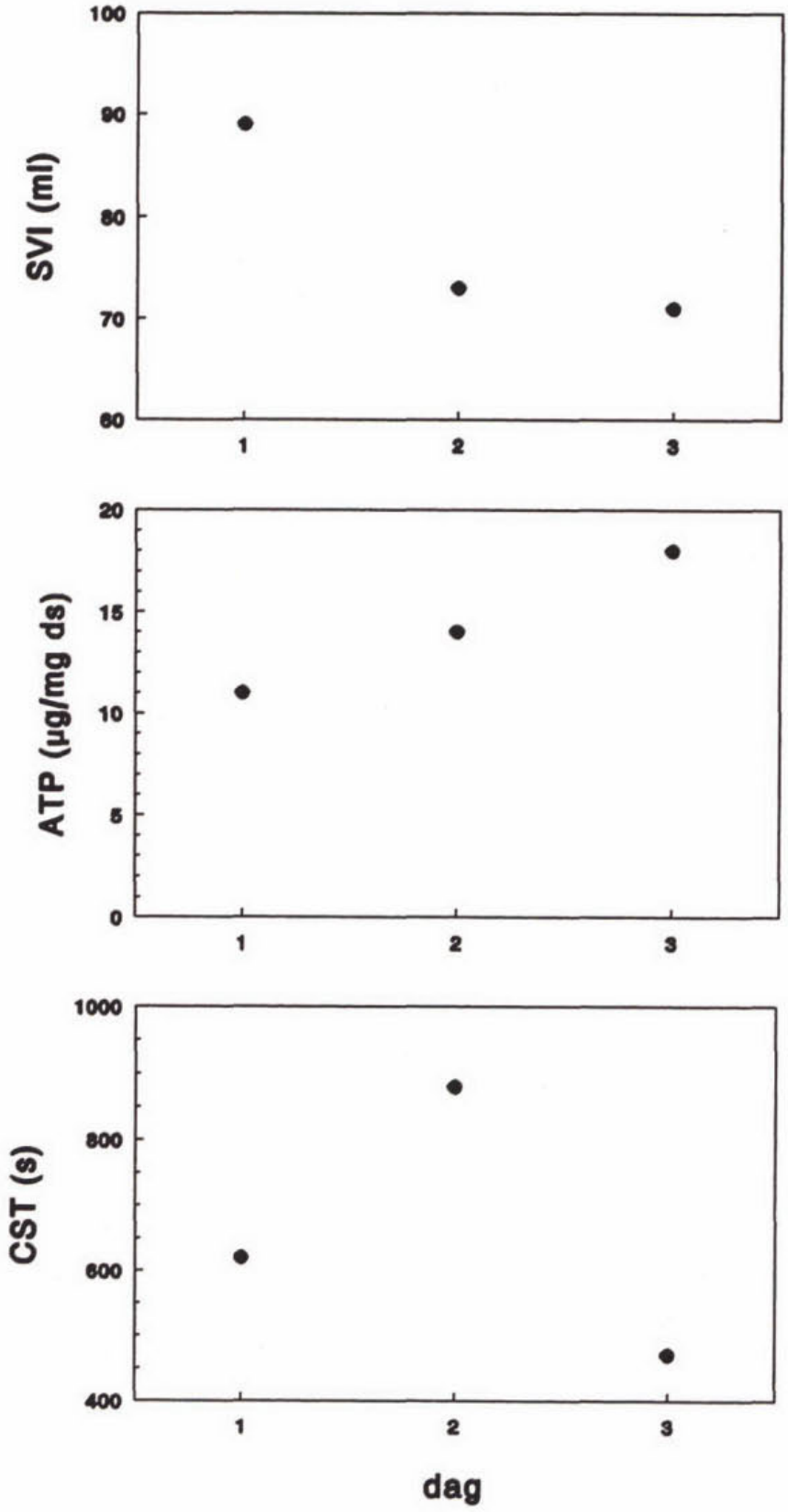
MFT met geflocculeerd slib

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

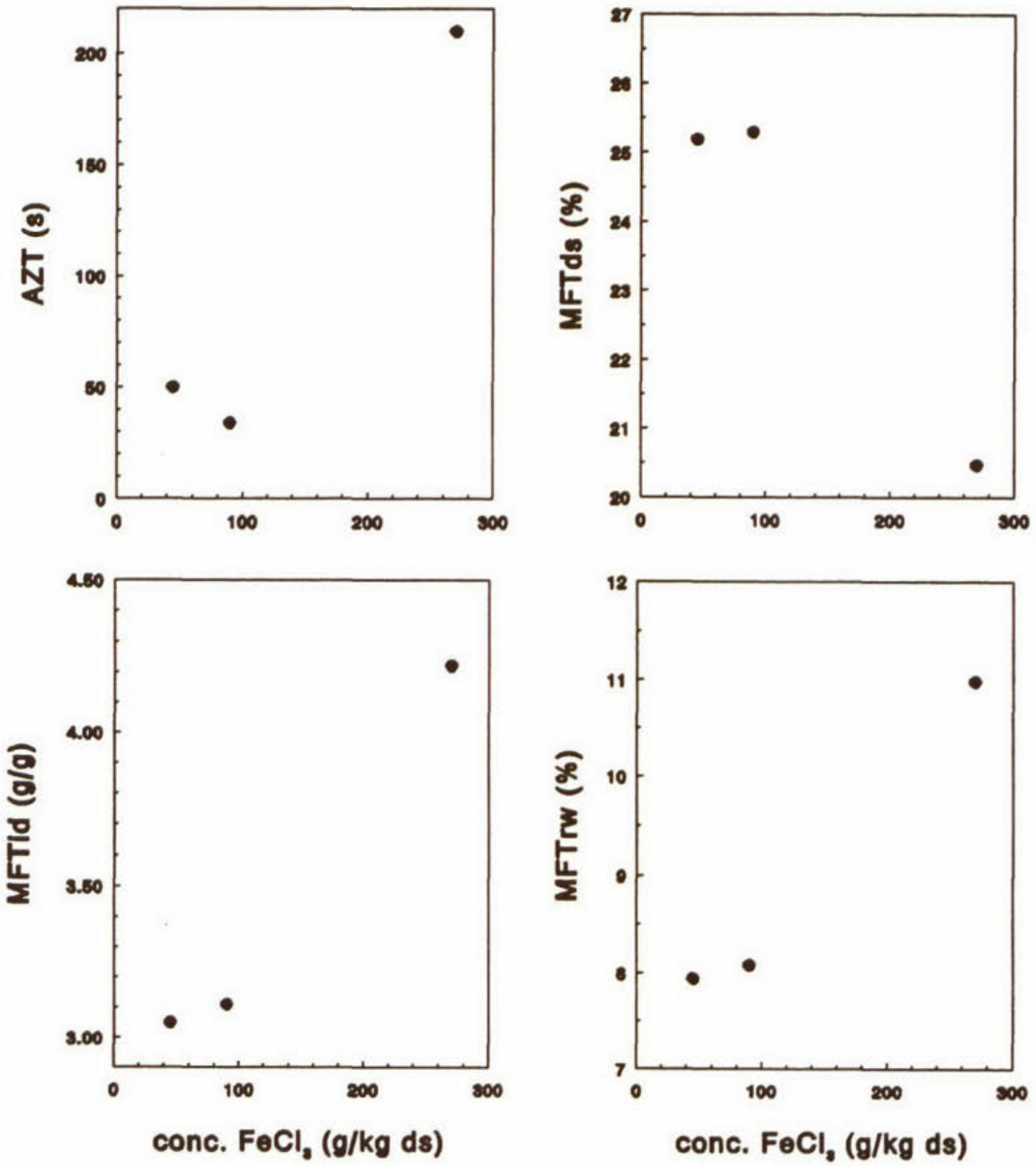
CST, specifieke filtratieweerstand α, mediaan van de diameter en mate van thixotropie

flocculant	concentratie (g/kg ds)	CST (s)	$\alpha.10^{-12}$ (m/kg)	mediaan (μm)	thixotr. ($W.m^{-3}$)
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	-

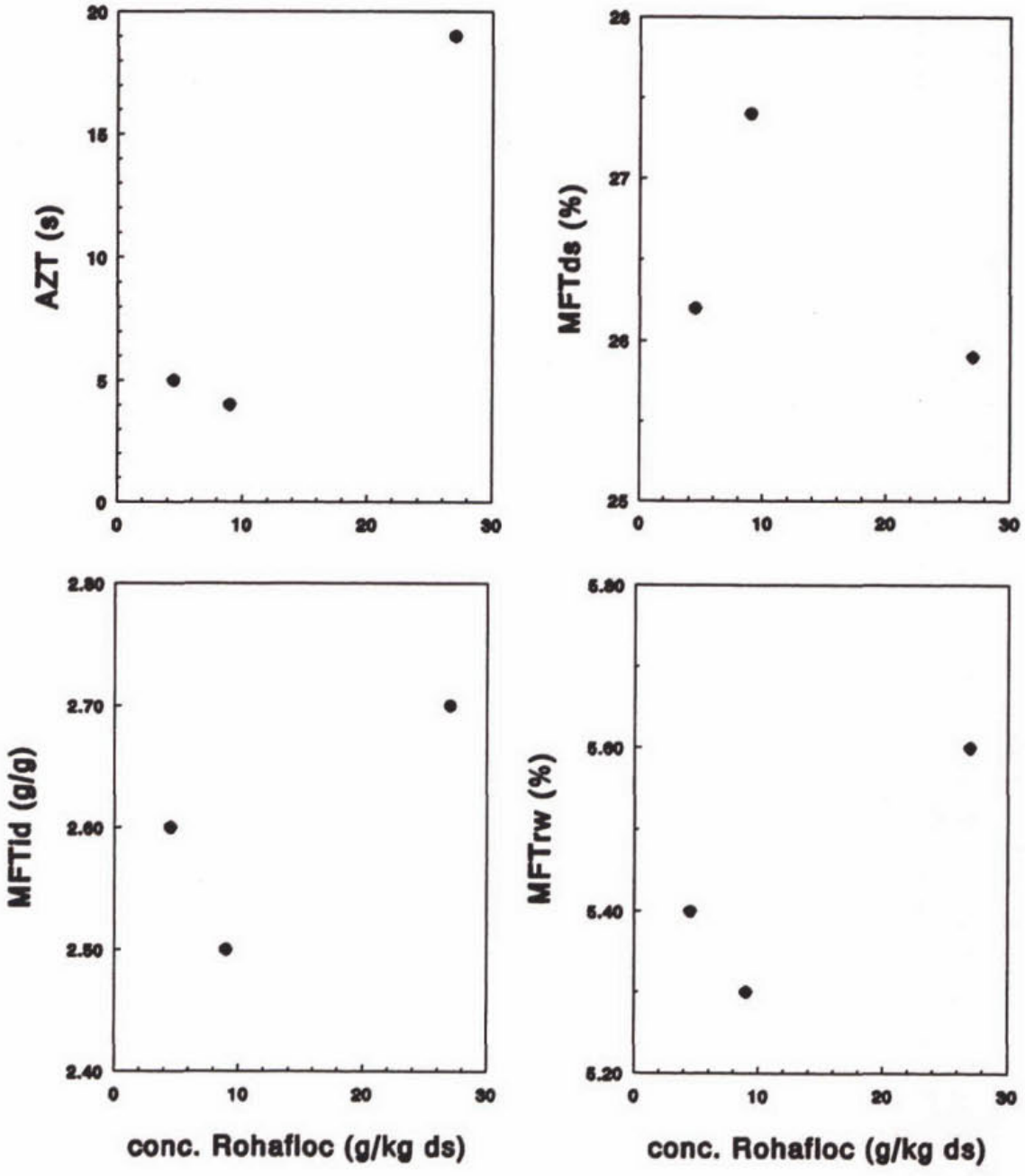
SVI, ATP-gehalte en CST van ongeflocculeerd slib op dag 1, 2 en 3



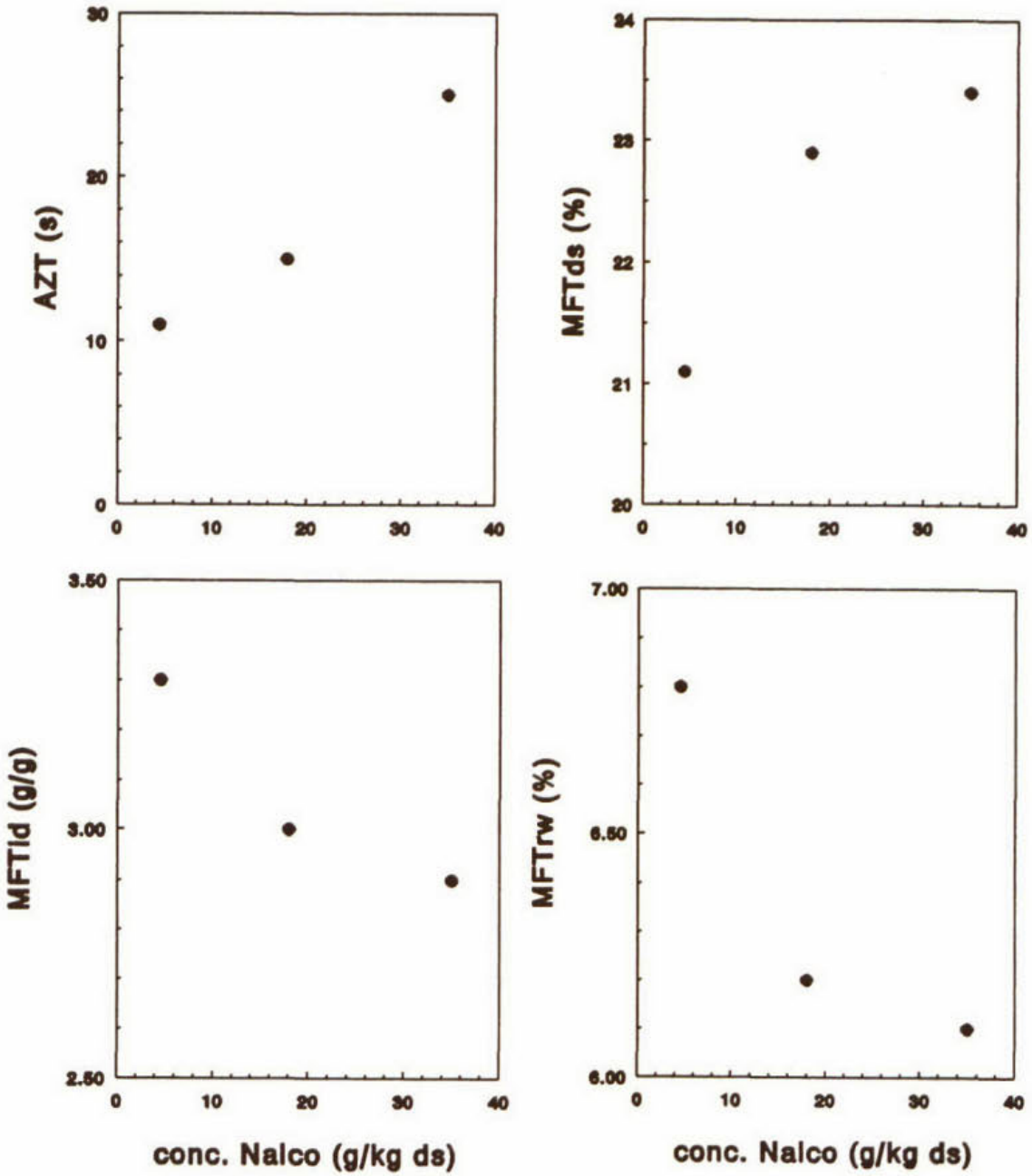
MFT met $FeCl_3$ als flocculant



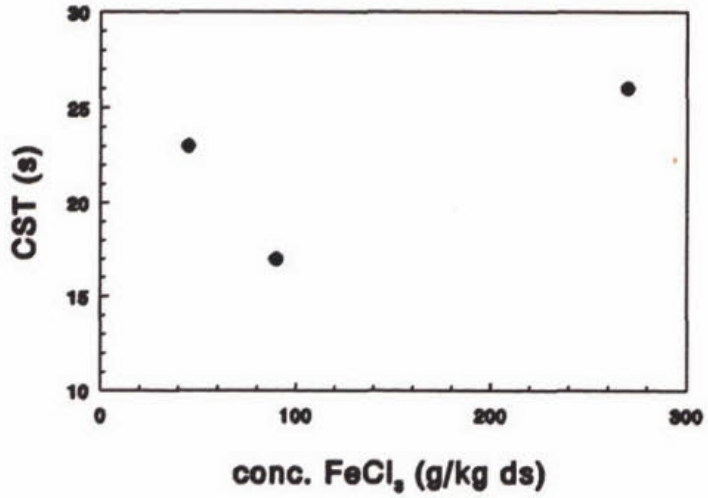
MFT met Rohafloc KF975 als flocculant

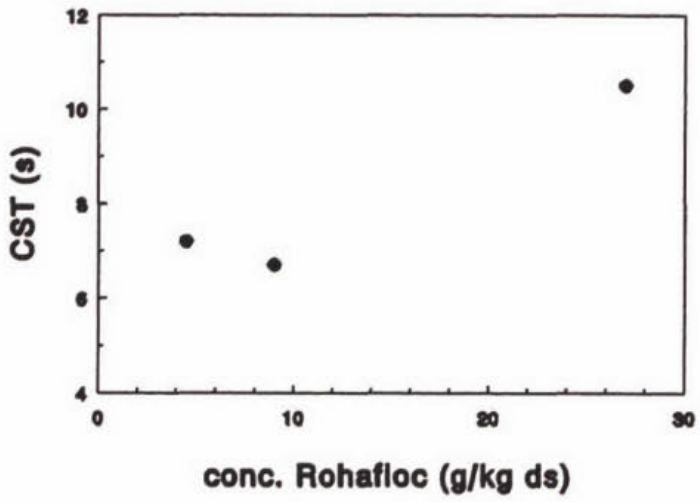


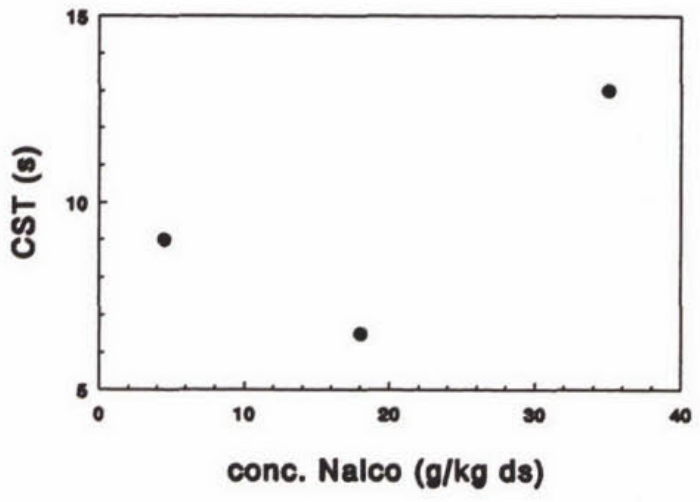
MFT met Nalco 41/62 als flocculant



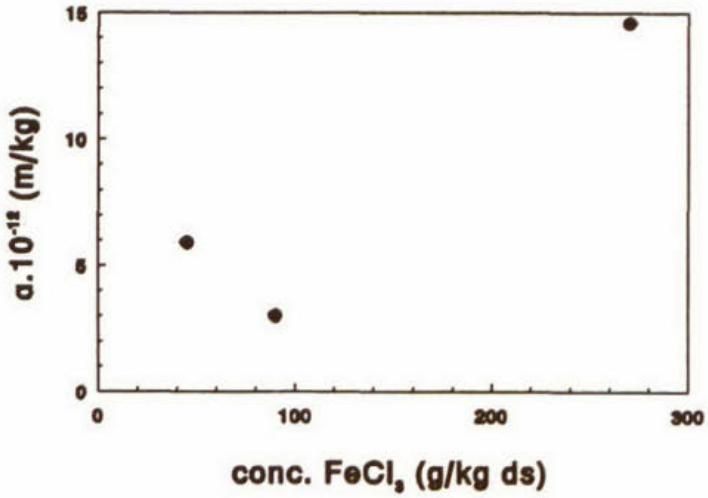
CST van geflocculeerd slib

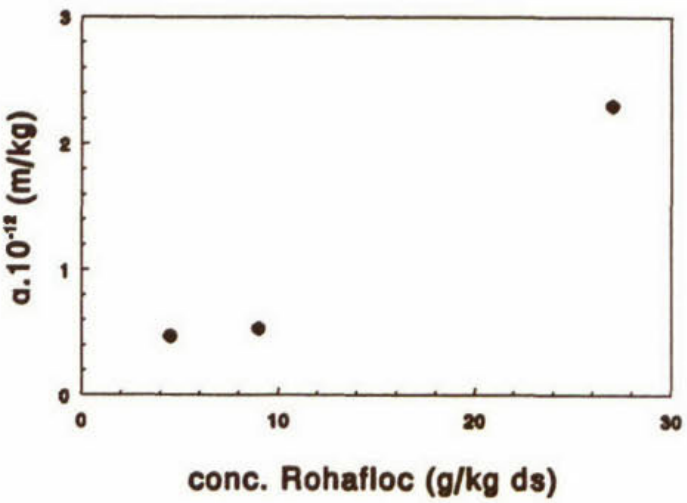


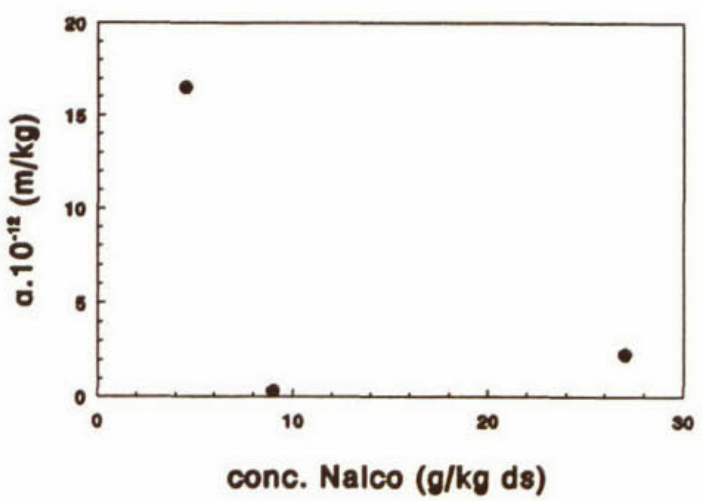




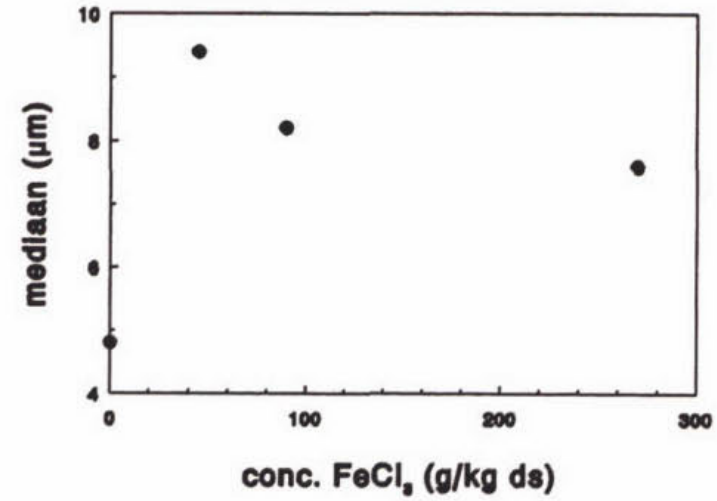
Specifieke filtratieweerstand α van geflocculeerd slib

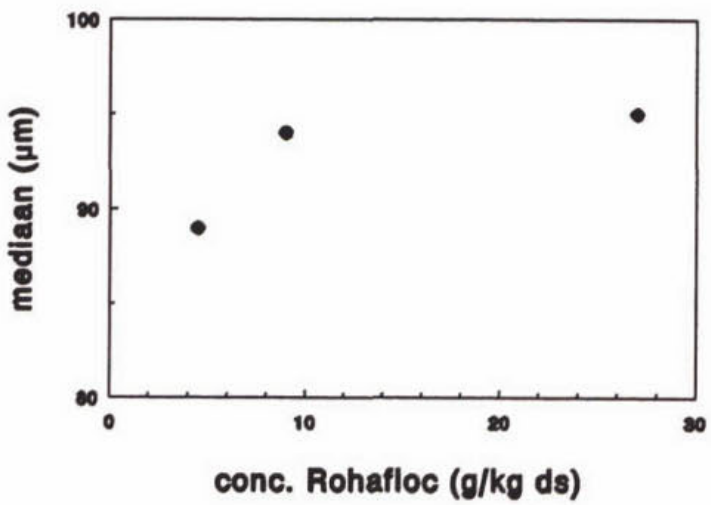


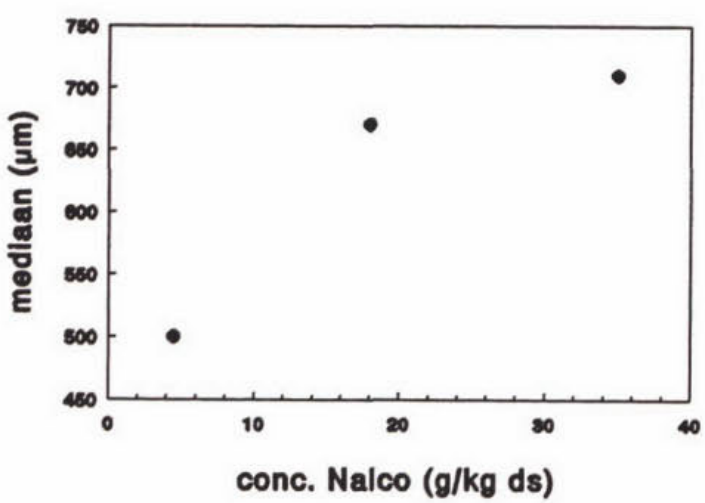




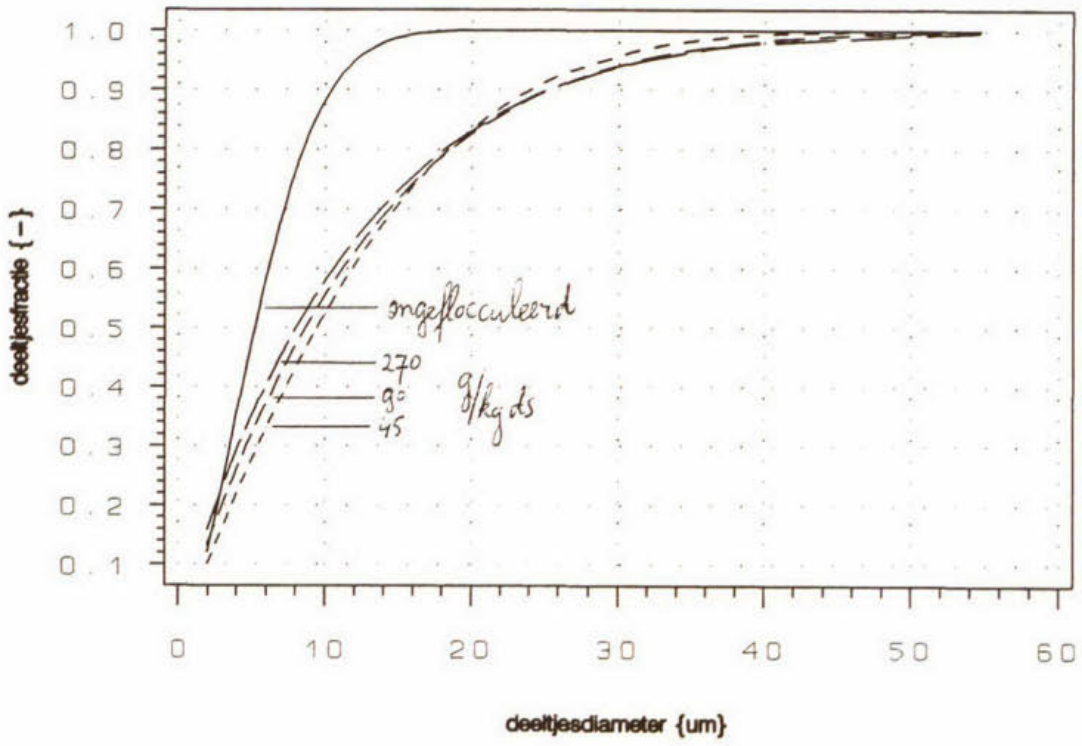
Mediaan van de diameter van geflocculeerd en ongeflocculeerd slib



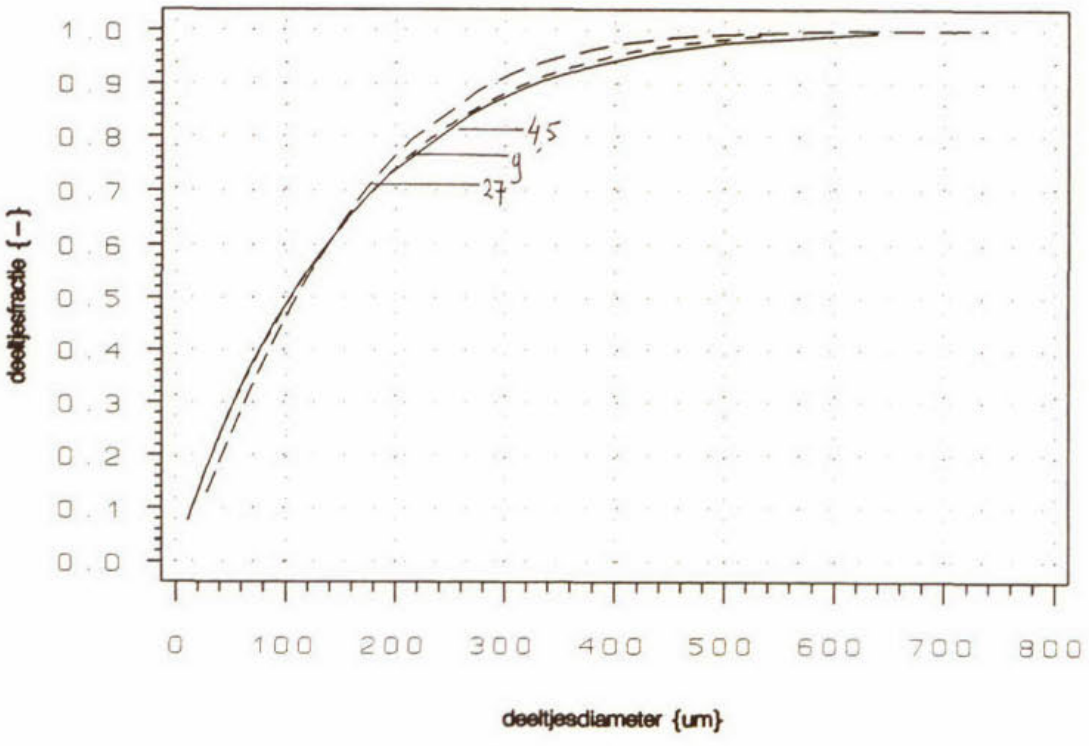




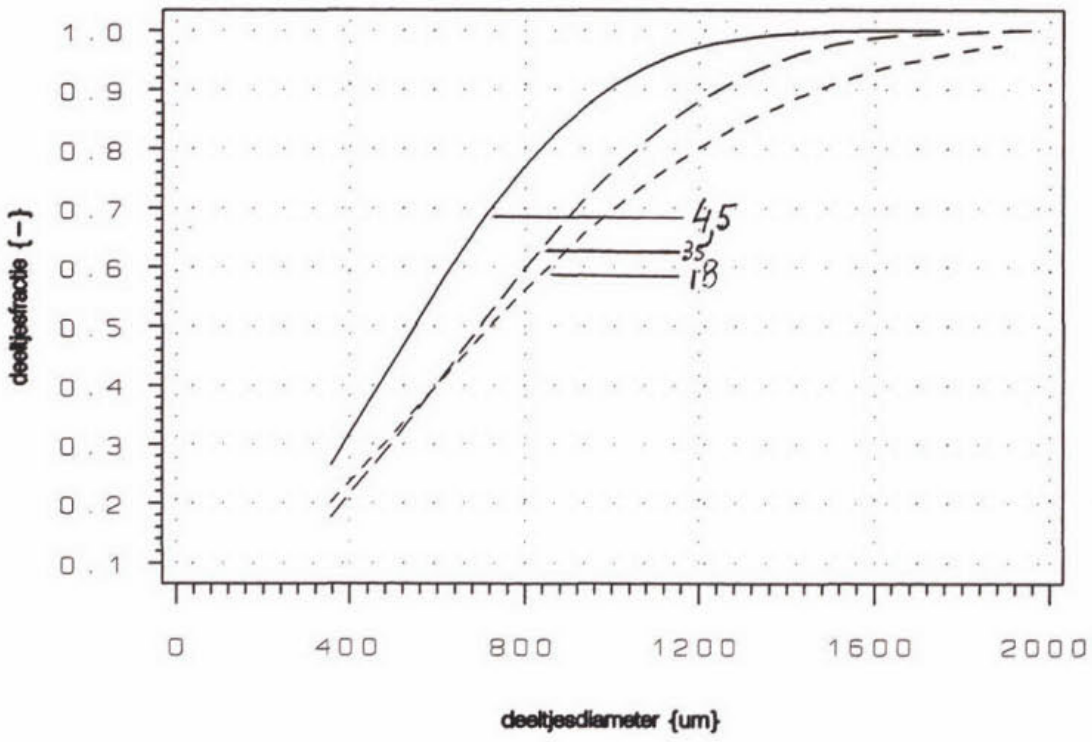
Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, ongeflocculeerd slib en flocculant: $FeCl_3$



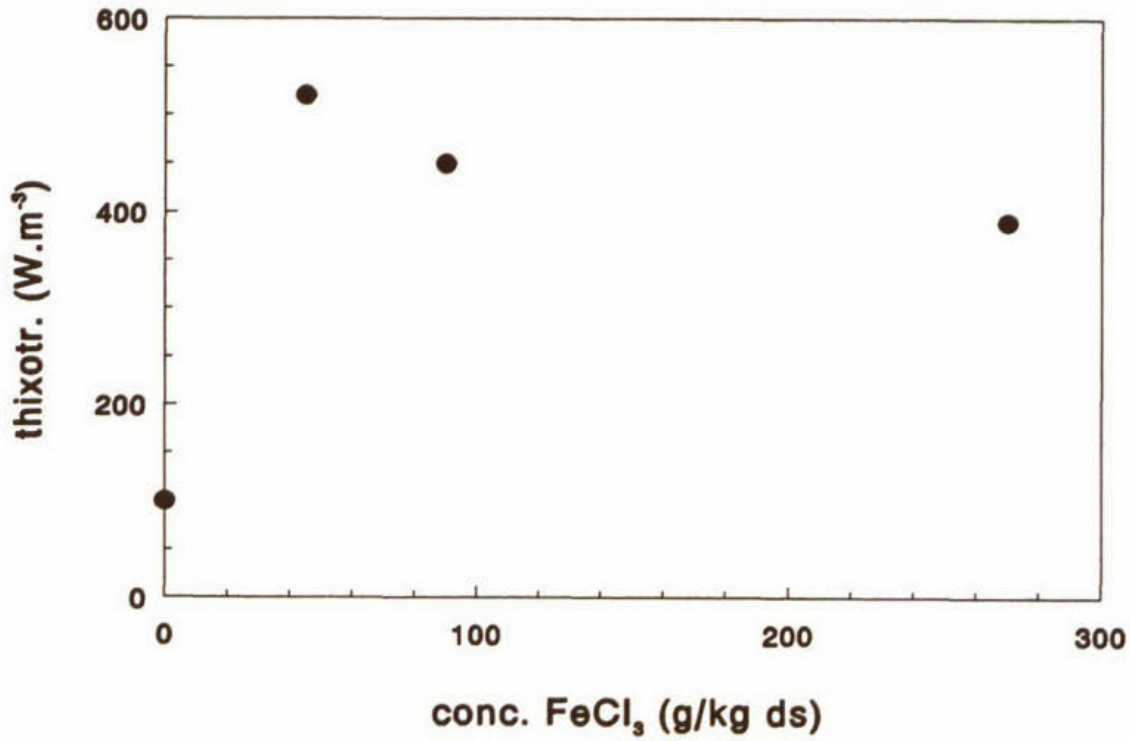
Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: Rohafloc KF975



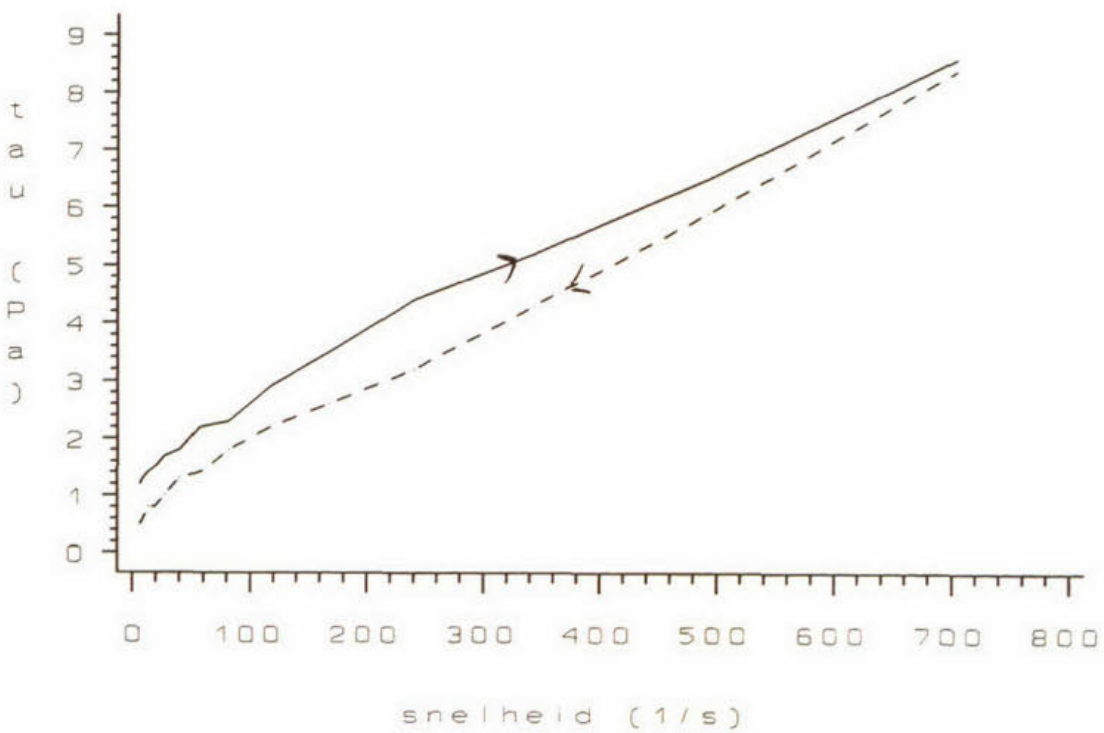
Cumulatieve deeltjesgrootteverdeling, flocculant: Nalco 41/62

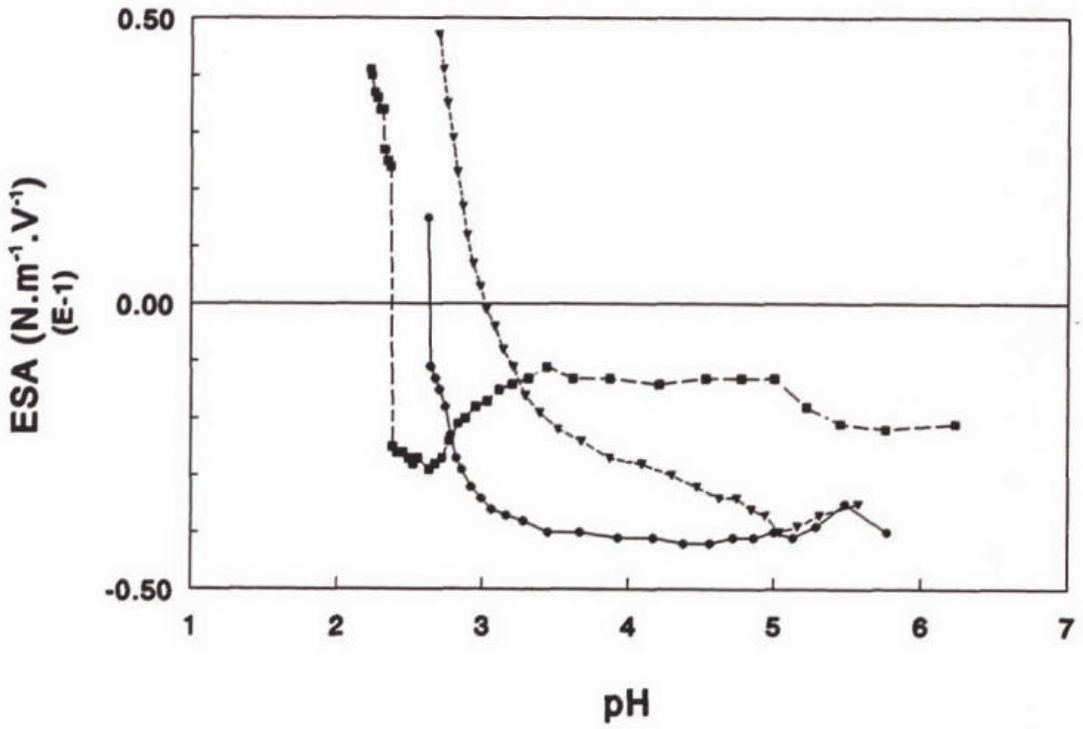


Mate van thixotropie met $FeCl_3$ als flocculant en van ongeflocculeerd slib

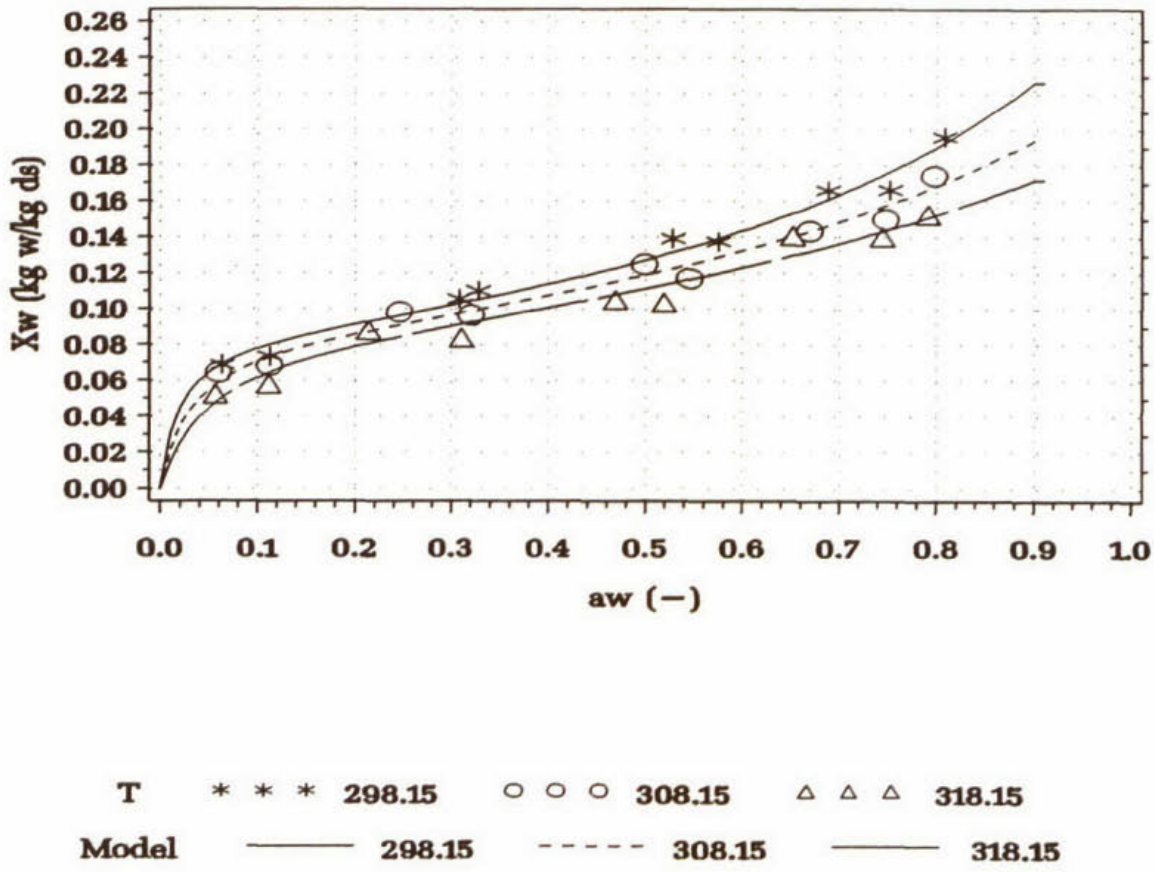


Reogram van slib geflocculeerd met 45 g/kg ds $FeCl_3$

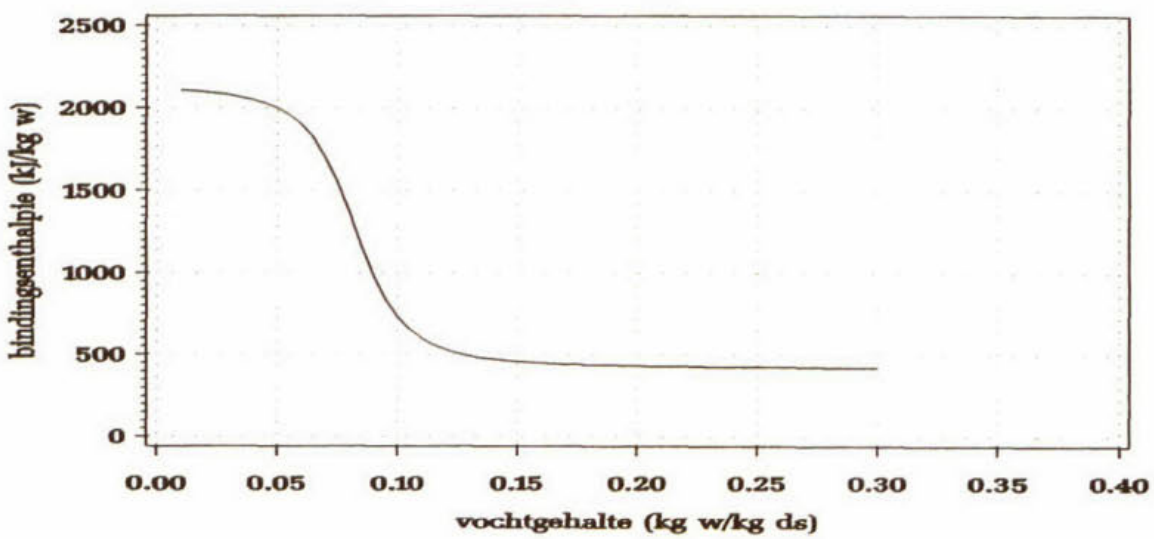




ESA als functie van de pH van de slibsuspensie tijdens toevoeging van $FeCl_3$. Resultaat van drie experimenten uitgevoerd met Mierlo-slib.



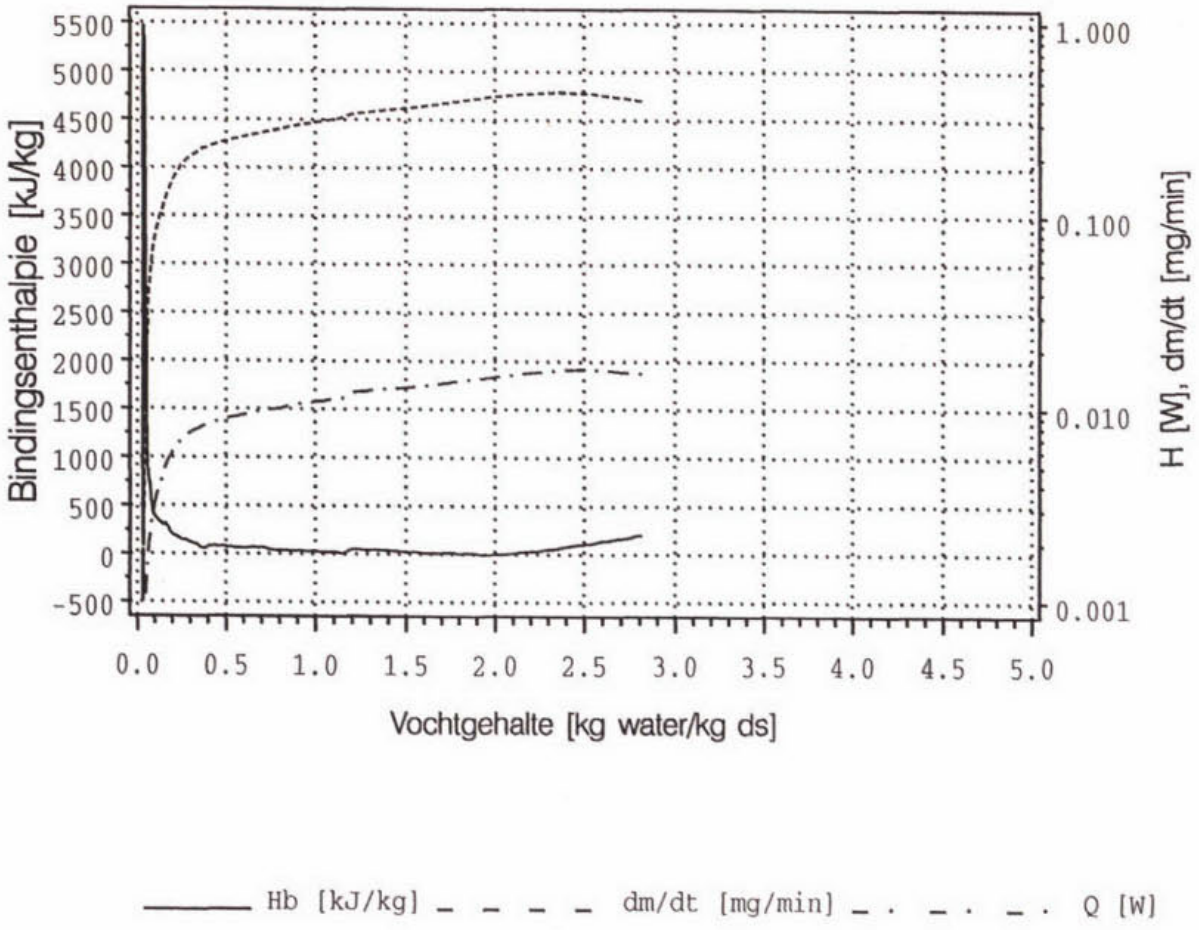
Desorptie-isothermen van Mierlo-slib geflocculeerd met 5 gew. % $FeCl_3$.



Bindingsenthalpie als functie van het vochtgehalte voor Mierlo-slib geflocculeerd met 5 gew. % $FeCl_3$.

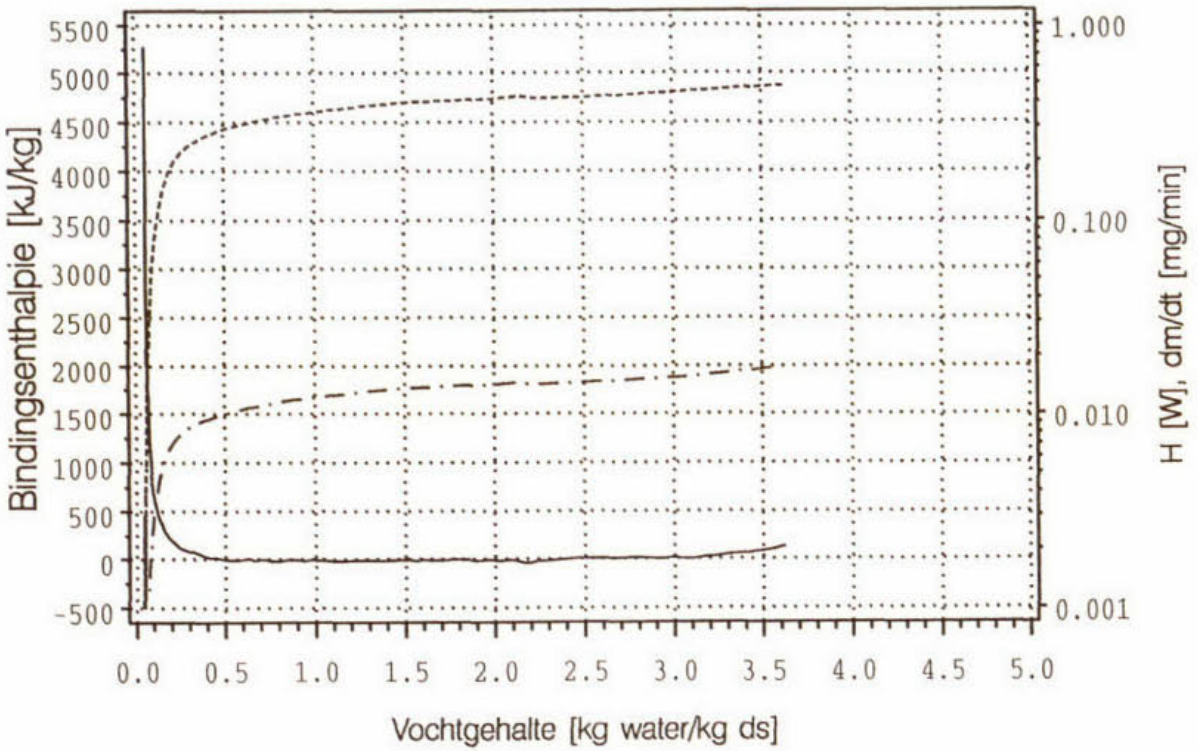
Bindingsenthalpie van water in slib

Slib Mierlo flocculant KF975 0.9 %



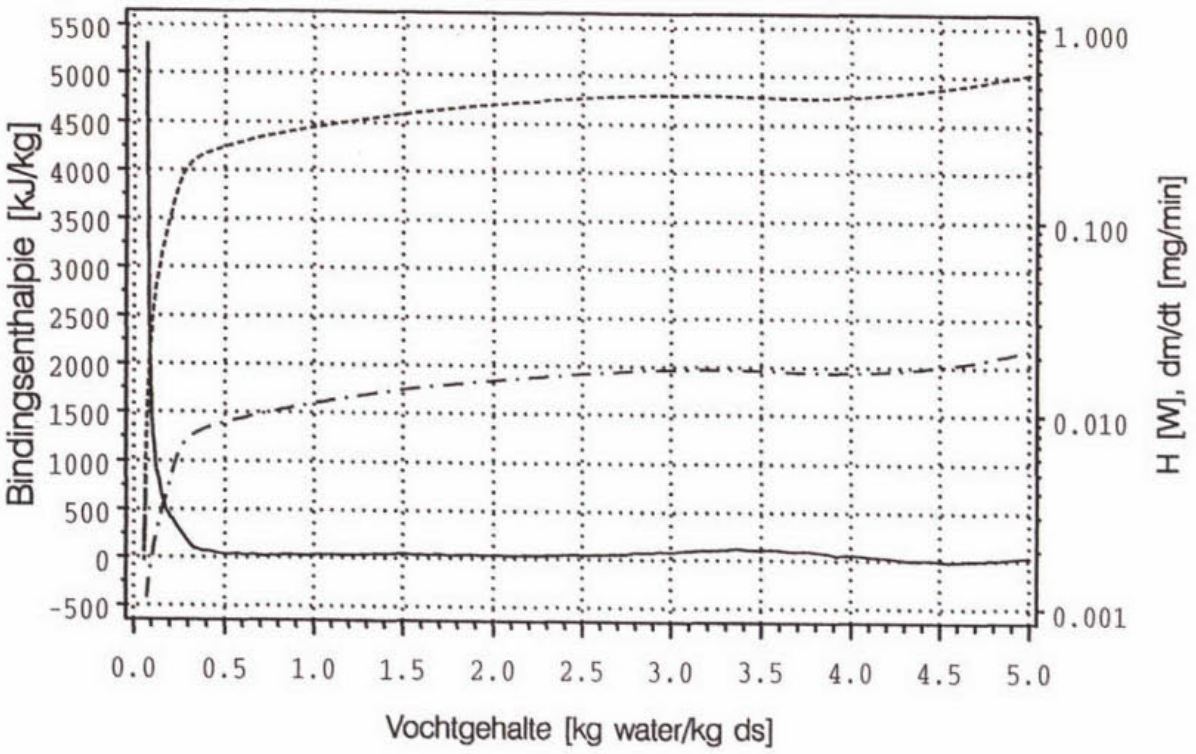
Bindingsenthalpie van water in slib

Slib Mierlo flocculant 9% FeCl3, 20% kalk



Bindingsenthalpie van water in slib

Slib Mierlo flocculant 2.0% Nalco



APPENDIX 4: OVERZICHT RESULTATEN KARAKTERISERING 4 SLIBBEN

In de onderstaande tabellen zijn de waarden van de karakteriseringsparameters gegeven voor de verschillende gekarakteriseerde slibben bij de optimale flocculatiecondities voor ijzerchloride/kalk, het standaard polyelectrolyt Röhm KF975 en het polyelectrolyt dat wordt gebruikt op de betreffende rwzi.

Ongeflocculeerd slib					
kar. methode	eenheid	Mierlo	Veghel	Amsterdam	Lage Zwaluwe
SVI	ml	89	155	63	205
ATP	µg/kg ds	11	-	0,31	-
CST	s	620	115	1030	28
pH	-	6,35	6,5	7,38	6,9
geleidbaarheid	$\Omega^{-1}m^{-1}$	0,168	0,21	0,54	-
drogestofgehalte	gew.%	2,6	3,2	2,4	0,9
gloeirest	gew.%	25	33	35	36

Slibben geflocculeerd met $FeCl_3/Ca(OH)_2$					
	eenheid	Mierlo	Veghel	Amsterdam	Lage Zwaluwe
pH	-	12,32	11,65	11,51	9,95
geleidbaarheid	$\Omega^{-1}m^{-1}$	0,82	0,96	0,82	-
conc. $FeCl_3$	$*10^6$ mol l^{-1}	1,4	0,9	0	0,6
AZT	s	34	33	65	18
MFTds	gew.%	25,3	20	24,8	24,2
MFTid	kg water/kg ds	3,1	4,2	4	3,6
CST	s	17	14,9	23	9,2
spec.filt. weer.	m kg^{-1}	3	2,3	3,4	2,9
mediaan	µm	8,2	12,3	5,5	6,3
thixotropie	Wm^{-3}	450	1830	790	-
einddrogestof-gehalte bij 3 bar	gew.%	40	37	40,5	-

Optimale doseringen

Mierlo-slib : 90 g (kg ds)$^{-1}$ $FeCl_3$/200 g (kg ds)$^{-1}$ $Ca(OH)_2$

Veghel-slib : 100 g (kg ds)$^{-1}$ $FeCl_3$/200 g (kg ds)$^{-1}$ $Ca(OH)_2$

Amsterdam-slib : 100 g (kg ds)$^{-1}$ $FeCl_3$/400 g (kg ds)$^{-1}$ $Ca(OH)_2$

Lage Zwaluwe-slib : 100 g (kg ds)$^{-1}$ $FeCl_3$/150 g (kg ds)$^{-1}$ $Ca(OH)_2$

Slibben geflocculeerd met Röhm KF975					
	eenheid	Mierlo	Veghel	Amsterdam	Lage Zwaluwe
pH	-	6,67	6,40	7,44	7,35
geleidbaarheid	$\Omega^{-1}m^{-1}$	0,141	0,19	0,47	-
AZT	s	4	8	20	6
MFTds	gew.%	27,4	16,9	20,7	20,3
MFTid	kg water/kg ds	2,5	4,2	3,2	3,8
CST	s	6,7	10,6	6,5	6,0
spec.filt. weer.	$m\ kg^{-1}$	0,53	0,22	3,8	0,4
mediaan	µm	94	960	43	67
thixotropie	$W\ m^{-3}$	-	-	-	-

Optimale doseringen

Mierlo-slib : 9 g $(kg\ ds)^{-1}$

Veghel-slib : 10 g $(kg\ ds)^{-1}$

Amsterdam-slib : 10 g $(kg\ ds)^{-1}$

Lage Zwaluwe-slib : 5 g $(kg\ ds)^{-1}$

Slibben geflocculeerd met polyelectrolyten die bij de betreffende RWZI's worden gebruikt.				
	eenheid	Mierlo	Veghel	Amsterdam
pH	-	6,54	6,49	7,51
geleidbaarheid	$\Omega^{-1}m^{-1}$	0,145	0,20	0,46
AZT	s	15	42	3
MFTds	gew.%	22,9	15,1	18,6
MFTid	kg water/kg ds	3,0	5,0	3,8
CST	s	6,5	5,0	7,4
spec.filt. weer.	$m\ kg^{-1}$	0,32	26	0,16
mediaan	µm	670	7,3	-
thixotropie	$W\ m^{-3}$	-	1380	-

Optimale doseringen

Mierlo-slib : 18 g $(kg\ ds)^{-1}$ Nalco 41/62

Veghel-slib :10 g $(kg\ ds)^{-1}$ Superfloc C496

Amsterdam-slib : 10 g $(kg\ ds)^{-1}$ Zetag 63

Lage Zwaluwe-slib : niet van toepassing

PUBLIKATIEREEKS "TOEKOMSTIGE GENERATIE RIOOLWATERZUIVERINGSINRICHTINGEN RWZI 2000" [1]

1 "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

6 "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

13 "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

15 "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

18 "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

23 "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

24 "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

25 "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

29 "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

32 "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