

ONDERZOEK MBR VARSSEVELD

DEELSTUDIE SLIBKWALITEIT VERSUS FILTREERBAARHEID

RAPPORT

2006

06

ISBN 90.5773.353.6



stowa@stowa.nl www.stowa.nl  
TEL 030 232 11 99 FAX 030 232 17 66  
Arthur van Schendelstraat 816  
POSTBUS 8090 3503 RB UTRECHT

Publicaties van de STOWA kunt u bestellen bij:  
Hageman Fulfilment POSTBUS 1110, 3330 CC Zwijndrecht,  
TEL 078 623 05 00 FAX 078 623 05 48 EMAIL info@hageman.nl  
onder vermelding van ISBN of STOWA rapportnummer en een afleveradres.



# DEELSTUDIE SLIBKWALITEIT VERSUS FILTREERBAARHEID

## INHOUD

	SAMENVATTING	197
1	INLEIDING	200
2	OPZET VAN HET ONDERZOEK: SLIBKWALITEIT	202
2.1	Doelstelling	202
2.2	Microscopisch slibonderzoek	202
2.3	Drijfslaagonderzoek	203
3	RESULTATEN	205
3.1	Resultaten microscopisch slibonderzoek	205
3.2	Resultaten drijfslaagonderzoek	210
3.3	Overige resultaten	211

<b>4</b>	<b>EVALUATIE EN CONCLUSIE</b>	<b>212</b>
<b>4.1</b>	Slibonderzoek	212
<b>4.2</b>	Drijfslagonderzoek	213
<b>4.3</b>	Overige bevindingen	214
<b>4.4</b>	Conclusies	215
<b>5</b>	<b>OPZET VAN HET ONDERZOEK: SLIBEIGENSCHAPPEN</b>	<b>216</b>
<b>5.1</b>	Achtergrond	216
<b>5.2</b>	Doel	217
<b>5.3</b>	Globale aanpak	217
<b>6</b>	<b>RESULTATEN</b>	<b>218</b>
<b>6.1</b>	Verloop van de filtreerbaarheid	218
<b>6.2</b>	Effect van de permeaatflux op de filtreerbaarheid	218
<b>6.3</b>	Filtreerbaarheid per monsterpunt	219
<b>6.4</b>	Filtreerbaarheid van fracties	220
<b>6.5</b>	Relatie tussen filtreerbaarheid en permeabiliteit	221
<b>6.6</b>	Relatie tussen filtreerbaarheid en slibkwaliteit	223
<b>6.7</b>	Retentie	230
<b>7</b>	<b>EVALUATIE EN CONCLUSIE</b>	<b>231</b>
<b>7.1</b>	Evaluatie	231
<b>7.2</b>	Conclusies	234
<b>8</b>	<b>AANBEVELINGEN</b>	<b>235</b>
<b>8.1</b>	Onderzoek filtreerbaarheid slib in relatie tot slibeigenschappen en procesomstandigheden	235
<b>8.2</b>	Nieuwe beoordelingsmethodiek MBR slib	235
<b>8.3</b>	Onderzoek oorzaken drijfslagvorming	235
<b>9</b>	<b>REFERENTIES</b>	<b>237</b>
	<b>BIJLAGEN</b>	
1	RESULTATEN SLIBKWALITEIT	239
2	RESULTATEN DRIJFLAAGONDERZOEK	240
3	RESULTATEN SLIJMVORMING OP MEMBRANEN	243
4	MATERIAAL EN METHODE ONDERZOEK SLIBEIGENSCHAPPEN	244

# SAMENVATTING

Er is nog weinig bekend over de invloed van slibkwaliteit en slibeigenschappen op de filtratie-eigenschappen van membranen in MBR-installaties. Bij de opstart en bedrijfsvoering van nieuwbouw MBR-installaties is het functioneren van de membranen een belangrijk onderdeel. Kort na de opstart daalt de permeabiliteit van de membranen. Daarna worden korte termijn variaties in de permeabiliteit van de membranen waargenomen zonder direct aanwijsbare oorzaak. Er is weinig bekend over de factoren die de filtreerbaarheid van het slib en daarmee prestaties van de membranen beïnvloeden.

Hoofddoel van deze deelstudie was het verband te onderzoeken tussen eigenschappen van slib en de filtreerbaarheid. Hiermee kan inzicht worden gekregen in de complexe interactie tussen slibkwaliteit en filtreerbaarheid. Nieuwe kennis kan mogelijk aanwijzingen geven voor een verbeterde procesvoering van het biologische zuiveringsproces, met als doel membraanvervuiling te reduceren. Voor de uitvoering van dit onderzoek zijn slib- en afvalwatermonsters genomen uit de praktijkinstallatie MBR Varsseveld. Van deze monsters, en van fracties van deze monsters, werden de filtreerbaarheid en verschillende fysische en chemische parameters bepaald en vervolgens met elkaar vergeleken.

Daarnaast is er specifiek gekeken naar veranderingen in de slibkwaliteit. Doel hiervan was een beeld te krijgen van de veranderingen van het microscopisch beeld tijdens de opstart van een MBR-installatie, maar ook inzicht te krijgen in korte en lange termijn veranderingen van de slibkwaliteit in relatie tot de procesvoering.

Verder is er oriënterend onderzoek gedaan naar drijfslagvorming

## MICROSCOPISCH BEELD

Gedurende de periode januari tot december 2005 werden frequent slibmonsters genomen uit de MBR Varsseveld. Het microscopisch slibonderzoek werd uitgevoerd aan de hand van de standaard methodiek volgens Eikelboom (Eikelboom, 1999). Waarnemingen met betrekking tot onder andere vlok morfologie, aanwezige protozoën en de hoeveelheid draadvormende micro-organismen werden hierbij geïntegreerd tot een kwaliteitsoordeel ('goed', 'matig' of 'slecht').

De MBR Varsseveld is opgestart met slib van de bestaande rwzi Varsseveld, een hoogbelaste conventionele actiefslibinstallatie. Gelet op de verschillen tussen de procesvoering van de MBR en die van een conventionele installatie waren de gevolgen van de omschakeling voor het microscopisch beeld opvallend klein. De grootste zichtbare verandering is de verandering van de vlokstructuur: de slibvlokken werden aan het eind van de onderzoeksperiode kleiner en minder compact. Dit kan het gevolg zijn van een hoge turbulentie en de afwezigheid van een bezinkingsstap.

Een tweede opvallende verandering is de toename van het aantal bio-P-kolonies. Bij de opstart was een beperkte hoeveelheid van deze kolonies aanwezig (score 1); binnen een paar weken nam dit aantal toe tot een score van 2-3. Deze populatie bleef de rest van het jaar aanwezig. De MBR Varsseveld bevat echter geen anaërobe zones, die noodzakelijk zijn voor biologische fosfaatverwijdering. Door over het algemeen zeer lage nitraat concentraties (1-2 mg/l) in het beluchtingscircuit is het goed mogelijk dat in de voordennitrificatieruimte anaërobe zones ontstaan. Met P-afgifte testen is in de praktijkinstallatie bio-P activiteit aangetoond. Dit kwam overeen met het microscopisch beeld.

### DRIJFLAAGVORMING

Drijfslagvorming wordt vaak mede veroorzaakt door de aanwezigheid van specifieke draadvormende bacteriën, met name *M.parvicella* en/of Actinomyceten. Beide soorten zijn aangetroffen in het slib van Varsseveld, maar niet in grote hoeveelheden. De totale Filament-Index was kleiner dan 2, hetgeen in conventionele RWZI's niet vaak aanleiding geeft tot drijfslagvorming.

Gedurende het jaar 2005 heeft zich op de beluchtingruimte van de MBR Varsseveld in maart, augustus en oktober een drijfslag gevormd. De drijfslagvorming in maart kan waarschijnlijk, gezien de lozing van industrieel polymeer, grotendeels worden toegeschreven aan de aanvoer van hydrofobe componenten met het influent; daarnaast speelde de aanwezigheid van draadvormende micro-organismen, met name *Microthrix parvicella*, waarschijnlijk ook een rol. In augustus en oktober was de aanvoer van hydrofobe verbindingen echter sterk verminderd en waren bovendien niet veel draadvormende micro-organismen in het slib aanwezig. De drijfslagvorming in deze maanden werd dan ook niet verwacht. De waarnemingen hebben geleid tot de veronderstelling dat de eigenschappen van het actiefslib en/of de configuratie van de MBR (hoge beluchtingsintensiteit) een rol hebben gespeeld bij de drijfslagvorming in augustus en oktober. De eerste veronderstelling is getoetst aan de hand van flotatie-experimenten.

De algemene conclusie is dat drijfslagvorming maar ten dele kon worden toegeschreven aan de aanwezigheid van draadvormende micro-organismen. Flotatie van slib in de MBR Varsseveld wordt waarschijnlijk veroorzaakt door de eigenschappen van het slib (veel vlokjes < 50 µm en open vlokstructuur) en mogelijk ook het hoge drogestofgehalte. De samenstelling van het influent lijkt van ondergeschikte belang, maar wordt gezien het moment waarop de proeven zijn uitgevoerd, niet uitgesloten.

### SLIBEIGENSCHAPPEN EN FILTREERBAARHEID

Gedurende de periode januari tot oktober 2005 werden regelmatig slib- en afvalwatermonsters genomen uit de MBR Varsseveld. Van deze monsters, en van fracties van deze monsters, werden de filtreerbaarheid en verschillende fysische en chemische parameters bepaald en deze resultaten werden met elkaar vergeleken.

De slibmonsters vertoonden een grote variatie voor alle gemeten parameters. Echter, er kon een duidelijk onderscheid gemaakt worden tussen het slib uit de periode januari-april en het slib in juni en oktober. Dit had zeer waarschijnlijk te maken met het stopzetten van lozing van industrieel polymeer op 9 mei 2005. Vanaf dat moment nam de permeabiliteit van de membranen sterk toe. Filtratietesten lieten duidelijk zien dat de filtreerbaarheid van het slib in de periode na het stoppen van de lozing van het industriële polymeer veel beter was dan voor die tijd. Overigens was de filtreerbaarheid van het influent niet significant beter na afkoppeling van het polymeer. Het lijkt er dan ook op dat het polymeer eerder een indirect dan een direct effect op de filtreerbaarheid had. Een andere verklaring kan zijn dat door accumulatie de concentraties polymeer in het slib-water mengsel veel hoger waren dan in het influent. Het polymeer is slecht biologisch afbreekbaar en wordt geheel door de membranen tegengehouden.

Voor een aantal slibeigenschappen werd een sterke correlatie met de filtreerbaarheid gevonden. Desterkste correlaties met de filtreerbaarheid werden gevonden voor: "colloïdale" polysaccharides, de hydrofobiciteit in de slibvlokken en het organische stofgehalte van het slib.

In dit onderzoek is er een sterk negatieve correlatie gevonden tussen de colloïdale fractie en de filtreerbaarheid van het slib. Met name de “colloïdale” fractie (groter dan 0,45 µm) leverde de belangrijkste bijdrage aan de filtratieweerstand. Een vergelijking tussen de filtreerbaarheid van het supernatant en de filtreerbaarheid van het afvalwater suggereerde bovendien dat deze membraan vervuilende colloïdale fractie niet uit het afvalwater afkomstig was maar door het slib werd geproduceerd. Verder bleek dat vooral hogere concentraties “colloïdale” polysaccharides gepaard gingen met een slechtere filtreerbaarheid van het slib.

De hydrofobiciteit toonde een sterk positief verband met de filtreerbaarheid. Een hogere hydrofobiciteit komt overeen met een sterkere binding en maakt de vlokken minder gevoelig voor defragmentatie. In de periode na het afkoppelen van het industriële polymeer was de hydrofobiciteit van het slib erg hoog en dit ging gepaard met een goede filtreerbaarheid van het slib. Uit metingen van de deeltjesgrootte en uit visuele inspectie bleek bovendien dat deze slibvlokken relatief compact waren ten opzichte van de slibvlokken in de periode dat nog wel polymeer werd geloosd. De deeltjesgrootte lijkt dus van ondergeschikt belang bij de filtreerbaarheid.

Een derde correlatie (sterk negatief) werd gevonden tussen het gehalte organische stof en de filtreerbaarheid van het slib. Naar alle waarschijnlijkheid werd het lagere gehalte organische stof van het slib veroorzaakt door een “verduunning” met fosfaatneerslagen die optraden door de ijzerchloride-dosering vanaf eind mei. Vanaf het moment dat gestart werd met dosering van ijzerzouten (ten behoeve van fosfaatverwijdering) steeg de filtreerbaarheid en daalde het organisch stof gehalte.

#### AANBEVELINGEN

Dit onderzoek heeft laten zien dat de slibeigenschappen en -kwaliteit van cruciaal belang zijn voor de filtreerbaarheid van het slib. Het verdient dan ook aanbeveling om toekomstig onderzoek om membraanvervuiling in MBR-systemen te richten op methoden waarmee de concentratie colloïdale bestanddelen zo laag mogelijk wordt gehouden. Bekende procesvariabelen die een rol spelen bij flocculatie-deflocculatie gedrag van slib, en daarmee op de concentratie colloïdale bestanddelen zijn: mengintensiteit, de zuurstofconcentratie en de afwisselende blootstelling aan aërobe, denitrificerende en anaërobe condities en mogelijk de aanwezigheid van metaalionen. Deze factoren zouden het uitgangspunt moeten vormen voor verder onderzoek.

De beoordelingsmethodiek van Eikelboom is beperkt bruikbaar gebleken, met name in relatie tot de filtreerbaarheid van slib. Voor slib uit MBR installaties is het wenselijk een nieuwe beoordelingsmethodiek te ontwikkelen met aangepaste criteria. De keuze van de criteria en de wijze waarop deze gewogen zullen moeten worden hangt nauw samen met toekomstig onderzoek zoals gesuggereerd in de voorgaande aanbeveling.

Gedurende de onderzoeksperiode werd driemaal een forse drijfslag gevormd. Hoewel er indicatieve aanwijzingen zijn welke factoren een rol spelen bij drijfslagvorming is de exacte oorzaak hiervan niet opgehelderd. Meer inzicht in potentiële factoren zoals de eigenschappen van het slib (o.a. slibstructuur en hydrofobiciteit) en afvalwatersamenstelling (aanvoer van hydrofobe componenten) is wenselijk. Het verdient daarom aanbeveling om de uitgevoerde flotatietests periodiek te herhalen voor de situatie Varsseveld maar ook voor andere MBR installaties. Om de relatie met afvalwater na te gaan zouden de testen uitgevoerd moeten worden op het moment dat een drijfslag aanwezig is.

# 1

## INLEIDING

Waterschap Rijn en IJssel heeft in 2002 besloten tot de bouw van een membraanbioreactor in Varsseveld. De oude RWZI had een te lage zuiveringscapaciteit en leverde bovendien een effluentkwaliteit die onvoldoende was voor lozing op de ecologisch kwetsbare Boven-Slinge. De nieuwe configuratie is in december 2004 volledig in gebruik genomen.

Het opstarten van een MBR brengt een aantal onzekerheden en risico's met zich mee. In verband hiermee is een onderzoeksprogramma opgesteld waarbinnen deze werden gedefinieerd en onderzocht. De volgende risico's werden gedefinieerd:

- technische problemen in de bedrijfsvoering van de MBR;
- dientengevolge extra kosten voor de bedrijfsvoering;
- staken van de bedrijfsvoering als uiterste consequentie.

Een belangrijk risico en onzekerheid bij de opstart en bedrijfsvoering van nieuwbouw MBR installaties is het functioneren van de membranen. Het is bijvoorbeeld bekend dat kort na de in bedrijf name de permeabiliteit van de membranen daalt. Ook worden wekelijks variaties in de permeabiliteit van de membranen waargenomen zonder direct aanwijsbare oorzaak. Om de prestaties op een constant niveau te houden dienen membranen geregeld gereinigd te worden.

Er is weinig bekend over welke factoren de filtreerbaarheid van het slib en daarmee prestaties van de membranen beïnvloeden. Deze deelstudie richt zich op de karakteristieken van MBR slib en in het bijzonder hoe deze samenhangen met de filtratie-eigenschappen van membranen. Specifiek is er gekeken naar veranderingen in de slibkwaliteit, direct naar de opstart en vervolgens gedurende de gehele onderzoeksperiode van één jaar. Daarnaast is ook gekeken naar het fenomeen drijfslagvorming.

Dit deelstudierapport presenteert de onderzoeksresultaten naar de slibeigenschappen en slibkwaliteit bij de opstart en bedrijfsvoering van de MBR Varsseveld. Om de onderzoeksresultaten overzichtelijk te presenteren is in deze deelstudie een tweedeling gemaakt. In het eerste deel worden de resultaten gepresenteerd van het microscopisch onderzoek naar de slibkwaliteit en drijfslagvorming in de installatie, uitgevoerd door respectievelijk TNO en BRCC. Het tweede deel behandelt het onderzoek van Wetsus en de TU Delft. Zij hebben onderzoek uitgevoerd naar de fysische en chemische eigenschappen van het slib in relatie tot de filtreerbaarheid.



AFBEELDING 1 OVERZICHT VAN DE DEELSTUDIES EN DE OPZET VAN DE RAPPORTAGES

Rapport 1 - Hoofdrapport	Presentatie en evaluatie van alle onderzoeksactiviteiten
	Deelstudie Bedrijfsvoering en effluentkwaliteit
Rapport 2 - Deelstudierapport	Deelstudie Voorbehandeling
	Deelstudie Verwijdering bijzondere stoffen
	Deelstudie OC en Hydraulica
	<b>Deelstudie Slibkwaliteit versus filtreerbaarheid</b>
	Deelstudie SIMBA-modellering
	Deelstudie Membranen
	Deelstudie Simulatie-Unit

# 2

## OPZET VAN HET ONDERZOEK: SLIBKWALITEIT

### 2.1 DOELSTELLING

Informatie over de slibkwaliteit in MBR-installaties die stedelijk afvalwater behandelen is niet of nauwelijks voorhanden.

Eén van de onderdelen binnen het project was de beoordeling van de slibkwaliteit. Het doel hiervan was:

- een beeld te krijgen van de veranderingen van het microscopisch beeld tijdens de opstart van een MBR-installatie, in het bijzonder de overgang van conventioneel actiefslib naar MBR-slib;
- een beeld te krijgen van korte termijn en lange termijn veranderingen van de slibkwaliteit in relatie tot de procesvoering;
- ondersteunende informatie te geven aan de overige deelonderzoeken, in het bijzonder in relatie tot veranderingen in de filtreerbaarheid van het slib.

Een ander onderdeel betrof het drijfslaagonderzoek. Uit ervaringen met de opstart van andere MBR-installaties is gebleken dat tijdens de opstart sterke drijfslaagvorming kan optreden. Ook in Varsseveld werd hiermee rekening gehouden. Indien gedurende de opstart van de MBR drijfslaagvorming optrad, dan werd deze microscopisch onderzocht.

Daarnaast zijn met de uitvoering van een aantal gerichte laboratoriumexperimenten hypothesen voor drijfslaagvorming getoetst. Het doel van de experimenten was vast te stellen of het slib uit de RWZI Varsseveld gevoelig is voor flotatie, en of het influent hieraan bijdraagt. De resultaten geven inzicht in:

- de flotatiegevoeligheid van het slib ten gevolge van het influent;
- de flotatiegevoeligheid van het slib, zonder dat het influent hierbij een rol speelt;
- de mate waarin flotatiebevorderende stoffen afkomstig van het influent in de MBR worden afgebroken;
- de invloed van het drogestofgehalte op de drijfslaagvorming.

### 2.2 MICROSCOPISCH SLIBONDERZOEK

Het microscopisch slibonderzoek werd uitgevoerd aan de hand van de standaard methodiek volgens Eikelboom (Eikelboom, 1999). Waarnemingen met betrekking tot onder andere vlok morfologie, aanwezige protozoën en de hoeveelheid draadvormende micro-organismen werden hierbij geïntegreerd tot een kwaliteitsoordeel ('goed', 'matig' of 'slecht'; zie tabel 1).

TABEL 1

CRITERIA VOOR HET VASTSTELLEN VAN DE SLIBKWALITEIT

	Goed	Matig	Slecht
Filament index (FI)	< 3	3 - 4	4 - 5
Losse cellen	0 - 1	2 - 3	≥ 3
Spirillen	0	1	≥ 2
Ciliaten/schaalamoeben	≥ 1	< 1	0
Flagellaten/amoeben	0	1 - 2	≥ 3
% vlokken > 25 µm	> 80 à 90	> 50 à 70	< 50
Vlokstructuur	Compact	Open	Open
'Stevigheid' vlok	Stevig	Los	Los
Vorm vlok	Afgerond	Onregelmatig	Onregelmatig

De beoordelingsmethodiek is ontwikkeld voor het beoordelen van de slibkwaliteit in conventionele RWZI's. Het is goed mogelijk dat bij de beoordeling van MBR-slib de diverse criteria op een andere manier gewogen zullen moeten worden, of zelfs dat andere criteria in de beoordeling moeten worden meegenomen. Dit zal uit een breder onderzoek, waarbij slibben uit meerdere MBR's meerdere malen worden beoordeeld, moeten blijken. Tot die tijd zal de bestaande methodiek worden gehanteerd.

Het microscopisch slibonderzoek werd in de periode januari - april 2005 wekelijks uitgevoerd; in de periode mei - december 2005 werd maandelijks een analyse uitgevoerd. De monsters voor het microscopisch slibonderzoek werden genomen door Waterschap Rijn en IJssel en per post verzonden. De monsters werden meteen na binnenkomst opgeslagen bij 4°C en binnen twee dagen geanalyseerd.

### 2.3 DRIJFLAAGONDERZOEK

Het drijfslaagonderzoek bestond uit twee onderdelen. *In-situ* onderzoek en laboratoriumonderzoek. Ten aanzien van het in-situ drijfslaagonderzoek werden ten tijde van drijfslaagvorming monsters genomen en nader geanalyseerd. Drijfslaagmonsters werden dezelfde dag geanalyseerd. Gedurende het onderzoeksprogramma is tweemaal drijfslaagvorming opgetreden. Er zijn monsters genomen op 22 februari en 21 oktober 2005.

De monsters werden onderworpen aan de volgende onderzoeken:

- *visueel/organoleptisch beeld*. Hierbij werd gelet op eigenschappen als kleur, structuur en drogestofgehalte van de drijfslaag;
- *microscopisch beeld*. Deze analyse werd uitgevoerd met behulp van een methode welke sterk lijkt op de standaard methode (Eikelboom). In het algemeen werden dezelfde aspecten beoordeeld, maar de kwantificering week op sommige onderdelen af;
- *oordeel*. Hierbij werden de diverse waarnemingen geïntegreerd, en werd een uitspraak gedaan over de vermoedelijke oorzaak van de drijfslaag.

Met de uitvoering van flotatie-experimenten in het laboratorium werden een aantal hypothesen voor drijfslaagvorming getoetst. Verondersteld werd dat de eigenschappen van het actiefslib en/of de configuratie van de RWZI een rol kan spelen bij het fenomeen drijfslaagvorming.

Voor de uitvoering van de experimenten is gebruik gemaakt van:

- influent, slib en effluent van de MBR Varsseveld (monstername 18 april 2006);
- influent, slib en effluent van de RWZI Lichtenvoorde (monstername 18 april 2006);
- een cilinder (werkvolume 2 liter), voorzien van beluchtingselementen in de bodem en met regelbare luchttoevoer;
- materiaal voor het bepalen van het drogestofgehalte.

Het slib van de RWZI Lichtenvoorde werd gebruikt als referentie-slib. Op basis van het microscopisch beeld werd verwacht dat dit slib geen aanleiding zou geven tot flotatie (weinig draadvormende micro-organismen en redelijk compacte vlokken).

Slib werd gemengd met effluent en/of afvalwater in de gewenste verhouding (zie tabel 3) en in een beluchte cilinder gebracht. Het mengsel werd 15 minuten belucht, waarna de beluchting werd gestopt. Na bezinking van het gesuspendeerde slib werd de ontstane drijfslag verwijderd. Tijdens de beluchting vormde zich boven de vloeistof vaak een laagje slib tegen de rand van de cilinder; dit werd ook verwijderd. Vervolgens werd de beluchting weer gestart. Deze procedure werd herhaald totdat vrijwel geen slib meer floteerde. Door uiteindelijk het drogestofgehalte van het resterende slib in de cilinder te vergelijken met dat van het uitgangsmateriaal kon worden berekend welk gedeelte van het slib door flotatie werd afgescheiden. Dit percentage wordt de Scum Index genoemd (hoe hoger de Scum Index, des te meer slib floteert).

# 3

## RESULTATEN

### 3.1 RESULTATEN MICROSCOPISCH SLIBONDERZOEK

De resultaten van het microscopisch slibonderzoek staan vermeld in tabel 2. Voor enkele foto's van het slib wordt verwezen naar bijlage 1.

De belangrijkste trends kunnen als volgt worden samengevat:

De slibvlokken in het eerste monster (4 januari 2005) werden ingedeeld in vloktype 1-2. Dit betekent dat de vlokken kenmerken vertoonden van zowel vloktype 1 als vloktype 2:

- vloktype 1 is karakteristiek voor laagbelaste installaties met oppervlaktebeluchters (systemen met veel turbulentie): open, middelgrote vlokken (25-250  $\mu\text{m}$ ) die door de groei van draadvormende bacteriën een onregelmatige vorm kunnen hebben;
- vloktype 2 is karakteristiek voor installaties met bellenbeluchting (minder turbulentie): deze vlokken zijn over het algemeen groter en compacter (25-1000  $\mu\text{m}$ , vaak > 500  $\mu\text{m}$ ).

Tijdens vrijwel de gehele verdere monsterperiode werden de vlokken als type 1 gekarakteriseerd. Uitzondering hierop is de maand april 2005, toen de vlokken weer wat compacter leken te worden. Aan het eind van de monsterperiode (november 2005) nam de gemiddelde vlogrootte af (50 - 100  $\mu\text{m}$ ), hetgeen wordt aangeduid met het vloktype 5.

De filament-index (FI) varieerde van 1 tot 3. Bij een FI van 3 of hoger kunnen in een conventionele installatie problemen als licht slib of drijfslagvorming optreden. De populatie draadvormende micro-organismen is dus niet zorgwekkend groot. Vanaf juni daalde het aantal draadvormers tot FI-waarden van 2 of lager.

In augustus 2005 trad vrij plotseling een sterke drijfslagvorming op. In de drijfslag bleken relatief veel Actinomyceten voor te komen; deze bacteriën zijn sterk drijfslagbevorderend. Net als *M.parvicella* zijn ze Gram-positief en niet in het bezit van een schede. Actinomyceten zijn met name betrokken bij drijfslagvorming in landen waar de gemiddelde watertemperatuur hoger is dan in Nederland (bijvoorbeeld in Zuid-Europa). Het zou kunnen zijn dat de groei van Actinomyceten in augustus in verband staat met de gemiddeld hogere temperatuur in de MBR, maar zeker is dit niet. Tegelijk met de drijfslagvorming werd ook een sterk verhoogde CZV-concentratie in het influent gemeten. Een paar dagen nadat de CZV-concentratie weer op het normale niveau was teruggekeerd verdween de drijfslag. Dit wijst erop dat de drijfslag mede werd veroorzaakt door de tijdelijke aanvoer van een (onbekende) hydrofobe component met het influent.

Ook in oktober 2005 trad drijfslagvorming op. In het slib en in de drijfslag werden weliswaar draadvormers aangetroffen (Actinomyceten en *M.parvicella*), maar niet in dusdanige aantallen dat de drijfslagvorming volledig hieraan toegeschreven kan worden.

Vanaf augustus 2005 werd een grotere populatie Type 0092 waargenomen. De populatiegrootte van deze bacterie vertoont in conventionele communale installaties een seizoensritme, met het maximum in zomer en herfst. De populatie in Varsseveld is niet dusdanig groot dat operationele problemen moeten worden verwacht.

Naast de genoemde soorten waren in elk monster ook andere draadvormende bacteriën aanwezig; dit waren voornamelijk soorten die, net als *M.parvicella* en Type 0041, karakteristiek zijn voor laagbelaste systemen ('low F/M-soorten').

Het aantal ciliaten nam gedurende de eerste 2 maanden af, van 1,5 aan het begin van januari 2005 tot tot 0,5 aan het eind van februari 2005. Mogelijk houdt dit verband met een tekort aan zuurstof (zie onder). Ciliaten dragen in een conventionele installatie bij aan een helder effluent doordat ze losse cellen uit het water filteren. Een afname van het aantal ciliaten wordt in een conventionele installatie dan ook als negatief beoordeeld. Vanaf maart 2005 werden weer meer ciliaten in het slib waargenomen, met name de kruipende *Aspidisca* en de zwemmende *Trachelophyllum*. In de periode april - december 2005 lag de score voor ciliaten tussen 1 en 2; er was dus een redelijke populatie ciliaten aanwezig.

Het aantal flagellaten en amoeben was tot half april 2005 laag (score 0,5 - 1). De aanwezigheid van deze organismen duidt op een te hoge slibbelasting en/of zuurstoftekort, en een kleine populatie van deze organismen wordt dus als positief beoordeeld. In de tweede helft van april werd een grotere populatie flagellaten waargenomen, met name *Trepomonas*. Deze flagellaten werden ook in mei waargenomen; in juni - december 2005 was de populatie flagellaten over het algemeen laag.

Het aantal losse cellen was in eerste instantie laag (score 0,5), maar vanaf 7 februari 2005 werd een grotere populatie waargenomen (score 1 - 1,5). Hier is een aantal verklaringen voor denkbaar:

1. zuurstoftekort. In de week voorafgaand aan 7 februari 2005 ontstonden problemen met de beluchting en dit kan een toename van het aantal losse cellen veroorzaken. Op 7 februari 2005 werd ook een groter aantal spirillen waargenomen, eveneens een indicatie van een tekort aan zuurstof;
2. minder ciliaten. Ciliaten voeden zich onder andere met losse cellen en een afnemende populatie ciliaten kan dus leiden tot een hogere concentratie losse cellen omdat deze niet meer worden geconsumeerd;
3. de aanwezigheid van een membraan. Losse cellen worden hierdoor niet via uitspoeling afgevoerd en kunnen zich dus handhaven in het systeem (zolang hun verdubbelingstijd minimaal gelijk is aan de slibleeftijd);
4. turbulentie. In systemen met veel turbulentie kunnen losse cellen van de slibvlokken worden afgeslagen.

In juni - december werden echter weer minder losse cellen waargenomen. De factoren 3 en 4 zijn blijvende invloeden die niet kunnen verklaren dat het aantal losse cellen eerst toeneemt en daarna weer afneemt. De meest aannemelijke verklaring voor daling van het aantal losse cellen lijkt de bijdrage van ijzerchloride dosering die eind mei is gestart ten behoeve van fosfaatverwijdering.

Als laatste trend wordt nog de sterke toename van het aantal poly-P-bacteriën genoemd. In het uitgangsslib was een beperkte hoeveelheid van deze organismen aanwezig, maar vanaf 17 januari 2005 was de populatie poly-P-bacteriën groot tot zeer groot (score 2-3).

Er zijn geen wormen in het slib aangetroffen. Dit wil overigens niet zeggen dat er in Varsseveld geen wormen aanwezig waren. Het al dan niet waarnemen van wormen hangt veelal ook af van de wijze van monsternamen en monsterpreparatie.

Al deze waarnemingen leidden ertoe dat de slibkwaliteit in de periode 7 - 21 maart 2005 beoordeeld werd als matig (zie tabel 1). Dit hield verband met de hogere filament-index en de vlokstructuur (open, onregelmatige vlokken). De rest van de onderzoeksperiode was de slibkwaliteit goed.

TABEL 2 OVERZICHT RESULTATEN MICROSCOPISCH SLIBONDERZOEK MBR VARSSEVELD (IN 2005)

	04/01	10/01	17/01	24/01	31/01	07/02	14/02	21/02	28/02	07/03	13/03	21/03	29/03	04/04	12/04	19/04	26/04
<b>Draadvormers <sup>(a)</sup></b>																	
- FI totaal	2,5	3	2,5	3	2,5	2,5	2	2,5	2	3	3	3	2	2	2	2	2,5
- FI Type 0041	1,5	2,5	1,5	2	1,5	1,5	1,5	1,5	1	2	1,5	2,5	2	2	2	2	2,5
- FI <i>M. parvicella</i>				0,5	1	1	1	1,5	1	2	2	1					
- FI Type 1851					0,5												
- FI <i>M. limicola</i>					0,5	0,5											
- Type 0092																	
- FI overig <sup>(2)</sup>	1,5	1	1,5	1	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	1	1	0,5	0,5
<b>Protozoën <sup>(b)</sup></b>																	
- ciliaten	1,5	1,5	<sup>(1)</sup>	1	2	1	0,5	0,5	0,5	1	2	3	3	2	2	1	1,5
- flagellaten		0,5	<sup>(1)</sup>	1	0,5	0,5	0,5	0,5	1	1	1	1	1	1	1	2	2
- amoeben	0,5		<sup>(1)</sup>	0,5	0,5	1	0,5	1	0,5	0,5	0,5	0,5			0,5	1	1
- schaalamoeben	1	1	1	1	1	0,5	0,5	1	0,5	0,5	1	0,5	1	2	2	2	2
<b>Metazoën <sup>(b)</sup></b>																	
- rotiferen	0,5	0,5	<sup>(1)</sup>	0,5	1	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
- nematoden		0,5	<sup>(1)</sup>														
- wormen			<sup>(1)</sup>														
<b>Diverse kenmerken</b>																	
- vloktype <sup>(d)</sup>	1 - 2	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1 - 2	1 - 2	1 - 2	1 - 2	1 - 2
- losse cellen <sup>(c)</sup>	0,5	0,5	<sup>(1)</sup>		0,5	1,5	1,5	1,5	1	1	1	1	1	1,5	1	1	1
- zoogloeas <sup>(b)</sup>	0,5	0,5		0,5	0,5	1	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
- Poly-P <sup>(b)</sup>	1	1,5	2	3	3	2,5	2	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3
- monokolonies <sup>(b)</sup>						0,5	0,5	0,5		0,5	1	1	1	1	0,5	0,5	0,5
- spirillen <sup>(b)</sup>						1	0,5	0,5		0,5	0,5						
- spirochetes <sup>(b)</sup>	1	1	<sup>(1)</sup>	1,5	2	2	1,5	2,5	2	3	3	3	3	2	2	1	3
- vezels <sup>(b)</sup>	1	1,5	<sup>(1)</sup>	1	1	1	1	1	1	1,5	1	1	1	1	1	1	1,5
<b>Kwaliteit</b>	Goed	Goed	Goed	Goed	Goed	Goed	Goed	Goed	Goed	Matig	Matig	Matig	Goed	Goed	Goed	Goed	Goed



TABEL 2 (VERVOLG) OVERZICHT RESULTATEN MICROSCOPISCH SLIBONDERZOEK MBR VARSSEVELD (IN 2005)

	02/05	06/06	04/07	02/08	07/09	11/10	07/11	08/12
Draadvormers <sup>(a)</sup>								
- FI totaal	2,5	1,5	1	1,5	2	1,5	2	1,5
- FI Type 0041	2	1,5			1		0,5	
- FI <i>M.parvicella</i>								0,5
- FI 'Type 0581'							1,5	1
- FI Actinomyceten							0,5	0,5
- Type 0092	0,5	1	1	1	1	1	1	0,5
- FI overig <sup>(2)</sup>			1	1	0,5	1	0,5	0,5
Protozoën <sup>(b)</sup>								
- ciliaten	1	2	1,5	1	1	1	1,5	2
- flagellaten	2	0,5	0,5	0,5	0,5	2	0,5	1
- amoeben	1	0,5		0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
- schaalamoeben	2	1	1	1	1	0,5	2	1
Metazoën <sup>(b)</sup>								
- rotiferen	0,5	1	1	1	0,5	1	1	0,5
- nematoden								
- wormen								
Diverse kenmerken								
- vloktype <sup>(d)</sup>	1 - 2	1	1	1	1	1	1 / 5	1 / 5
- losse cellen <sup>(c)</sup>	1	0,5	0,5		0,5	0,5	1	1
- zoogloeas <sup>(b)</sup>	0,5	0,5					0,5	0,5
- Poly-P <sup>(b)</sup>	3	3	3	2	2	2	2	2
- monokolonies <sup>(b)</sup>		1	1	1	1	1	1	1
- spirillen <sup>(b)</sup>								
- spirochetes <sup>(b)</sup>	2	1	0,5		1	1	1	1
- vezels <sup>(b)</sup>	1,5	2	1	1	0,5	1	1	2
Kwaliteit	Goed	Goed	Goed	Goed	Goed	Goed	Goed	Goed

Legenda bij de tabel:

(a) FI = Filament-index; schaal 0 - 5 = geen - zeer veel draadvormende bacteriën. De schaal is enigszins logaritmisch.

(b) Schaal 0 - 3 = geen - tientallen cellen/kolonies per preparaat.

(c) Schaal 0 - 3 = geen - honderden cellen per beeldveld.

(d) Vloktype 1: karakteristiek voor installaties met oppervlaktebeluchters (middelgrote, open vlokken). Vloktype 2: karakteristiek voor installaties met belvenbeluchting (middelgrote tot grote, compacte vlokken).

(1) De tijd tussen verzenden en analyse was te groot om deze kenmerken betrouwbaar te kunnen beoordelen.

(2) De groep 'FI overig' wisselt per monster van samenstelling en kan diverse soorten draadvormende bacteriën bevatten (*N.limicola I*, *N.limicola III*, *M.parvicella*, Type 1851, *Thiothrix*/Type 021N, Type 0803/0914 en *H.hydroxilis*).

## 3.2 RESULTATEN DRIJFLAAGONDERZOEK

### 3.2.1 IN-SITU ONDERZOEK

De resultaten van het *in-situ* drijfslaagonderzoek kunnen als volgt worden samengevat:

#### DRIJFLAAG 22 FEBRUARI 2005

Op deze datum zijn 2 drijfslaagmonsters geanalyseerd: van de denitrificatieruimte (DN1) en van de beluchtingsruimte (AT1). Beide monsters waren donkerbruin en vetzig van structuur. Doordat de drijfslaag op de denitrificatieruimte ouder was, bevatte deze een hoger percentage droge stof dan de drijfslaag op de beluchtingsruimte (respectievelijk 7,9 en 5,3%). De drijfslagen bestonden voornamelijk uit slibvlokken en draadvormende bacteriën:

- de slibvlokken bevatten een hoog aandeel anorganische bestanddelen en veel Gram-positieve bacteriën;
- de populatie draadvormende bacteriën werd gedomineerd door *M.parvicella* (score 3 op een schaal van 0 - 6). Secundair werd Type 021N waargenomen, maar deze bacterie was in slechte conditie.

De resultaten leidden tot de conclusie dat de drijfslaag door *M.parvicella* was geïnduceerd. Het hoge aandeel Gram-positieve bacteriën droeg mogelijk bij aan de versteviging van de ontstane drijfslaag.

#### DRIJFLAAG 21 OKTOBER 2005

Op deze datum zijn opnieuw twee monsters geanalyseerd: DN2 (van de denitrificatieruimte) en AT2 (van de beluchtingsruimte). Monster AT2 voelde minder stevig aan, was lichter bruin van kleur en bevatte minder lucht dan DN2. Dit duidt erop dat de drijfslaag op de denitrificatieruimte ouder was, hetgeen ook bleek uit een hoger drogestof-gehalte (8,8 tegenover 5,6 %). Beide monsters voelden vetzig aan. De drijfslagen bestonden voornamelijk uit slibvlokken en draadvormende bacteriën. Zo'n 40-50% van de populatie draadvormende bacteriën was Gram-positief; veel minder dus dan in de drijfslaag van 22 februari 2005, toen werd geconstateerd dat alle draadvormende bacteriën Gram-positief waren. Geen van de aanwezige draadvormende micro-organismen werd als 'dominant' aangemerkt. De volgende soorten werden waargenomen (score op een schaal van 0 - 6; vergelijk ook de filament-index met een schaal van 0 - 5):

- Type 0581 (3);
- Actinomyceten/Nocardiaformen (2 - 3);
- *M.parvicella* (2 - 3);
- Type 0041 (2);
- Type 0092 (1).

#### AANVULLEND DRIJFLAAGMONSTER: 27 JULI 2005

Naast deze twee drijfslaagmonsters is door TNO nog een derde monster geanalyseerd, op 27 juli 2005. Rond die datum trad plotseling een sterke drijfslaagvorming op. In het slib werden Actinomyceten waargenomen, maar niet in dusdanig grote hoeveelheden dat op basis daarvan een sterke drijfslaagvorming werd verwacht. In de drijfslaag waren wel meer Actinomyceten aanwezig dan in het gesuspendeerde slib. Na een aantal dagen was de drijfslaag weer verdwenen.

Foto's van het *in-situ* drijfslaagonderzoek zijn opgenomen in bijlage 2.

### 3.2.2 LABORATORIUMONDERZOEK

De resultaten van de flotatie-experimenten zijn weergegeven in tabel 3. Afbeeldingen van de onderzoeksresultaten zijn opgenomen in bijlage 2.

TABEL 3 RESULTATEN VAN DE FLOTATIE-EXPERIMENTEN

Experiment	Slib (vol%)	Influent (vol%)	Effluent (vol%)	Scum Index (%)
1	Varsseveld (16)	Varsseveld (32)	Varsseveld (53)	0
2	Varsseveld (50)	Varsseveld (50)		4
3	Varsseveld (50)		Varsseveld (50)	7
4	Varsseveld (50)		Lichtenvoorde (50)	6
5	Lichtenvoorde (50)	Lichtenvoorde (50)		0
6	Lichtenvoorde (50)	Varsseveld (50)		0
7	Varsseveld (50)	Lichtenvoorde (50)		4
8	Lichtenvoorde (50)		Lichtenvoorde (50)	0
9	Varsseveld (75)	Lichtenvoorde (25)		> 14

NB Experiment 9 is na drie beluchtungs- en bezinkingscycli beëindigd. Verwachting is dat tijdens een vierde cyclus nog een (kleine) hoeveelheid extra slib zou worden afgescheiden, vandaar de aanduiding '>' bij de Scum Index.

Uit tabel 3 valt het volgende af te leiden:

1. het slib uit Varsseveld floteert met eigen influent (exp. 2) en effluent (exp. 3), effluent Lichtenvoorde (exp. 4) en influent Lichtenvoorde (exp. 7+ 9). Dit wijst er mogelijk op dat de drijf-laagvorming niet primair afhankelijk is van de influentsamenstelling, maar meer van de eigenschappen van het slib uit Varsseveld;
2. het slib uit Lichtenvoorde floteert niet, ook niet na toevoeging van het influent uit Varsseveld (exp. 5, 6 en 8). Dit ondersteunt de conclusie dat flotatie met name een gevolg is van de slibeigenschappen en niet, of in mindere mate, van de influentsamenstelling;
3. de mate van flotatie hangt af van de drogestof-concentratie die bij de experimenten wordt gehanteerd (exp. 1, 7 en 9). Hieruit volgt dat de relatief hoge drogestof-concentratie in Varsseveld ( $\pm 10$  g/l) mede van invloed is op de mate van flotatie.

Opgemerkt dient te worden dat eventuele flotatie met het influent niet alles zegt over de rol van het influent. Het kan zijn dat de voorgeschiedenis een rol speelt. Is bijvoorbeeld het influent bemonsterd op een moment dat er flotatiebevorderende stoffen aanwezig waren. Bij deze flotatietesten is het influent bemonsterd geruime tijd nadat drijf-laagvorming was opgetreden. Het is wenselijk de flotatietesten met influent te herhalen ten tijde van drijf-laagvorming.

Tevens is het microscopisch beeld bepaald van het slib uit de RWZI Varsseveld (bijlage 2, afbeelding 2). Het slib bestaat voornamelijk uit kleine vlokken met een open structuur (veel vlokjes  $< 50 \mu\text{m}$ ). De filament-index (FI) is vastgesteld op 2 (op een schaal van 0 - 5). Waargenomen draadvormende micro-organismen zijn *Microthrix parvicella* (FI = 1), Type 0041, Type 0803/0914, *Nostocoida limicola* I, Actinomyceten en Type 0092 (gezamenlijke FI = 1).

### 3.3 OVERIGE RESULTATEN

In maart trad een sterke verkleefing van de membranen op. Deze verkleefing werd veroorzaakt door afzetting van een slijmerige substantie op de membranen. Deze substantie is microscopisch onderzocht en bleek te bestaan uit een mengsel van slib(vlokken), vezels en grote kolonies gehechte ciliaten (mogelijk *Epistylis* of *Opercularia*, zie bijlage 3).

# 4

## EVALUATIE EN CONCLUSIE

### 4.1 SLIBONDERZOEK

De samenstelling van de microbiële actiefslib-populatie wordt bepaald door een aantal factoren, zoals:

- slibbelasting en -leeftijd;
- samenstelling van het afvalwater (nutriëntenverhouding, type koolstofverbindingen, verhouding opgelost/niet-opgelost CZV);
- zuurstofconcentratie en beluchtingsregime;
- configuratie van de installatie;
- temperatuur en pH.

Het opstarten van een nieuwe zuiveringsinstallatie met behulp van slib uit een andere installatie kan leiden tot een verandering van één of meer van bovenstaande factoren, hetgeen weer leidt tot verschuivingen in de actiefslib-populatie. Deze verschuivingen zullen overigens niet altijd zichtbaar zijn.

Gelet op de verschillen tussen de procesvoering van de MBR en die van de 'oude' installatie waren de gevolgen van de omschakeling voor het microscopisch beeld gedurende de onderzoeksperiode opvallend klein. De grootste zichtbare verandering is de verandering van de vlokstructuur: de slibvlokken werden aan het eind van de onderzoeksperiode kleiner en minder compact. Dit kan het gevolg zijn van:

- hoge turbulentie. Turbulentie kan ertoe leiden dat slibvlokken worden beschadigd en (gedeeltelijk) uiteenvallen in kleinere vlokken;
- de afwezigheid van een bezinkingsstap. Bacteriën die niet in staat zijn tot vlokvorming zullen zich in een conventionele installatie moeilijk kunnen handhaven en uitspoelen. In een MBR is de noodzaak tot vlokvorming kleiner, omdat de membranen uitspoeling voorkomen. Dit zou theoretisch ook kunnen leiden tot een structureel groter aantal losse cellen in het slib, maar dat is niet waargenomen.

Een tweede opvallende verandering is de toename van het aantal bio-P-kolonies. Bij de opstart was een beperkte hoeveelheid van deze kolonies aanwezig (score 1); binnen een paar weken nam dit aantal toe tot een score van 2-3. Deze populatie bleef de rest van het jaar aanwezig. De MBR Varsseveld bevat echter geen separate anaërobe zones, die noodzakelijk zijn voor biologische fosfaatverwijdering. Een sterke toename van bio-P-kolonies werd op voorhanddan ook niet verwacht. Door over het algemeen zeer lage nitraat concentraties (1-2 mg/l) in het beluchtingscircuit is het goed mogelijk dat in de voordennitrificatieruimte anaerobe zones ontstaan. Tijdens P-afgifte testen is in de full scale installatie bio-P activiteit aangetoond. De resultaten van de microscopische analyses komen dus overeen met de praktijkwaarnemingen.

De overige waarnemingen tijdens het microscopisch slibonderzoek waren niet dusdanig structureel dat ze aan de MBR-configuratie toegeschreven kunnen worden.

## 4.2 DRIJFLAAGONDERZOEK

Het ontstaan van een drijfslag kan vaak worden gekoppeld aan de aanwezigheid van bepaalde draadvormende micro-organismen. Het gaat hier dan met name om Gram-positieve draadvormers zonder schede: *Microthrix parvicella*, Actinomyceten en *Nostocoida limicola* zijn bekende voorbeelden. Deze bacteriën kunnen door hun hydrofobe celoppervlak (mogelijk in combinatie met de vorm van de draden) het grensvlak water/lucht stabiliseren, waardoor de 'levensduur' van een luchtbel in de waterfase sterk wordt verlengd. Deze gestabiliseerde luchtbelllen, met daaromheen een laagje draadvormers en slib, stijgen naar het oppervlak en vormen zo een drijfslag. Het aantal draadvormende micro-organismen is in de drijfslag dan ook vaak veel groter dan in het gesuspendeerde slib. Dit is het belangrijkste mechanisme van drijfslagvorming in communale zuiveringsinstallaties.

Ten tijde van de eerste drijfslag (monster 22 februari) werd tijdelijk een grotere populatie *M.parvicella* in het slib waargenomen. Dit is een flotatie-bevorderende draadvormer die de belangrijkste oorzaak voor drijfslagvorming (en licht slib) in communale zuiveringsinstallaties met nutriëntenverwijdering is. Bovendien kent de populatie-omvang van deze bacterie een seizoensritme, met een maximum aan het eind van de winter. De aanwezigheid van *M.parvicella* in deze periode is dan ook verklaarbaar. Ook is het aannemelijk dat de drijfslag (deels) veroorzaakt werd door deze bacterie.

Het is opvallend dat een drijfslag werd gevormd terwijl de dradenpopulatie niet heel groot was (FI 1-2). Hetzelfde geldt voor de drijfslagen van 27 juli en 21 oktober: ook op deze tijdstippen waren niet extreem veel draadvormers in het slib aanwezig. In juli werd een beperkte populatie Actinomyceten waargenomen, in oktober waren zowel *M.parvicella* als Actinomyceten aanwezig (daarnaast werd op die datum voornamelijk Type 0581 waargenomen, maar deze bacterie veroorzaakt geen drijfslagen). In beide gevallen was de populatie draadvormers in de drijfslag wel groter dan in het gesuspendeerde slib. In communale installaties neemt over het algemeen de kans op een drijfslag pas echt toe bij een filament-index van 3 of hoger, waarbij bovendien indien één of meerdere van de flotatiegevoelige draadvormers dominant zijn. Dit doet vermoeden dat andere factoren een rol hebben gespeeld bij de drijfslagvorming.

Flotatieproeven in het laboratorium met slib en afvalwater van Varsseveld hebben laten zien dat de eigenschappen van het slib bijdragen aan de flotatiegevoeligheid. De slibvlokken zijn klein (veel vlokjes < 50 µm) en hebben een open structuur. Deze aspecten kunnen mogelijk de flotatiegevoeligheid vergroten. Daarnaast blijkt uit de experimenten dat het hoge drogestofgehalte de flotatie stimuleert. Het afvalwater lijkt geen effect te hebben op drijfslagvorming. Vermeld wordt dat de proeven gedaan zijn op een moment dat geen drijfslag in de MBR aanwezig was. De exacte rol van het influent dient te worden onderzocht ten tijde van drijfslagvorming.

Doorgaans wordt drijfslagvorming vaak mede veroorzaakt door de aanwezigheid van specifieke draadvormende bacteriën, met name *M.parvicella* en/of Actinomyceten. Beide soorten zijn wel aangetroffen in het slib van Varsseveld, maar niet in grote hoeveelheden. De totale Filament-Index was 2, hetgeen in conventionele RWZI's soms aanleiding geeft tot drijfslagvorming.

Naast de genoemde factoren kan ook een hogere beluchtingsintensiteit een rol spelen bij het ontstaan van drijfslagen. Deze hypothese is niet getoetst.

### 4.3 OVERIGE BEVINDINGEN

In maart trad plotseling een sterke verkleving van de membranen op door afzetting van een slijmerige substantie. Dit leidde tot verslechtering van de permeabiliteit van de membranen. Het meest opvallende aan deze substantie was de aanwezigheid van macroscopische kolonies gehechte ciliaten (*Epistylis* of *Opercularia*). De samenstelling van de slijmerige substantie is vervolgens geanalyseerd, en de resultaten hebben geleid tot het vermoeden dat lozing van industrieel polymeer (mede) de oorzaak was van de afzetting (meer informatie hierover is te vinden in de deelrapportage van de simulatie-unit). Bovendien werd vanaf het voorjaar geen industrieel polymeer meer geloosd en sindsdien is ook geen verkleving van de membranen meer opgetreden.

Om het mogelijke verband tussen industrieel polymeer en de verkleving nader te onderzoeken zijn experimenten uitgevoerd met de simulatie-unit. Deze werd gevoed met industrieel polymeer in de waterslibfase. Na toevoeging van het industriële polymeer trad een directe verslechtering van de permeabiliteit van de membranen op en na enkele weken een zeer sterke afname van de permeabiliteit waarbij in de simulatie-unit eenzelfde verkleving van de membranen op was getreden door afzetting van een slijmerige substantie. Microscopisch onderzoek leverde hetzelfde beeld op als in maart (zie bijlage 1): ook deze verkleving bestond uit slib, draadvormende micro-organismen, vezels en grote hoeveelheden gehechte ciliaten. Deze resultaten bevestigen het vermoeden dat industriële polymeer een rol speelt bij het ontstaan van de verkleving. Meer informatie over deze experimenten is te vinden in het deelrapport over de simulatie-unit.

Er wordt vooralsnog verondersteld dat het industriële polymeer zich afzet op de membranen. Mogelijk biedt deze afzetting een goede hechtingsplaats voor ciliaten. Het feit dat zulke grote kolonies gehechte ciliaten in de afzetting gevonden zijn, houdt in dat er veel voedsel (losse cellen en vlokdeeltjes) voorhanden moet zijn. Dit voedsel kunnen de ciliaten uit het langsstromende water filteren. Daarnaast is het mogelijk dat microbiologische afbraak van het industriële polymeer leidt tot een verhoging van het aantal losse cellen rondom de verkleving.

Het slijmerige karakter van de afzetting zou veroorzaakt kunnen worden door het industriële polymeer op zich, door de aanwezigheid van de grote kolonies ciliaten en door de microbiële productie van extra-cellulaire polymere substanties (EPS).

#### 4.4 CONCLUSIES

Gedurende een periode van 12 maanden is de slibkwaliteit periodiek geanalyseerd in de MBR Varsseveld. Uit microscopische onderzoek kunnen de volgende conclusies worden getrokken:

- De opstart van de MBR Varsseveld heeft niet geleid tot grote veranderingen in het microscopisch slibbeeld.
- Gedurende de onderzoeksperiode werd de grootte van de slibvlokken kleiner en meer open van structuur.
- Gedurende de onderzoeksperiode nam het aantal bio-P-bacteriën toe.
- Drijfslagvorming kon maar ten dele worden toegeschreven aan de aanwezigheid van draadvormende micro-organismen. Flotatie van slib in de MBR Varsseveld wordt veroorzaakt door de eigenschappen van het slib (o.a. vlokstructuur) en mogelijk ook het hoge drogestofgehalte. De samenstelling van het influent speelt een ondergeschikte rol (behalve bij specifieke lozingen). Een hogere beluchtingsintensiteit kan een rol spelen bij drijfslagvorming maar is in dit onderzoek niet getoetst.

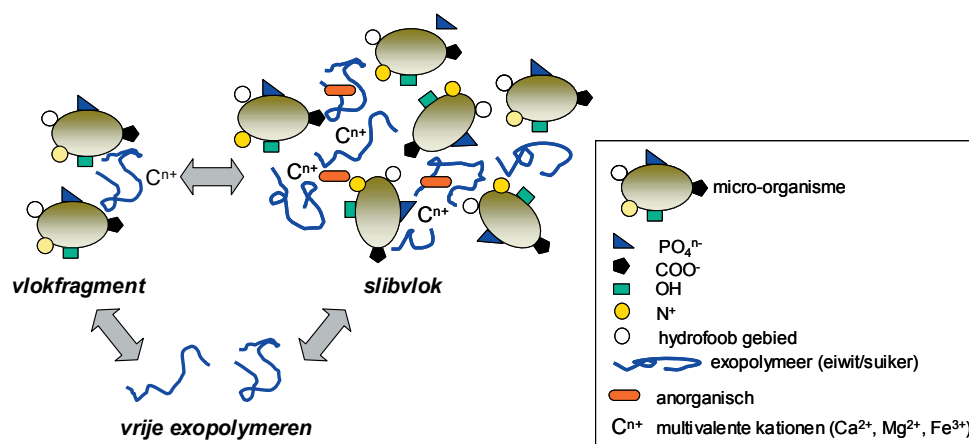
# 5

## OPZET VAN HET ONDERZOEK: SLIBEIGENSCHAPPEN

### 5.1 ACHTERGROND

Een zeer belangrijk aspect bij de toepassing van MBR-systemen is het optreden van membraanvervuiling. Dit resulteert in een gemiddeld lagere ontwerpflux zodat een groter membraanoppervlak geïnstalleerd moet worden en maakt het noodzakelijk om de membranen frequenter te reinigen of meer energie in te zetten om vervuiling te voorkomen. Membraanvervuiling in MBR systemen is een zeer complex fenomeen dat wordt bepaald door een combinatie van factoren waaronder de samenstelling van het te filtreren slibmengsel, de membraaneigenschappen (o.a. de poriegrootte en het membraanmateriaal), de constructie van de membraanmodules en de wijze waarop deze modules worden bedreven (Chang *et al.*, 2002). Het onderzoek dat in deze deelstudie wordt beschreven concentreerde zich voornamelijk op de invloed van de slibeigenschappen.

AFBEELDING 2 SCHEMATISCHE VOORSTELLING VAN EEN SLIBVLOK EN ZIJN DIRECTE OMGEVING (GEBASEERD OP URBAIN *ET AL.*, 1993)



Om te begrijpen welke slibeigenschappen van belang kunnen zijn bij het optreden van membraanvervuiling geeft afbeelding 2 een sterk vereenvoudigde voorstelling van het te filtreren slibmengsel. Een slibvlok bestaat uit een conglomeratie van verschillende micro-organismen en minerale deeltjes (as), die bij elkaar wordt gehouden door extracellulaire polymeren die door de micro-organismen worden uitgescheiden. Deze polymeren, in de literatuur vaak als "extracellular polymeric substances" of EPS aangeduid, zijn vooral polysaccharides en eiwitten, maar ook andere polymeren zoals nucleïnezuren en humusachtige verbindingen kunnen voorkomen. Multivalente kationen waaronder Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup> en Fe<sup>3+</sup> spelen een cruciale rol bij de bindingen in de slibvlok omdat ze verantwoordelijk zijn voor de brugvorming tussen de polymeren. In het "vrije" water of "supernatant" bevinden zich opgeloste componenten



die afkomstig zijn uit het afvalwater of die door de micro-organismen worden uitgescheiden. Daarnaast bevat het vrije water diverse colloïdale bestanddelen die bestaan uit kleine vlokfragmenten gevormd door deflocculatie of afschuring en uit “losse” polymeren die door de vlokken of vlokfragmenten aan het vrije water worden afgestaan.

Zelfs bovenstaande simplistische voorstelling van het te filtreren slibmengsel maakt al duidelijk dat een groot aantal slibeigenschappen een rol kunnen spelen bij membraanvervuiling. De slibconcentratie, de slibsamenstelling, de vloggrootte, de sterkte van de slibvlokken, de aanwezigheid van multivalente kationen en de concentraties en samenstelling van de opgeloste en colloïdale bestanddelen in het vrije water zijn allemaal van belang. Dat deze factoren bovendien een onderlinge samenhang vertonen maakt een begrip van de relatie tussen de slibkwaliteit en de membraanvervuiling extra gecompliceerd.

## 5.2 DOEL

Dit deelonderzoek richtte zich op de relatie tussen de eigenschappen van het slib in de MBR-installatie in Varsseveld en de filtreerbaarheid van dat slib. De achterliggende gedachte is dat dit:

- (1) meer kennis zou opleveren over de complexe interactie tussen de slibkwaliteit en filtreerbaarheid van het slib, en
- (2) mogelijk aanwijzingen zou kunnen geven voor een verbeterde procesvoering van het biologische zuiveringsproces met als doel de membraanvervuiling te reduceren.

## 5.3 GLOBALE AANPAK

De filtreerbaarheid van het slib, en van fracties van dat slib, werd gemeten onder standaardcondities om zoveel mogelijk het effect van andere factoren (onder andere de bedrijfsvoering van de membranen) uit te schakelen. Variatie in de eigenschappen van het slib werd verkregen door gedurende een langere periode, van januari tot en met oktober 2005, regelmatig slibmonsters uit de MBR Varsseveld te nemen. Van deze monsters en de fracties van deze monsters werden vervolgens een aantal fysische en chemische parameters bepaald waarvan op voorhand het vermoeden bestond dat ze van invloed zouden kunnen zijn op de filtreerbaarheid van het slib. Naast slib is parallel ook de filtreerbaarheid van het influent bepaald. De filtratietesten zijn uitgevoerd met de Filtration Characterisation Installation (FCI). Een toelichting van de werkwijze en een beschrijving van de FCI is gegeven in bijlage 4.

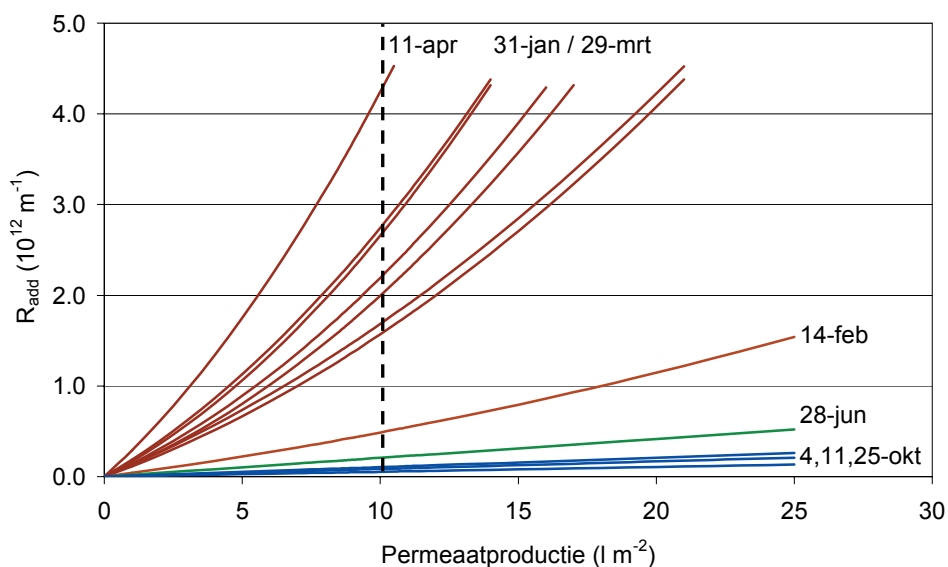
# 6

## RESULTATEN

### 6.1 VERLOOP VAN DE FILTREERBAARHEID

Gedurende de periode van januari tot en met oktober 2005 werden regelmatig monsters genomen uit de membraantank van de MBR Varsseveld. Afbeelding 3 toont de bijbehorende filtratiecurven zoals gemeten met de FCI (Filtration Characterisation Installation; bijlage 4) bij een flux van  $60 \text{ l}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ . Met uitzondering van het slibmonster dat op 14 februari werd genomen kan een duidelijk onderscheid gemaakt worden tussen slibmonsters die in de periode januari-april werden genomen en monsters die in juni en oktober werden genomen. Bij de slibmonsters van de periode januari-april nam de weerstand zeer snel toe en kon de filtreerbaarheid van de slibmonsters worden gekwalificeerd als "slecht". Dat het slibmonster van 14 februari een betere filtreerbaarheid vertoonde komt in §3.5 verder aan de orde. Bij de slibmonsters die in juni en oktober werden genomen nam de weerstand veel langzamer toe en kon de filtreerbaarheid van de slibmonsters worden gekwalificeerd als "goed".

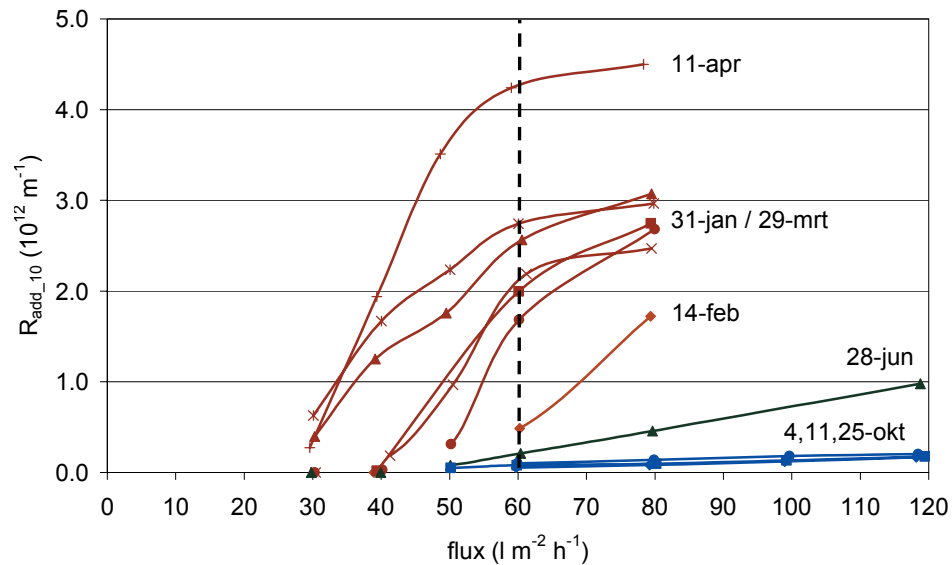
AFBEELDING 3 FILTRATIECURVEN VAN SLIBMONSTERS UIT DE MEMBRAANTANK VAN DE FULL-SCALE MBR



### 6.2 EFFECT VAN DE PERMEAATFLUX OP DE FILTREERBAARHEID

Bij de slibmonsters uit de membraantank van de MBR Varsseveld werden ook filtratiemetingen uitgevoerd met verschillende fluxen. Het effect van de flux op de weerstand die na de productie van  $10 \text{ l}/\text{m}^2$  permeaat werd gemeten ( $R_{\text{add}_10}$ ) wordt weergegeven in Afbeelding 3. De  $10 \text{ l}/\text{m}^2$  werd gekozen als maat voor de weerstand omdat op dat moment voor een aantal monsters de maximaal toelaatbare TMP van 0,7 bar al bijna was bereikt.

AFBEELDING 4 HET EFFECT VAN DE FLUX OP DE WEERSTAND NA PRODUCTIE VAN 10 L/M<sup>2</sup> PERMAAT, VEROORZAAKT DOOR SLIBMONSTERS UIT DE MEMBRAANTANK VAN DE FULL-SCALE MBR



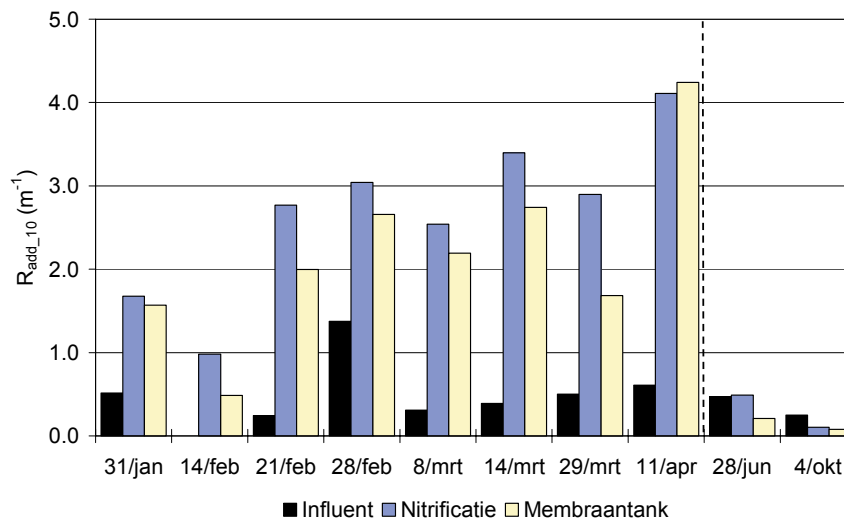
Zoals verwacht mocht worden vervuilde het membraan sneller naarmate de toegepaste flux hoger was. Afbeelding 4 bevestigt ook het reeds hiervoor geschetste beeld dat de filtreerbaarheid van het slib in de periode januari - april veel slechter was dan de filtreerbaarheid van het slib in juni en oktober. Bij de slibmonsters van oktober was zelfs bij aanzienlijke fluxen van 100 l/(m<sup>2</sup>·h) en hoger het effect van de flux op de weerstand minimaal. Opvallend is het afvlakkende verloop van de curven in de periode januari-april. De sterke stijging van  $R_{add\_10}$  bij de lagere fluxen toont aan dat de weerstandstoename sterk afhankelijk is van de waarde van de flux. Bij de hogere fluxen treedt de membraanvervuiling zo snel op dat de hoogte van de flux niet duidelijk meer van invloed is.

### 6.3 FILTREERBAARHEID PER MONSTERPUNT

Om een indruk te krijgen van het effect van de voortgang van het biologische zuiveringsproces op de filtreerbaarheid werden de FCI testen niet alleen met slib uit de membraantank uitgevoerd, maar ook met (voorbehandeld) afvalwater en met slib uit de nitrificatie- en voordennitrificatietank. De belangrijkste resultaten worden in afbeelding 5 weergegeven waarbij  $R_{add\_10}$  wederom als maat voor de filtreerbaarheid werd genomen. De toegepaste flux was in alle gevallen gelijk aan 60 l/(m<sup>2</sup>·h).

Er werden helaas slechts twee metingen uitgevoerd met slibmonsters uit de voordennitrificatietank omdat een representatieve monsternamen niet mogelijk was door de aanwezigheid van een dikke, viskeuze drijflaag. De twee metingen die wel werden uitgevoerd worden niet in afbeelding 5 weergegeven, maar gaven een soortgelijke weerstand als het slib dat afkomstig was uit de nitrificatiezone.

AFBEELDING 5 WEERSTAND VERORZAAKT DOOR SLIBMONSTERS UIT DE NITRIFICATIEZONE EN UIT DE MEMBRAANTANK VAN DE FULL-SCALE MBR EN DOOR AFVALWATER NA PRODUCTIE VAN 10 L/M<sup>2</sup> PERMEAAT



De filtreerbaarheid van het slib uit de membraantank was over het algemeen iets beter dan die van het slib uit de nitrificatiezone. Dit werd mogelijk veroorzaakt doordat het CZV en de concentraties polysaccharides en eiwitten in het supernatant van het slib uit de membraantank gemiddeld 10% lager waren dan die in de nitrificatiezone. Dit komt verder in §3.6 nog uitgebreid aan de orde.

De filtreerbaarheid van het (voorbehandelde) afvalwater was relatief goed, met uitzondering van het monster van 28 februari. Opvallend is dat in de periode januari-april het slib veel slechter filtreerbaar was dan het afvalwater, maar dat in juni en oktober de filtreerbaarheid van het afvalwater en van het slib ongeveer even goed waren. Op 4 oktober was de filtreerbaarheid van het slib zelfs beter dan dat van het afvalwater.

#### 6.4 FILTREERBAARHEID VAN FRACTIES

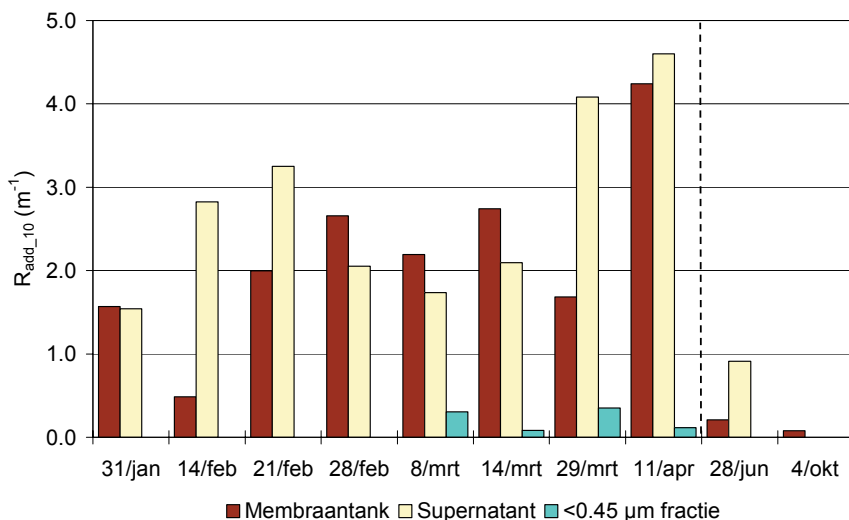
Afbeelding 6 toont de weerstand na de productie van 10 l/m<sup>2</sup> permeaat met slib afkomstig uit de membraantank, supernatant van dat slib en de 0,45 µm gefiltreerde fractie van het supernatant. Door problemen met de vlakke plaatmembranen konden de metingen met de 0,45 µm fractie helaas niet in alle gevallen worden uitgevoerd. Alle FCI testen werden wederom uitgevoerd bij een flux van 60 l/(m<sup>2</sup>·h).

Er bestond geen eenduidige relatie tussen de filtreerbaarheid van het slib en de filtreerbaarheid van het supernatant. De weerstandstoename bij het supernatant was in alle gevallen relatief hoog, en afwisselend hoger of lager dan dat van het slib. Dit betekent naar alle waarschijnlijkheid dat de belangrijkste weerstand werd veroorzaakt door de bestanddelen in het supernatant, oftewel het "vrije water", en niet door de slibvlokken.

Ook valt het op dat de filtreerbaarheid van het supernatant veel slechter was dan de filtreerbaarheid van het afvalwater (zie afbeelding 5). Dit impliceert dat de belangrijkste bijdrage aan de weerstand niet werd veroorzaakt door bestanddelen die met het afvalwater werden aangevoerd, maar door bestanddelen die tijdens het biologische zuiveringsproces werden geproduceerd. Dit kan nog nader gespecificeerd worden omdat de filtreerbaarheid van de kleiner dan 0,45 µm fractie van het supernatant in alle gevallen beduidend lager was dan die

van het totale supernatant. Blijkbaar werd de belangrijkste weerstand veroorzaakt door de bestanddelen in het supernatant die groter waren dan 0,45 µm, oftewel door de “colloïdale” bestanddelen.

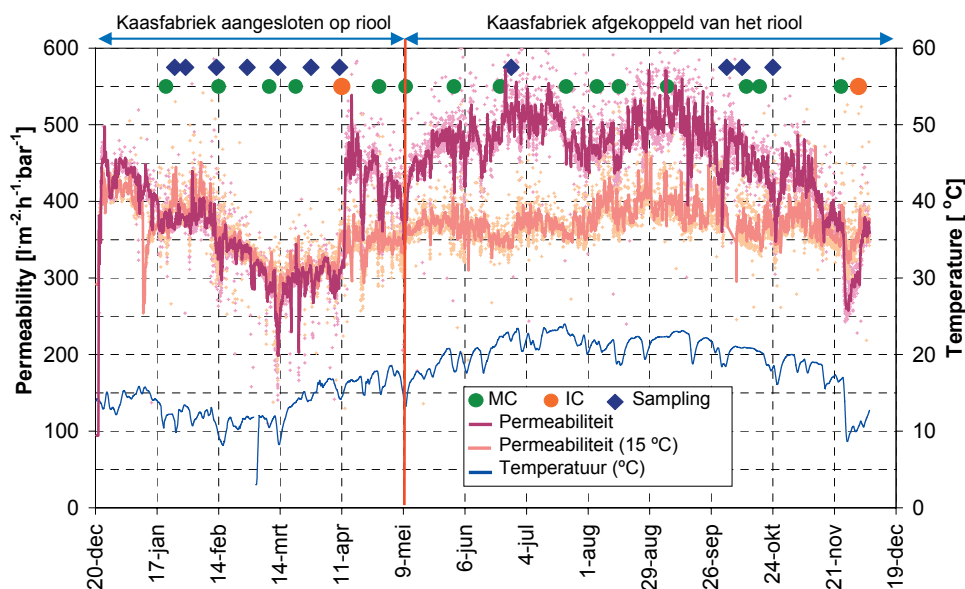
AFBEELDING 6 WEERSTAND VAN SLIBMONSTERS UIT DE MEMBRAANTANK VAN DE MBR EN FRACTIES VAN DAT SLIB NA PRODUCTIE VAN 10 L/M<sup>2</sup> PERMEAT



### 6.5 RELATIE TUSSEN FILTREERBAARHEID EN PERMEABILITEIT

Afbeelding 7 toont de permeabiliteitsgegevens van de membranen in membraantank 2 (MT2) van de full-scale MBR gedurende de periode van 20 december 2004 tot 19 december 2005. In Afbeelding 6 wordt ook aangegeven wanneer er “maintenance” (MC) en “intensieve” reinigingen (IC) van de membranen werden uitgevoerd en wanneer er monsters werden genomen voor de filtreerbaarheidstesten met de FCI.

AFBEELDING 7 PERMEABILITEITSGEGEVENS VAN DE MEMBRANEN IN MEMBRAANTANK 2 (MT2) VAN DE MBR GEDURENDE DE GEHELE EXPERIMENTELE PERIODE

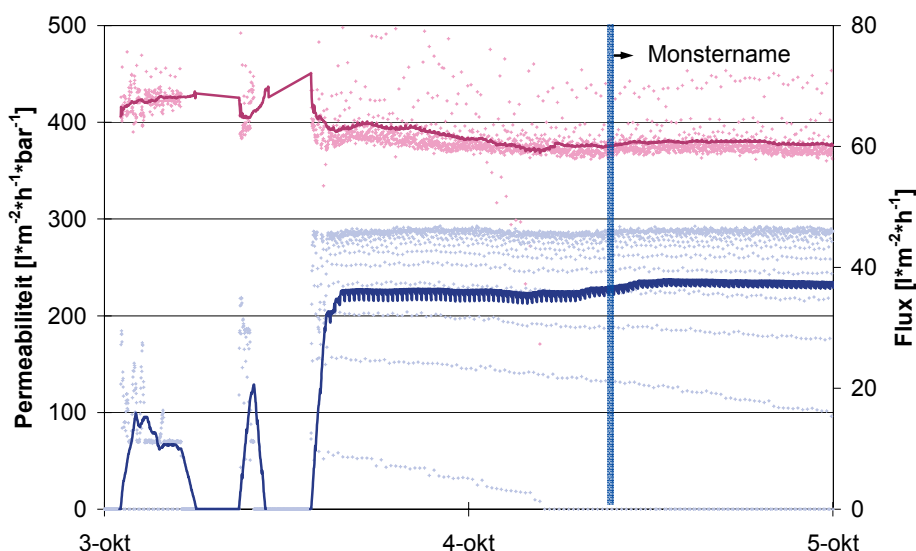


Benadrukt moet worden dat de permeabiliteitsgegevens op zich zelf niet veel zeggen over de filtreerbaarheid van het slib omdat de permeabiliteit niet alleen door de kwaliteit van het slib, maar ook door de actuele aanvoer van afvalwater en de daaraan gerelateerde flux wordt beïnvloed. Ook het reinigen van de membranen zorgt voor een (tijdelijke) verbetering van de permeabiliteit maar niet voor een verbetering van de slibkwaliteit. Een goed voorbeeld hiervan was de situatie op 11 april 2005. De FCI test met het slibmonster van die dag liet zien dat het slib op die dag zeer slecht filtreerbaar was (afbeelding 3). Uit Afbeelding 6 blijkt dat ook de permeabiliteit van de membranen in MT2 op die dag slecht was, ongeveer  $300 \text{ l}/(\text{m}^2 \cdot \text{h} \cdot \text{bar})$ . Dankzij een intensieve membraanreiniging op die dag (IC in afbeelding 7) herstelde de permeabiliteit zich tot meer dan  $450 \text{ l}/(\text{m}^2 \cdot \text{h} \cdot \text{bar})$ . Echter, de slibkwaliteit bleef slecht zodat de dalende trend die in de eerste maanden na de opstart al te zien was (afbeelding 7) zich ook na de IC voortzette.

Van alle slibmonsters hadden de monsters die in oktober werden genomen verreweg de beste filtreerbaarheid (zie ook afbeelding 3). Ook dit was in overeenstemming met de resultaten van de MBR. Dit wordt in meer detail weergegeven in afbeelding 8 voor de situatie rond 3 oktober. Ten tijde van de monsternamming was een capaciteitstest gaande waarbij de flux sterk werd gevarieerd. Duidelijk is te zien dat de permeabiliteit hoog was ( $> 400 \text{ l}/(\text{m}^2 \cdot \text{h} \cdot \text{bar})$ ) en een verhoging van de flux slechts een geringe daling van de permeabiliteit tot gevolg had. Dit duidt op een zeer goede filtreerbaarheid van het slib.

AFBEELDING 8

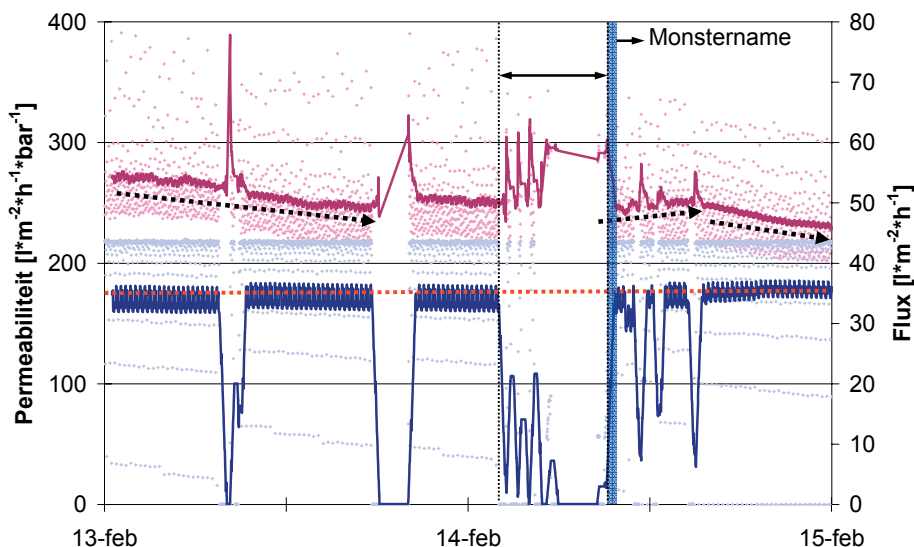
PERMEABILITEIT EN FLUX IN MEMBRAANTANK 2 (MT2) VAN DE MBR VARSSEVELD ROND 3 OKTOBER 2005



Een derde en laatste voorbeeld betreft de slibmonsters die op 14 februari werden genomen. Zoals al eerder werd vermeld was het slibmonster van die dag goed filtreerbaar, in tegenstelling tot de andere slibmonsters uit die periode (afbeelding 3). In afbeelding 9 wordt de situatie in de full-scale MBR in meer detail getoond. In de periode vlak voor 14 februari werd een relatief hoog debiet verwerkt van ongeveer  $35 \text{ l}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ . Dit resulteerde in eerste instantie in een duidelijke daling van de permeabiliteit van  $280$  naar  $240 \text{ l}/(\text{m}^2 \cdot \text{h} \cdot \text{bar})$ . In de nacht en vroege ochtend van 14 februari werd als gevolg van een storing gedurende een aantal uren nauwelijks permeaat onttrokken. In de eerste uren nadat de filtratie werd hervat was enig herstel van de permeabiliteit zichtbaar, ondanks het feit dat nog steeds een hoge flux van  $35 \text{ l}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$  werd gehandhaafd. Dit zou betekenen dat het actiefslib op dat moment een goede filtreerbaarheid had, hetgeen ook door het resultaat van de FCI test werd bevestigd.

De oorzaak is onduidelijk. Het zuiveringssysteem werd een aantal uren niet belast met afvalwater zodat in die tijd membraanvervuilende en biologisch afbreekbare componenten konden worden afgebroken of vanuit de bulk in de slibvlokken konden worden opgenomen. Echter, de chemische analyses aan het slib lieten geen significant lagere concentraties CZV, polysaccharides en eiwitten zien.

AFBEELDING 9 PERMEABILITEIT EN FLUX IN MEMBRAANTANK 2 (MT2) VAN DE MBR VARSEVELD ROND 14 FEBRUARI 2005



## 6.6 RELATIE TUSSEN FILTREERBAARHEID EN SLIBKWALITEIT

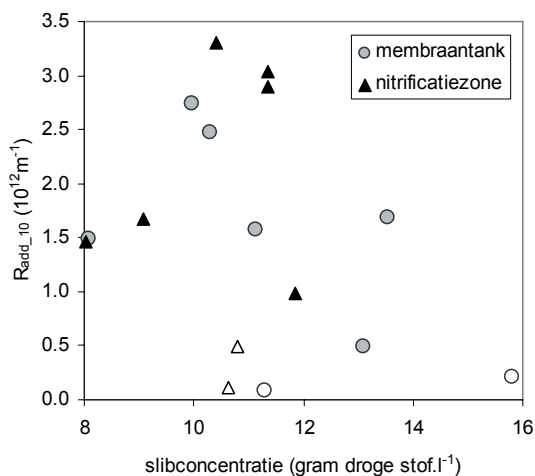
In het onderstaande worden de resultaten van de FCI metingen gerelateerd aan de chemische en fysische analyses die op het slib en fracties van dat slib werden uitgevoerd. Als maat voor de filtreerbaarheid werd telkens de weerstand gebruikt die uit de FCI metingen volgde nadat 10 l/m<sup>2</sup> permeaat was geproduceerd ( $R_{add,10}$ ).

### SLIBCONCENTRATIES EN GEHALTE ORGANISCHE STOF

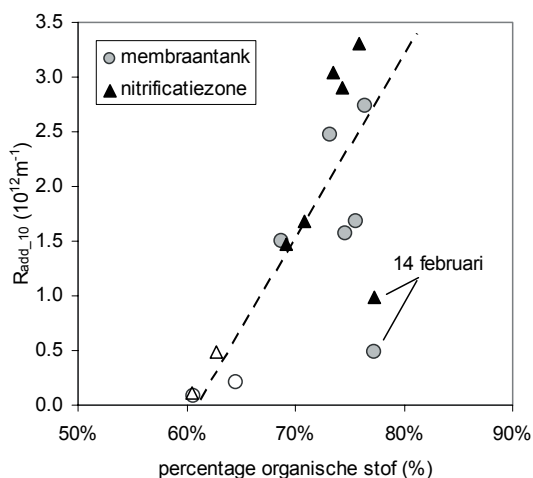
Afbeelding 10 toont het verband tussen de slibconcentratie en de gemeten weerstand, zowel voor slib uit de membraantank als voor slib uit de nitrificatiezone. De slibconcentratie varieerde tussen 8 en 16 g/l op drogestof basis, maar er kon geen eenduidig verband afgeleid worden met de filtreerbaarheid van het slib.

Afbeelding 11 laat zien dat met uitzondering van de slibmonsters van 14 februari er wel een sterke correlatie bestond tussen het gehalte aan organische stof en de filtreerbaarheid van het slib. Een stijging van het gehalte organische stof van 60% naar 80% kwam overeen met een sterke daling van de filtreerbaarheid. De slibmonsters die in juni en oktober werden genomen hadden een veel lager gehalte organische stof dan de slibmonsters die in de periode januari-april werden genomen. Dit was zeer grotendeels het gevolg van de ijzerchloride dosering waarmee eind mei werd begonnen om de fosfaatverwijdering te stimuleren en die zorgde voor een “verdunning” van de organische stof met neerslagen van ijzerfosfaat.

AFBEELDING 10 RELATIE TUSSEN DE SLIBCONCENTRATIE EN DE WEERSTAND VAN HET SLIB NA PRODUCTIE VAN 10 L/M<sup>2</sup> PERMEAAT (INGEKLEURDE DATAPUNTEN ZIJN SLIBMONSTERS VAN DE PERIODE JANUARI-APRIL EN NIET INGEKLEURDE DATAPUNTEN ZIJN SLIBMONSTERS UIT JUNI EN OKTOBER)



AFBEELDING 11 RELATIE TUSSEN HET PERCENTAGE ORGANISCHE STOF VAN HET SLIB EN DE WEERSTAND VAN HET SLIB NA PRODUCTIE VAN 10 L/M<sup>2</sup> PERMEAAT (INGEKLEURDE DATAPUNTEN ZIJN SLIBMONSTERS VAN DE PERIODE JANUARI-APRIL EN NIET INGEKLEURDE DATAPUNTEN ZIJN SLIBMONSTERS UIT JUNI EN OKTOBER)



### SUPERNATANT CONCENTRATIES

Afbeeldingen 12, 13 en 14 laten achtereenvolgens het verband zien tussen het CZV, de concentratie polysaccharides en de concentratie eiwitten in het supernatant van het slib en de filtreerbaarheid van het slib. Het verband tussen de filtreerbaarheid en de TOC wordt niet getoond maar kwam ongeveer overeen met die van het CZV.

Het CZV in het supernatant varieerde van 40 tot 250 mg/l (afbeelding 12), waarbij de concentraties in juni en oktober veel lager waren dan in de periode januari-april. Met uitzondering van de slibmonsters die op 14 februari werden genomen was er sprake van een sterk negatieve correlatie tussen het CZV in het supernatant en de filtreerbaarheid van het slib. Voor polysaccharides was het beeld ongeveer hetzelfde als voor het CZV en kwamen lage concentraties in het supernatant overeen met een goede filtreerbaarheid van het slib (afbeelding 13). De concentratie polysaccharides in het supernatant varieerde van 10 tot 100 mg/l en net als bij het CZV werden veel lagere concentraties gemeten in juni en oktober dan in de periode januari-april. De concentraties eiwitten in het supernatant van de slibmonsters varieerden van 10 tot 50 mg/l met wederom in juni en oktober veel lagere concentraties dan in de periode januari-april (afbeelding 14). Echter, in tegenstelling tot CZV en polysaccharides kon geen significante correlatie met de filtreerbaarheid van het slib vastgesteld worden.





CZV, polysaccharides en eiwitten werden ook gemeten in de kleiner dan  $0,45 \mu\text{m}$  fractie van het supernatant. Deze “opgeloste” concentraties worden niet getoond omdat er geen duidelijke correlatie bestond met de filtreerbaarheid van het slib, ondanks het feit dat ze wel een aanzienlijk aandeel hadden in de totale concentraties in het supernatant: 44% voor CZV, 43% voor polysaccharides en 33% voor eiwitten. Een en ander bevestigt de constatering die reeds op basis van de FCI testen was gemaakt dat “colloïdale” bestanddelen in het supernatant een belangrijker bijdrage leverden aan de weerstand dan de “opgeloste” bestanddelen.

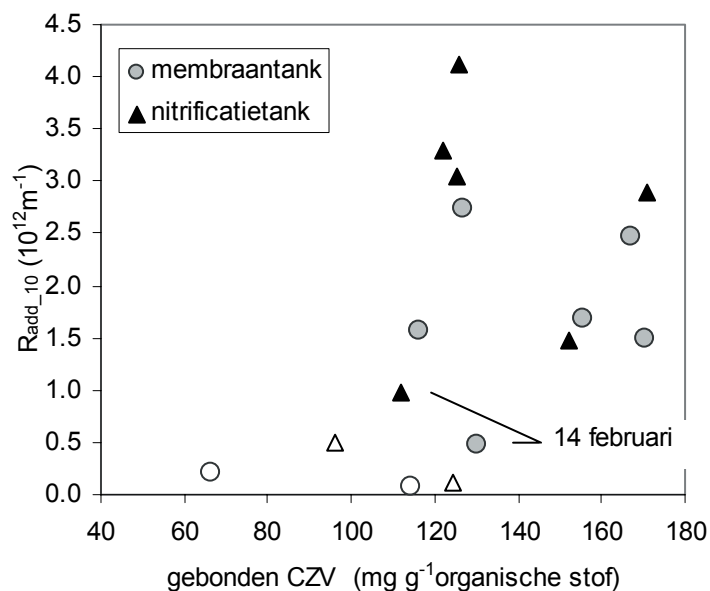
#### GEBONDEN EXOPOLYMEREN

Afbeeldingen 15, 16 en 17 tonen achtereenvolgens het verband tussen de uit het slib geëxtraheerde of “aan het slib gebonden” CZV, polysacchariden en eiwitten op de filtreerbaarheid van de slibmonsters.

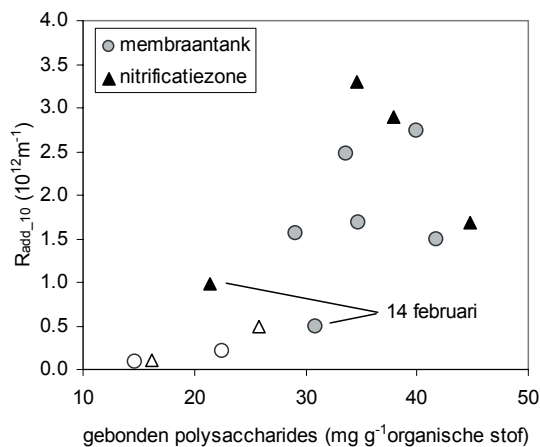
De aan het slib gebonden concentraties varieerden van 60 tot 180 mg/g organische stof voor CZV, van 15 tot 45 mg/g organische stof voor polysaccharides en van 4 tot 40 mg/g organische stof voor eiwitten. Net als bij het supernatant werden in juni en oktober veel lagere concentraties gemeten dan in de periode januari-april. Hogere concentraties leken gepaard te gaan met een lagere filtreerbaarheid, maar dit was veel minder duidelijk dan bij het supernatant het geval was.

Opvallend is de redelijk constante verhouding tussen de concentratie polysaccharides in het supernatant en de concentratie aan gebonden polysaccharides (afbeelding 18): ongeveer 1,8 mg/l per mg/g organische stof. Voor CZV en eiwitten kon een dergelijk verband niet aangetoond worden (afbeeldingen niet weergegeven).

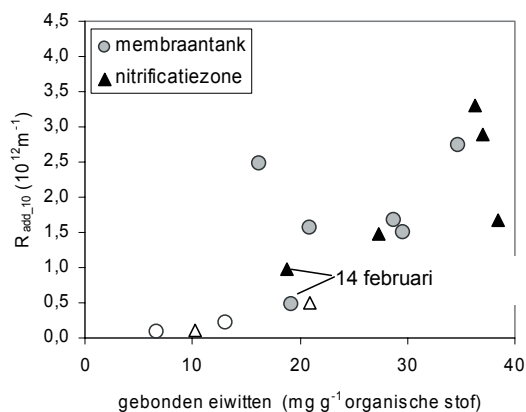
AFBEELDING 15 RELATIE TUSSEN AAN HET SLIB GEBONDEN CZV EN DE WEERSTAND VAN HET SLIB NA PRODUCTIE VAN  $10 \text{ L/M}^2$  PERMEAAT (INGEKLEURDE DATAPUNTEN ZIJN SLIBMONSTERS VAN DE PERIODE JANUARI-APRIL EN NIET INGEKLEURDE DATAPUNTEN ZIJN SLIBMONSTERS UIT JUNI EN OKTOBER)



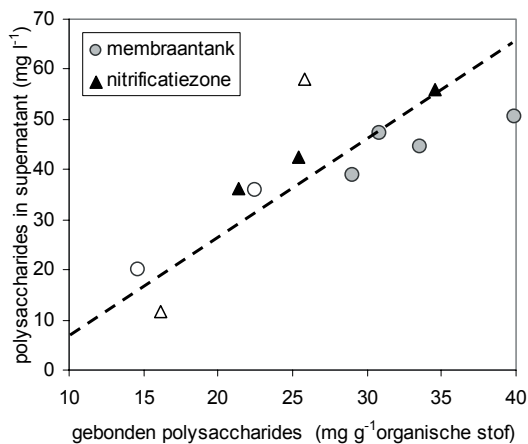
AFBEELDING 16 RELATIE TUSSEN AAN HET SLIB GEBONDEN POLYSACCHARIDES EN DE WEERSTAND VAN HET SLIB NA PRODUCTIE VAN 10 L/M<sup>2</sup> PERMEAAT (INGEKLEURDE DATAPUNTEN ZIJN SLIBMONSTERS VAN DE PERIODE JANUARI-APRIL EN NIET INGEKLEURDE DATAPUNTEN ZIJN SLIBMONSTERS UIT JUNI EN OKTOBER)



AFBEELDING 17 RELATIE TUSSEN AAN HET SLIB GEBONDEN EIWITTEN EN DE WEERSTAND VAN HET SLIB NA PRODUCTIE VAN 10 L/M<sup>2</sup> PERMEAAT (INGEKLEURDE DATAPUNTEN ZIJN SLIBMONSTERS VAN DE PERIODE JANUARI-APRIL EN NIET INGEKLEURDE DATAPUNTEN ZIJN SLIBMONSTERS UIT JUNI EN OKTOBER)



AFBEELDING 18 RELATIE TUSSEN DE CONCENTRATIE AAN HET SLIB GEBONDEN POLYSACCHARIDES EN DE CONCENTRATIE POLYSACCHARIDES IN HET SUPERNATANT (INGEKLEURDE DATAPUNTEN ZIJN SLIBMONSTERS VAN DE PERIODE JANUARI-APRIL EN NIET INGEKLEURDE DATAPUNTEN ZIJN SLIBMONSTERS UIT JUNI EN OKTOBER)



## CALCIUM

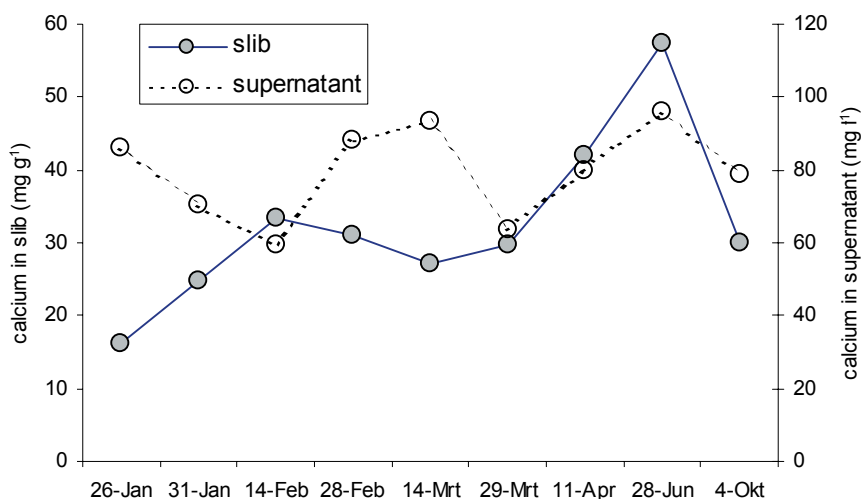
De concentraties calcium in het supernatant en in het slib varieerden respectievelijk tussen 60 en 100 mg/l en 10 en 50 mg/g droge stof. Geen van beide vertoonde een duidelijke correlatie met de filtreerbaarheid van het slib.

Interessant was het verloop van de calcium concentraties in het slib en in het supernatant (afbeelding 19). Na de opstart van de full-scale MBR steeg de concentratie calcium in het slib van ongeveer 15 naar 35 mg/g droge stof op 14 februari. Daarna treedt een daling op naar ongeveer 20-25 mg/g drogestof op 14 maart en dit ging gepaard met een stijging van de concentratie calcium in het supernatant. Mogelijk werd dit veroorzaakt door de aanvoer van strooizout met het afvalwater. Het is bekend dat slibvlokken werken als een kationenwisselaar (o.a. Urbain *et al.*, 1993; Keiding en Nielsen, 1997; Biggs en Lant, 2001; Sobeck en Higgins, 2002) en mogelijk hebben tijdelijk verhoogde concentraties monovalente kationen deels het calcium in het slib vervangen. Na 14 maart steeg de calciumconcentratie in het slib weer tot meer dan 55 mg/g droge stof op 28 juni. Echter, in oktober werd weer een aanzienlijk lagere concentratie calcium in het slib gemeten van ongeveer 30 mg/g droge stof. Dit werd waarschijnlijk veroorzaakt door "verdunding" van het slib met ijzerfosfaat neerslagen als gevolg van de ijzerchloridedosering waarmee eind mei werd begonnen.

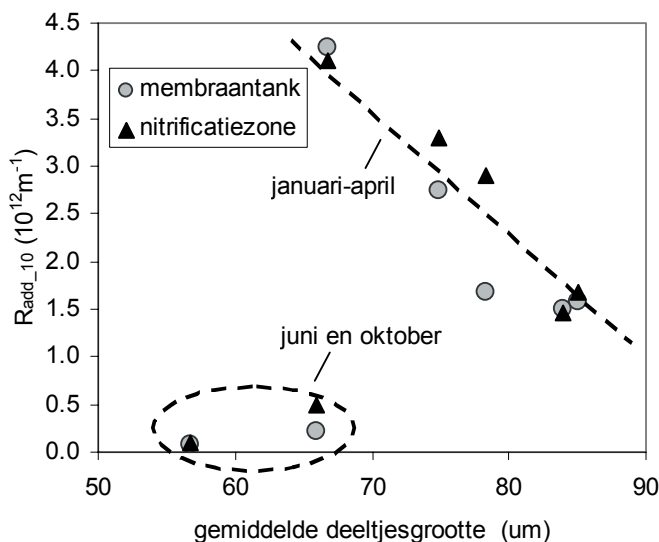
## DEELTJESGROOTTEVERDELING

Ook bij de relatie tussen de gemiddelde deeltjesgrootte en de weerstand veroorzaakt door het slib (afbeelding 20) kan onderscheid gemaakt worden tussen de monsters van de periode januari-april en de monsters van juni en oktober. In de periode januari-april varieerde de gemiddelde deeltjesgrootte van 65 tot 85  $\mu\text{m}$ . Ondanks deze betrekkelijk kleine range was er een duidelijke correlatie met de filtreerbaarheid van het slib die toenam met een grotere deeltjesgrootte. Dit lijkt in overeenstemming te zijn met de literatuur die beweert dat grotere slibvlokken minder weerstand veroorzaken dan kleinere slibvlokken. Echter, in juni en oktober was de gemiddelde deeltjesgrootte nog kleiner, tussen 55 en 65  $\mu\text{m}$ , maar was de weerstand die door het slib werd veroorzaakt wel veel lager. Tevens werd bij visuele inspectie geconstateerd dat de slibvlokken in juni en oktober een minder compacte structuur hadden dan de slibvlokken in januari-april. Deze waarnemingen waren geheel in overeenstemming met de resultaten van het microscopisch slibonderzoek. Blijkbaar is niet alleen de deeltjesgrootte maar ook de structuur van de slibvlokken belangrijk voor de filtreerbaarheid.

AFBEELDING 19 VERLOOP VAN DE CONCENTRATIE AAN HET SLIB GEBONDEN CALCIUM EN SUPERNATANT CALCIUM IN DE MEMBRAANTANK GEDURENDE DE EXPERIMENTELE PERIODE



AFBEELDING 20 RELATIE TUSSEN DE GEMIDDELDE DEELTJESGROOTTE EN DE WEERSTAND VAN HET SLIB NA PRODUCTIE VAN 10 L/M<sup>2</sup> PERMEAT



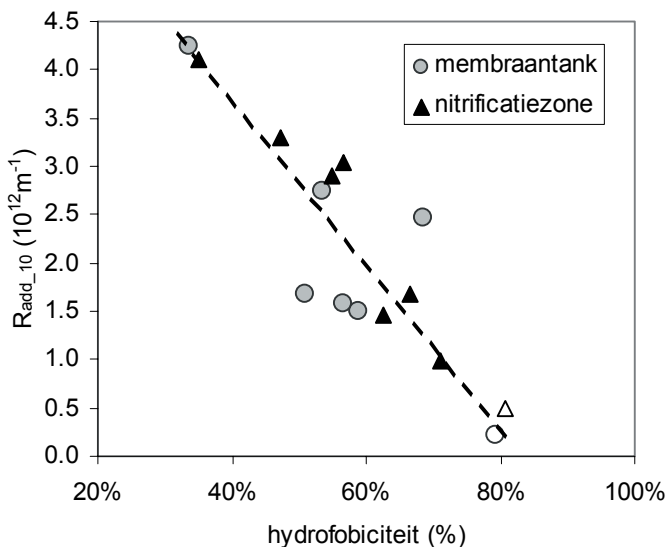
**HYDROFOBICITEIT**

Afbeelding 21 toont dat er een zeer sterke positieve correlatie bestond tussen de hydrofobiciteit in de slibvlokken en de filtreerbaarheid van het slib. De hydrofobiciteit varieerde van 30 tot 80 % en bij de hoogste waarden die in juni en oktober werden gemeten was de filtreerbaarheid het beste.

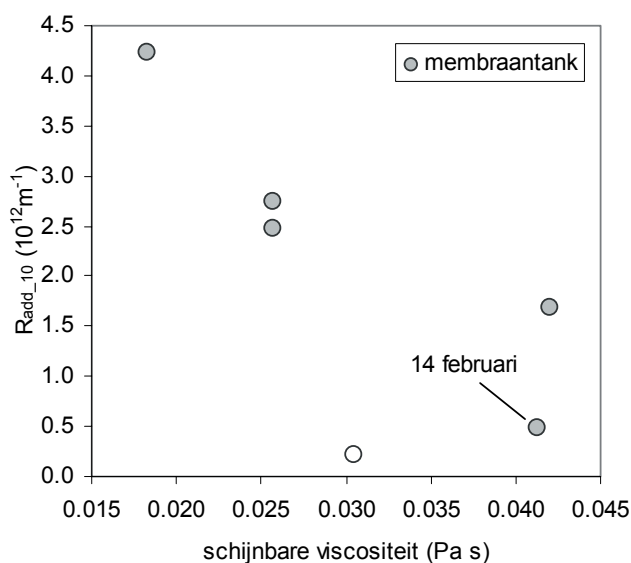
**VISCOSITEIT**

Afbeelding 22 toont het verband tussen de schijnbare viscositeit van slibmonsters uit de membraantank, gemeten bij een schuifspanning van 20 s<sup>-1</sup> en de filtreerbaarheid van die monsters. Alhoewel een hogere viscositeit gepaard leek te gaan met een betere filtreerbaarheid, waren de verschillen in viscositeit tussen de slibmonsters dusdanig klein dat het zeer de vraag of hier wel conclusies aan verbonden mogen worden.

AFBEELDING 21 RELATIE TUSSEN DE HYDROFOBICITEIT BINNEN IN DE SLIBVLOKKEN EN DE WEERSTAND VAN HET SLIB NA PRODUCTIE VAN 10 L/M<sup>2</sup> PERMEAT (INGEKLEURDE DATAPUNTEN ZIJN SLIBMONSTERS VAN DE PERIODE JANUARI-APRIL EN NIET INGEKLEURDE DATAPUNTEN ZIJN SLIBMONSTERS UIT JUNI EN OKTOBER)



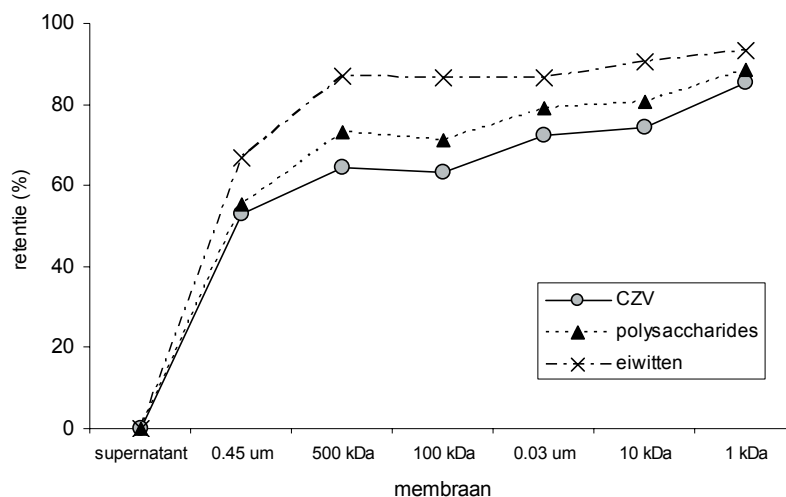
AFBEELDING 22 RELATIE TUSSEN DE SCHIJNBARE VISCOSITEIT BIJ EEN SCHUIFSPANNING VAN  $20 \text{ S}^{-1}$  EN DE WEERSTAND VAN HET SLIB NA PRODUCTIE VAN  $10 \text{ L/M}^2$  PERMEAAT (INGEKLEURDE DATAPUNTEN ZIJN SLIBMONSTERS VAN DE PERIODE JANUARI-APRIL EN NIET INGEKLEURDE DATAPUNTEN ZIJN SLIBMONSTERS UIT JUNI EN OKTOBER)



## 6.7 RETENTIE

Het supernatant van de verschillende slibmonsters werd gefractioneerd met een  $0,45 \mu\text{m}$  en een  $0,03 \mu\text{m}$  membraan en membranen met een moleculaire “cut-off” van 100, 50, 10 en 1 kDa. Afbeelding 23 toont de gemiddelde retentie van de verschillende membranen voor CZV, polysaccharides en eiwitten. Hierbij moet opgemerkt worden dat de retenties voor polysaccharides en eiwitten voor de verschillende slibmonsters redelijk goed overeenkwamen, maar deze bij CZV meer variatie vertoonden. De gemiddelde retentie van de membranen nam toe in de volgorde  $0,45 \mu\text{m} < 500 \text{ kDa} < 100 \text{ kDa} < 0,03 \mu\text{m} < 10 \text{ kDa} < 1 \text{ kDa}$ . Belangrijker is de constatering dat de bestanddelen in het supernatant die groter waren dan  $0,45 \mu\text{m}$ , oftewel de “colloïdale” fractie, de grootste bijdrage leverden aan de totale supernatant concentraties. Echter, ook de bestanddelen in de  $500 \text{ kDa} - 0,45 \mu\text{m}$  range leverden nog een aanzienlijke bijdrage aan de totale supernatant concentraties. De retentie voor eiwitten nam vervolgens niet veel verder toe, maar op basis van CZV en de polysaccharides wordt er geleidelijk nog wel meer materiaal verwijderd bij diepere filtratiestappen.

AFBEELDING 23 MEMBRAANRETENTIES VOOR CZV, POLYSACCHARIDES EN EIWITTEN IN HET SUPERNATANT



## 7

## EVALUATIE EN CONCLUSIE

## 7.1 EVALUATIE

Gedurende de periode januari tot oktober 2005 werden regelmatig slib- en afvalwatermonsters genomen uit de MBR Varsseveld. Van deze monsters, en van fracties van deze monsters, werden de filtreerbaarheid en verschillende fysische en chemische parameters bepaald en deze grootheden werden met elkaar vergeleken.

De slibmonsters vertoonden een grote variatie voor alle gemeten parameters. Echter, er kon een duidelijk onderscheid gemaakt worden tussen het slib uit de periode januari-april en het slib in juni en oktober. Alhoewel een effect van de dosering van ijzerchloride vanaf eind mei niet kan worden uitgesloten, is het waarschijnlijk dat dit verschil voornamelijk teruggevoerd kan worden op het stoppen van de lozing van het industriële polymeer op 9 mei, omdat direct daarop de permeabiliteit van de membranen in de praktijkinstallatie significant verbeterde. Dit laatste wordt uitgebreid beschreven in deelstudie *Membranen*. Ook de testen met de FCI lieten duidelijk zien dat de filtreerbaarheid van het slib in de periode na het stoppen van de lozing van het industriële polymeer veel beter was dan voor die tijd. Hierbij moet wel vermeld worden dat de filtreerbaarheid van het (voorbehandelde) afvalwater niet significant verbeterde na afkoppeling van het polymeer. Het lijkt er dan ook op dat het polymeer eerder een indirect dan een direct effect op de filtreerbaarheid had, dat wil zeggen pas nadat het in contact was geweest met het slib. Een andere verklaring kan zijn dat door accumulatie de concentraties polymeer in het slib-water mengsel veel hoger waren dan in het influent.

Tabel 4 geeft een indicatie van de correlaties tussen de filtreerbaarheid van het slib en de resultaten van de fysische en chemische analyses die op dat slib werden uitgevoerd. De sterkste correlaties met de filtreerbaarheid werden gevonden voor:

- bestanddelen in het supernatant groter dan 0,45  $\mu\text{m}$ , oftewel de “colloïdale” fractie;
- meer in het bijzonder de “colloïdale” polysaccharides;
- de hydrofobiciteit in de slibvlokken;
- het organische stof gehalte van het slib.

Het is opmerkelijk dat er wel een sterke correlatie gevonden werd tussen de colloïdale fractie en de filtreerbaarheid van het slib, maar niet tussen de slibconcentratie en de filtreerbaarheid. De literatuur beschrijft zeer wisselende resultaten over het effect van de slibconcentratie (o.a. Itonaga *et al.*, 2004; Meng *et al.*, 2005; Cho *et al.*, 2004; Le-Clech *et al.*, 2003 en Chang en Kim, 2005). In een aantal gevallen wordt wel een duidelijk effect gerapporteerd en in een aantal andere gevallen had de slibconcentratie geen enkel effect. In dit onderzoek lijkt het er zeer sterk op dat het effect van de slibconcentratie minder belangrijk was dan het effect van het “supernatant”. Dit beeld wordt overigens ook bevestigd door ander onderzoek naar de filtreerbaarheid van actiefslib (Bouhabila *et al.* 2001; Rosenberger *et al.*, 2002; Itonaga *et al.*, 2004; Lesjean *et al.*, 2005; Laabs *et al.*, 2004; Fan *et al.*, 2006). Een vergelijking van de filtreerbaarheid van het supernatant met de filtreerbaarheid van de “opgeloste” fractie van dat

supernatant (kleiner dan 0,45  $\mu\text{m}$ ) bleek dat de “colloïdale” fractie (groter dan 0,45  $\mu\text{m}$ ) de belangrijkste bijdrage leverde aan de weerstand. Een vergelijking tussen de filtreerbaarheid van het supernatant en de filtreerbaarheid van het afvalwater suggereerde bovendien dat deze membraan vervuilende colloïdale fractie niet uit het afvalwater afkomstig was maar door het slib werd geproduceerd.

TABEL 4

SAMENVATTING VAN DE BELANGRIJKSTE WAARNEMINGEN

fysische en chemische parameter	correlatie met filtreerbaarheid
slibconcentratie	geen
fractie organische stof	sterk negatief
concentraties supernatant	
CZV > 0,45 $\mu\text{m}$	sterk negatief
CZV < 0,45 $\mu\text{m}$	geen
polysaccharides > 0,45 $\mu\text{m}$	sterk negatief
polysaccharides < 0,45 $\mu\text{m}$	geen
eiwitten > 0,45 $\mu\text{m}$	geen
eiwitten < 0,45 $\mu\text{m}$	geen
gebonden exopolymeren	
CZV	negatief
polysaccharides	negatief
eiwitten	negatief
deeltjesgrootte	hangt af van compactheid vlokken
hydrofobiciteit	sterk positief
viscositeit	onduidelijk

Uit een nadere karakterisering van het supernatant bleek dat vooral hogere concentraties “colloïdale” polysaccharides gepaard gingen met een slechtere filtreerbaarheid van het slib. Zeer recent werd in ander onderzoek ook een dergelijk verband gevonden (Lesjean *et al.*, 2005; Rosenberger *et al.*, 2006). Voor het slib uit de MBR-installatie in Varsseveld werd ook vastgesteld dat er sprake was van een redelijke constante verhouding tussen de concentratie aan het slib gebonden polysaccharides en de concentratie colloïdale polysaccharides en dat beide concentraties in de periode na afkoppeling van het industriële polymeer aanzienlijk lager waren dan in de periode daarvoor. Waarom dit laatste het geval was blijft onduidelijk. Mogelijk werd het industriële polymeer opgenomen in het slib en zorgde het daar voor een lossere binding van de polysaccharides in de slibvlokken. Hierbij moet vermeld worden dat een analyse van het polysaccharidegehalte van het polymeer liet zien dat dit zelf niet bijdroeg aan de gemeten concentratie polysaccharides. Onbekend is of tijdens het zuiveringsproces het polymeer (gedeeltelijk) werd omgezet in monomeren en of die monomeren wél als polysaccharides worden gemeten.

Uit het bovenstaande volgt dat, geredeneerd vanuit het biologische proces, maatregelen om de membraanvervuiling in MBR-systemen te reduceren zich er vooral op zouden moeten richten het gehalte aan colloïdale bestanddelen in het slibmengsel zo laag mogelijk te houden. Hierbij speelt het samenspel tussen flocculatie en deflocculatie van de slibvlokken een belangrijke rol. Immers, samen met de (bindings)sterkte in de slibvlokken bepaalt het evenwicht tussen deze twee processen de concentratie aan colloïdale bestanddelen. Alhoewel de literatuur op dit gebied schaars is, is bekend dat instelbare parameters waarmee deze processen beïnvloed kunnen worden de mengintensiteit en het zuurstofgehalte zijn. Een lagere



mengintensiteit en een hoger zuurstofgehalte hebben over het algemeen een positief effect op de vlokvorming en verlagen de concentratie aan colloïdale bestanddelen. Ook factoren als anaërobe en anoxische contacttijden en de aanwezigheid van  $\text{Fe}^{3+}$  zijn van belang (o.a. Wilén en Balmer, 1999; Wilén *et al.*, 2003; Wilén *et al.*, 2004; Jin *et al.*, 2004). Daarnaast zijn er wellicht mogelijkheden om het gehalte colloïdale bestanddelen laag te houden door middel van het doseren van (lage concentraties) van specifieke additieven (Yoon *et al.*, 2005).

Dat de bindingssterkte in de slibvlokken belangrijk is bleek ook uit de sterk positieve correlatie die werd gevonden tussen de hydrofobiciteit in de slibvlokken en de filtreerbaarheid van het slib. Een hogere hydrofobiciteit komt overeen met een sterkere binding en maakt de vlokken minder gevoelig voor defragmentatie en deflocculatie (o.a. Mikkelsen en Keiding, 2001, 2002a, 2002b). Ook hier speelt vermoedelijk de concentratie aan extracellulaire polysaccharides in het slib een belangrijke rol omdat deze door hun hydrofiële karakter zorgen voor een lagere hydrofobiciteit. In de periode na het afkoppelen van het industriële polymeer was de hydrofobiciteit van het slib erg hoog en dit ging gepaard met een goede filtreerbaarheid van het slib. Uit metingen van de deeltjesgrootte en uit visuele inspectie bleek bovendien dat deze slibvlokken relatief compact waren ten opzichte van de slibvlokken in de periode dat nog wel polymeer werd geloosd. Dit betekent overigens dat in tegenstelling tot wat over het algemeen wordt aangenomen de deeltjesgrootte van ondergeschikt belang is bij de filtreerbaarheid.

Er werd een sterk negatieve correlatie gevonden tussen het gehalte organische stof en de filtreerbaarheid van het slib. Naar alle waarschijnlijkheid werd het lagere gehalte organische stof van het slib veroorzaakt door een “verdunning” met fosfaatneerslagen die optraden door de ijzerchloride dosering vanaf eind mei. Alhoewel het effect van het afkoppelen van het industriële polymeer vermoedelijk belangrijker was, kan niet worden uitgesloten dat het ijzerchloride indirect ook een positief effect had op de filtreerbaarheid van het slib. Immers, het is bekend dat  $\text{Fe}^{3+}$  een veel sterkere brugvorming tussen de polymeren in het slib geeft dan  $\text{Ca}^{2+}$  dat normaal gesproken het belangrijkste kation is dat voor brugvorming in de slibvlokken zorgt (Nielsen en Keiding, 1998). Merk op dat dit een aspect is dat meegewogen zou moeten worden bij de keuze tussen biologische en chemische defosfatering in MBR-systemen.

Tenslotte, de lozing van het industriële polymeer maakte de situatie in de MBR Varsseveld uniek. Onder “normale” condities, kunnen wellicht gemiddeld veel lagere concentraties colloïdale bestanddelen verwacht worden. Het is dan ook de vraag of de correlaties die in dit onderzoek zijn gevonden dan ook nog gelden. Hetzelfde geldt voor het doseren van ijzerchloride wat een nog grotendeels onbekend effect heeft op de filtreerbaarheid van het slib. Dit kan een belangrijk gegeven zijn, bijvoorbeeld voor de keuze tussen biologische of chemische defosfatering.

## 7.2 CONCLUSIES

Gedurende de periode januari tot en met oktober 2005 werd de filtreerbaarheid van slibmonsters en fracties van die slibmonsters uit de full-scale MBR installatie in Varsseveld bepaald. Tevens werden diverse fysische en chemische parameters van die slibmonsters gemeten. Uit de resultaten konden de volgende conclusies getrokken worden:

- De bestanddelen in het “vrije” water of “supernatant”, en meer specifiek de bestanddelen in dat supernatant die groter waren dan 0,45  $\mu\text{m}$  (de “colloïdale” fractie) leverden de belangrijkste bijdrage aan de filtratieweerstand van het slib.
- Deze bestanddelen werden naar alle waarschijnlijkheid niet met het afvalwater aangevoerd maar tijdens het biologische zuiveringsproces geproduceerd.
- Er bestond een sterk negatieve correlatie tussen de concentratie “colloïdale” polysaccharides in het vrije water en de filtreerbaarheid van het slib.
- Er bestond een sterk positieve correlatie tussen de hydrofobiciteit in de slibvlokken en de filtreerbaarheid van het slib wat betekent dat de sterkte van de slibvlokken van groot belang is voor de filtreerbaarheid van dat slib.
- Na afkoppeling van het industriële polymeer verbeterde de filtreerbaarheid van het slib zeer sterk.
- De filtreerbaarheid van het slib verbeterde ook nadat begonnen was met het doseren van ijzerchloride om de fosfaatverwijdering te verbeteren.

## 8

## AANBEVELINGEN

**8.1 ONDERZOEK FILTREERBAARHEID SLIB IN RELATIE TOT SLIBEIGENSCHAPPEN EN PROCESOMSTANDIGHEDEN**

Dit onderzoek heeft laten zien dat de slibeigenschappen en -kwaliteit van cruciaal belang zijn voor de filtreerbaarheid van het slib, en meer in het bijzonder geldt dat voor de concentratie colloïdale bestanddelen in het slib. Het verdient dan ook aanbeveling om toekomstig onderzoek om membraanvervuiling in MBR systemen te richten op methoden waarmee de concentratie colloïdale bestanddelen zo laag mogelijk wordt gehouden. Het is bekend dat de mengintensiteit, de zuurstofconcentratie en de afwisselende blootstelling aan aërobe, denitrificerende en anaërobe condities en mogelijk de aanwezigheid van  $Fe^{3+}$  een rol spelen bij het flocculatie-deflocculatie gedrag van slib, en daarmee op de concentratie colloïdale bestanddelen. Deze factoren zouden dan ook het uitgangspunt moeten vormen voor verder onderzoek.

De correlaties die werden gevonden tussen de filtreerbaarheid van het slib en de fysische en chemische eigenschappen van dat slib werden in belangrijke mate bepaald door de lozing van het industriële polymeer. Het is onduidelijk of onder “normale” condities veel lagere concentraties colloïdale bestanddelen verwacht mogen worden en of de correlaties die in dit onderzoek zijn gevonden dan ook nog relevant zijn. Hetzelfde geldt voor het doseren van ijzerchloride wat een nog grotendeels onbekend effect heeft op de filtreerbaarheid van het slib. Dit kan een belangrijk gegeven zijn, bijvoorbeeld voor de keuze tussen biologische of chemische defosfatering.

**8.2 NIEUWE BEOORDELINGSMETHODIEK MBR SLIB**

De beoordelingsmethodiek van Eikelboom is beperkt bruikbaar gebleken, met name in relatie tot de filtreerbaarheid van slib. Hoewel de structuur en grootte van de slibvlok mede van invloed zijn, bepalen ook andere slibeigenschappen zoals o.a. de hydrofobiciteit en de aanwezigheid van colloïdale deeltjes de filtreerbaarheid van het slib. Dit betekent dat voor slib uit MBR-installaties er een nieuwe beoordelingsmethodiek ontwikkeld zou moeten worden. Bij de beoordeling van MBR-slib zullen nieuwe criteria toegevoegd moeten worden aan de bestaande methodiek. De keuze van de criteria en de wijze waarop deze gewogen zullen moeten worden hangt nauw samen met toekomstig onderzoek zoals gesuggereerd in de voorgaande aanbeveling. Ten aanzien van de nieuwe methodiek verdient het verder aanbeveling deze te toetsen in een breder kader waarbij slibben uit verschillende MBR's meerdere malen worden beoordeeld.

**8.3 ONDERZOEK OORZAKEN DRIJFLAAGVORMING**

Gedurende de onderzoeksperiode werd driemaal een forse drijfslag gevormd. Deze drijfslagen leidden tot operationele problemen, onder andere doordat drijvende analysers niet goed meer functioneren waardoor o.a. de beluchting ontregeld raakt.

Op de dagen dat drijfslaagvorming optrad is de exacte oorzaak hiervan niet opgehelderd. Uit aanvullend laboratoriumonderzoek is gebleken dat flotatie van slib in de MBR Varsseveld wordt veroorzaakt door de eigenschappen van het slib (o.a. vlokstructuur). De hoge drogestof-concentratie draagt mogelijk aan bij de vorming van een drijfslaag. De samenstelling van het influent speelt een ondergeschikte rol. Hierbij dient echter te worden opgemerkt dat het hier een momentopname betreft. Experimenten zijn uitgevoerd op een willekeurige dag met een gegeven slib en afvalwatersamenstelling. Het verdient daarom aanbeveling om de uitgevoerde flotatietests periodiek te herhalen voor de situatie Varsseveld maar ook voor andere MBR installaties. Meer inzicht in potentiële factoren zoals de eigenschappen van het slib (o.a. slibstructuur en hydrofobiciteit), afvalwatersamenstelling (aanvoer van hydrofobe componenten) en de rol van de beluchtingintensiteit is wenselijk.

## 9

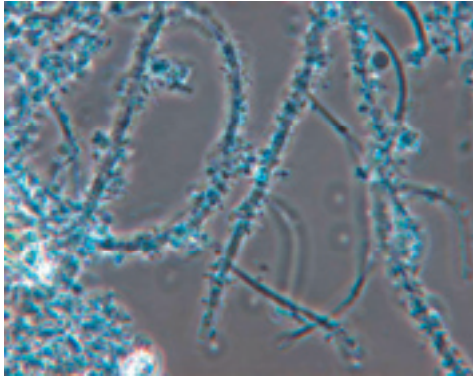
## REFERENTIES

- Biggs, C. A. and P. A. Lant (2001). "Activated sludge flocculation: direct determination of the effect of calcium ions." *Water Science & Technology* 43(11): 75-80.
- Bouhabila, E.H., Aïm, R.B., Buisson, H. (2001), *Fouling characterisation in membrane bioreactors, Separation and Purification Technology*, Vol. 22-23, pp. 123-132.
- Bradford, M.M. (1976). "A rapid and sensitive method for the quantification of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding" *Analytical Biochemistry* 72: 248-254.
- Chang, I.S., Le-Clech, P., Jefferson, B., Judd, S. (2002). "Membrane fouling in membrane bioreactors for wastewater treatment. *Journal of Environmental Engineering* 128(11): 1018-1029.
- Chang, I.-S. and S.-N. Kim (2005). "Wastewater treatment using membrane filtration-effect of bio-solids concentration on cake resistance." 40(3-4): 1307.
- Cho, J. W., K. H. Ahn, et al. (2004). "Investigation of biological and fouling characteristics of submerged membrane bioreactor process for wastewater treatment by model sensitivity analysis." *Water Science and Technology* 49(2): 245-254.
- Cicek, N., M. T. Suidan, et al. (2003). "Impact of soluble organic compounds on permeate flux in an aerobic membrane bioreactor." *Environmental Technology* 24: 249-256.
- Dubois, M., Gilles, K.A., Hamilton, J.K., Rebers, P.A., Smith, F. (1956). "Colourimetric method for determination of sugars and related substances" *Analytical Chemistry* 28: 350-356.
- Eikelboom D.H. (1999), 'Procesbewaking door microscopisch slibonderzoek', TNO-rapport R 99/057, TNO-MEP, Apeldoorn.
- Fan, F., H. Zhou, et al. (2006). "Identification of wastewater sludge characteristics to predict critical flux for membrane bioreactor processes." *Water Research* 40(2): 205-212.
- Frølund, B., Palmgren, R., Keiding, K., Nielsen, P.H. (1996). "Extraction of extracellular polymers from activated sludge using a cation exchange resin." *Water Research* 30(8): 1749-1758.
- Guellil, A., Block, J.C., Urbain, V. (1998). "Adaptation of the microbial adhesion to hydrocarbon test (math) for measuring activated sludge hydrophobicity." *Water Science & Technology* 37(4-5): 359-362.
- Itonaga, T., K. Kimura, et al. (2004). "Influence of suspension viscosity and colloidal particles on permeability of membrane used in membrane bioreactor (MBR)." *Water Science & Technology* 50(12): 301-309.
- Jin, B., B.-M. Wilen, et al. (2004). "Impacts of morphological, physical and chemical properties of sludge flocs on dewaterability of activated sludge." *Chemical Engineering Journal* 98(1-2): 115-126.

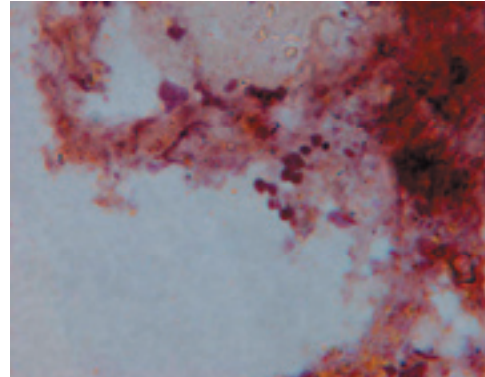
- Keiding, K. and P. H. Nielsen (1997). "Desorption of organic macromolecules from activated sludge: effect of ionic composition." *Water Research* 31(7): 1665-1672.
- Laabs, C., G. Amy, et al. (2004). "Organic colloids and their influence on low-pressure membrane filtration." *Water Science & Technology* 50(12): 311-316.
- Le-Clech, P., B. Jefferson, et al. (2003). "Impact of aeration, solids concentration and membrane characteristics on the hydraulic performance of a membrane bioreactor." *Journal of Membrane Science* 218 (1-2): 117-129.
- Lesjean, B., S. Rosenberger, et al. (2005). "Correlation between membrane fouling and soluble/colloidal organic substances in membrane bioreactors for municipal wastewater treatment." *Water Science & Technology* 51(6-7): 1-8.
- Meng, F., H. Zhang, et al. (2005). "Application of fractal permeation model to investigate membrane fouling in membrane bioreactor." *Journal of Membrane Science* 262(1-2): 107.
- Mikkelsen, L. H. and P. H. Nielsen (2001). "Quantification of the bond energy of bacteria attached to activated sludge floc surfaces." *Wat. Sci. Tech.*, Vol. 43, No. 6, pp. 67-75.
- Mikkelsen, L. H. and K. Keiding (2002a). "The shear sensitivity of activated sludge: an evaluation of the possibility for a standardised floc strength test." *Wat. Res.*, Vol. 36, pp. 2931-2940.
- Mikkelsen, L. H. and K. Keiding (2002b). "Physico-chemical characteristics of full scale sewage sludges with implications to dewatering." *Wat. Res.*, Vol. 36, No. 10, pp. 2451-2462.
- Nielsen, P. H. and K. Keiding (1998). "Disintegration of activated sludge flocs in presence of sulfide." *Wat. res.*, Vol. 32, No. 2, pp. 313-320.
- Rosenberger, S. and M. Kraume (2002). "Filterability of activated sludge in membrane bioreactors." *Desalination* 146: 373-379.
- Rosenberger, S., U. Krüger, et al. (2002). "Performance of a bioreactor with submerged membranes for aerobic treatment of municipal wastewater." *Water Research* 36(2): 413-420.
- Rosenberger, S., C. Laabs, et al. "Impact of colloidal and soluble organic material on membrane performance in membrane bioreactors for municipal wastewater treatment." *Water Research In Press*, Corrected Proof.
- Sobeck, D. C. and M. J. Higgins (2002). "Examination of three theories for mechanisms of cation-induced bioflocculation." *Water Research* 36(3): 527.
- Urbain, V., J. C. Block, et al. (1993). "Bioflocculation In Activated-Sludge - An Analytic Approach." *Water Research* 27(5): 829-838.
- Wilen, B.-M., B. Jin, et al. (2003). "The influence of key chemical constituents in activated sludge on surface and flocculating properties." *Water Research* 37(9): 2127-2139.
- Wilen, B. M. and P. Balmer (1999). "The effect of dissolved oxygen concentration on the structure, size and size distribution of activated sludge flocs." *Water Research* 33(2): 391-400.
- Wilen, B. M., K. Keiding, et al. (2004). "Flocculation of activated sludge flocs by stimulation of the aerobic biological activity." *Water Research* 38(18): 3909-3919.
- Yoon, S. H., J. H. Collins, et al. (2005). "Effects of flux enhancing polymer on the characteristics of sludge in membrane bioreactor process." *Water Science & Technology* 51(6-7): 151-157.

BIJLAGE 1

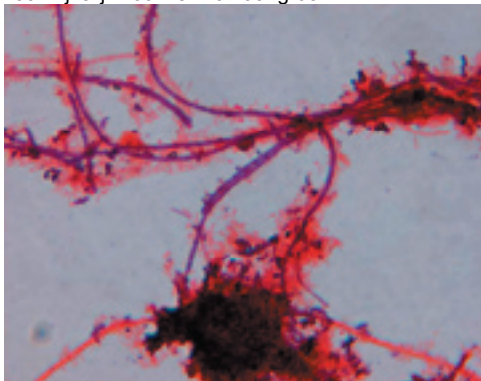
# RESULTATEN SLIBKWALITEIT



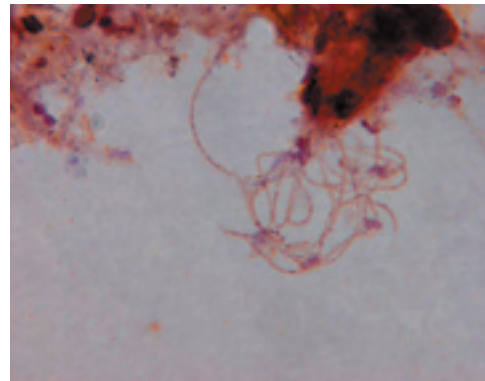
05-01-10 Type 0041 1000x: De dominante draadvormer (Type 0041) bij 1000x fasecontrast. Draad is ~1 µm waarin duidelijk septa (dwarswanden) onderscheiden worden. De draad is vaak rijkelijk voorzien van aangroei.



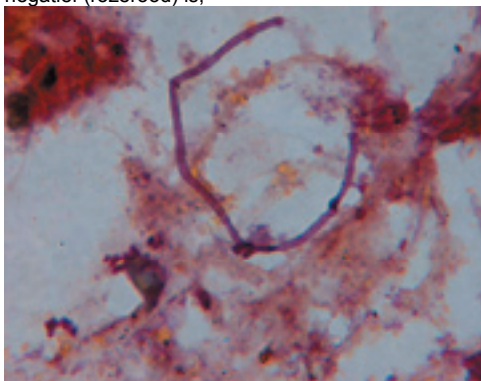
05-01-10 bioP 1000x: Bio-P-kolonies na de Neisserkleuring. Twee verschillende 'soorten': in het midden kleine, heel donkere kolonies, linksboven wat grotere, lichtere clusters.



05-01-10 Type 0041 Gram 1000x: Type 0041 na de Gram-keuring. De draad is duidelijk Gram-positief (paarsblauw), terwijl de aangroei meestal Gram-negatief (rozerood) is;



05-01-10 M.parvicella Neisser1 1000x: *Microthrix parvicella*, een beruchte drijfslagvormer, na de Neisser-keuring. Deze draad komt maar weinig voor in het slib.

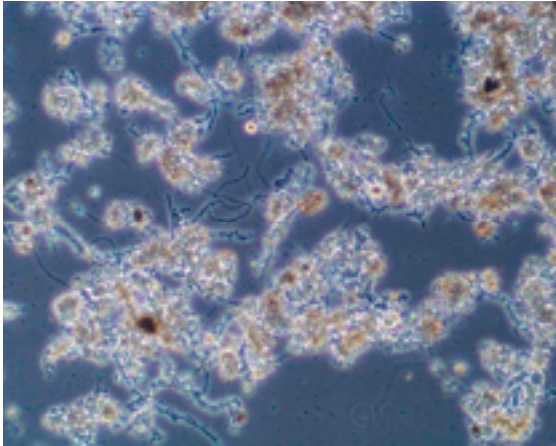


05-01-10 N.limicolaIII Neisser 1000x: een in dit slib weinig voorkomende draad genaamd *Nostocoida limicola III* die na Neisser mooi egaal paars kleurt (Neisser-positief);

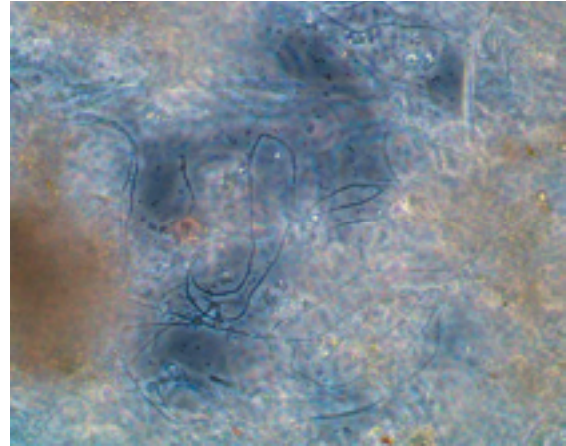
BIJLAGE 2

# RESULTATEN DRIJFLAAGONDERZOEK

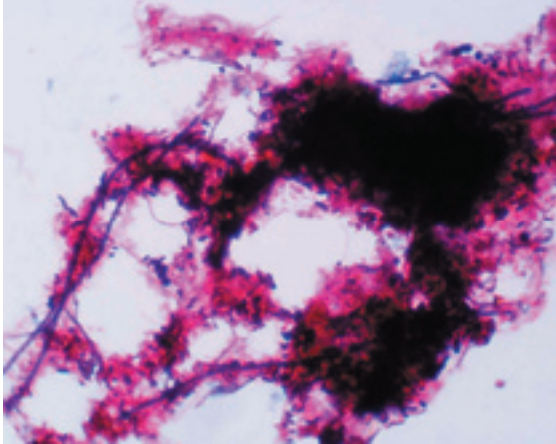
AFBEELDING 1 FOTO'S SLIB DRIJFLAAG 22 FEBRUARI 2005 *IN-SITU* ONDERZOEK



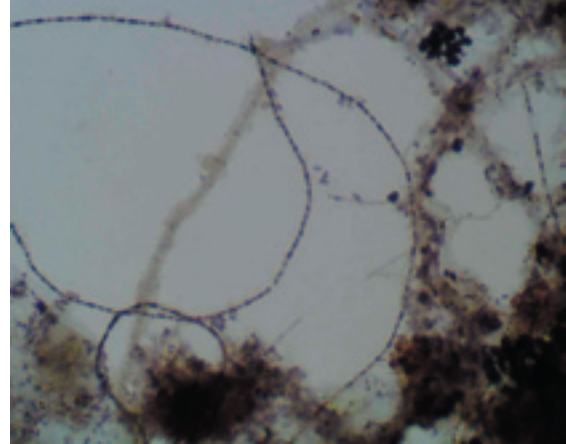
(100x) Overzichtsfoto drijfslaag.



(400x) Detailopname van *M.parvicella* draden in de drijfslaag.



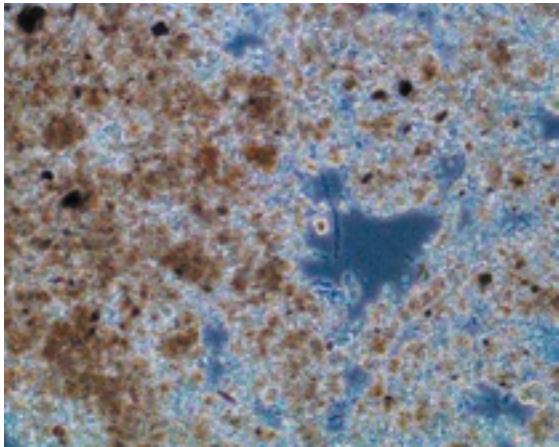
(1000x) Gram kleuring van het drijfslaagmonster. De *M.parvicella* draden lichten paars (Gram positief) op.



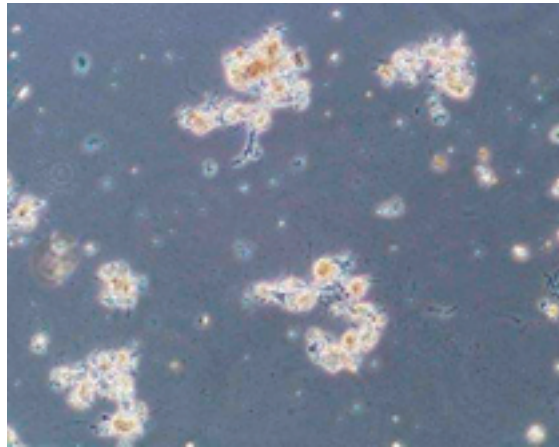
(1000x) Neisserkleuring. In de *M.parvicella* draden bevindt zich polyfosfaat in granulevorm. Deze kleuring is uitgevoerd ter bevestiging van de determinatie van *M.parvicella*



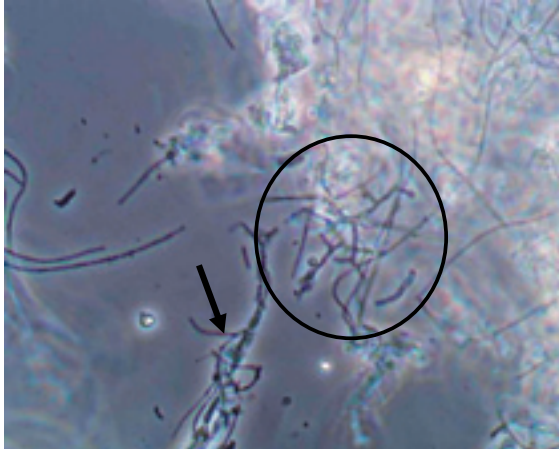
AFBEELDING 2 FOTO'S SLIB DRIJFLAAG 21 OKTOBER 2005 IN-SITU ONDERZOEK



(100x) Overzichtsfoto drijfslaag (2 x verdund).



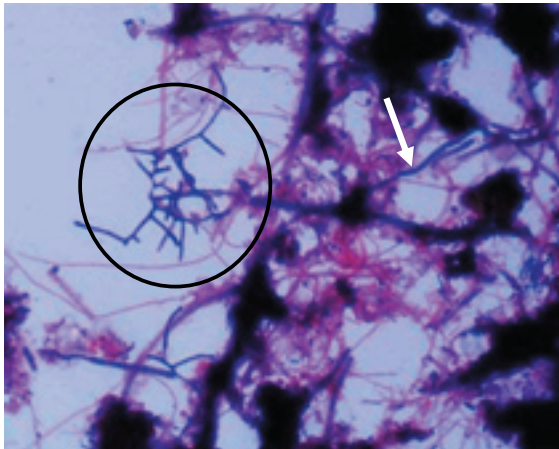
(100x) Overzichtsfoto waterfase



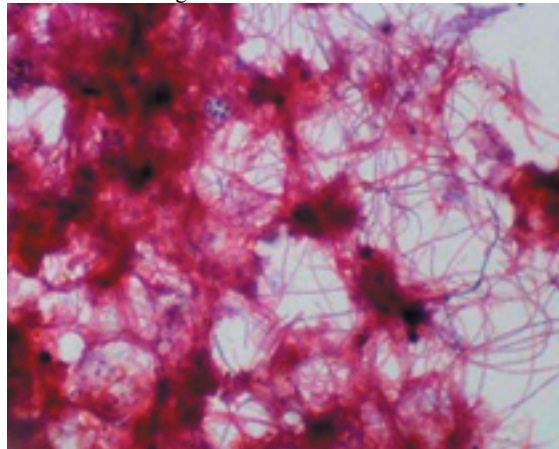
(1000x) Detailopname van *Actinomyceten/Nocardia*formen (cirkel) en Type 0581 (pijl) in de drijfslaag.



(1000x) Neiserkleuring, Type 0092 (pijl) en niet gekleurde type 0581 draden (cirkel). Weinig polyfosfaat in granulevorm in de vlok aanwezig.



(1000x) Gram kleuring. De *M. parvicella* (witte pijl) en *Actinomyceten/Nocardia*formen draden lichten paars (Gram positief) op (cirkel).

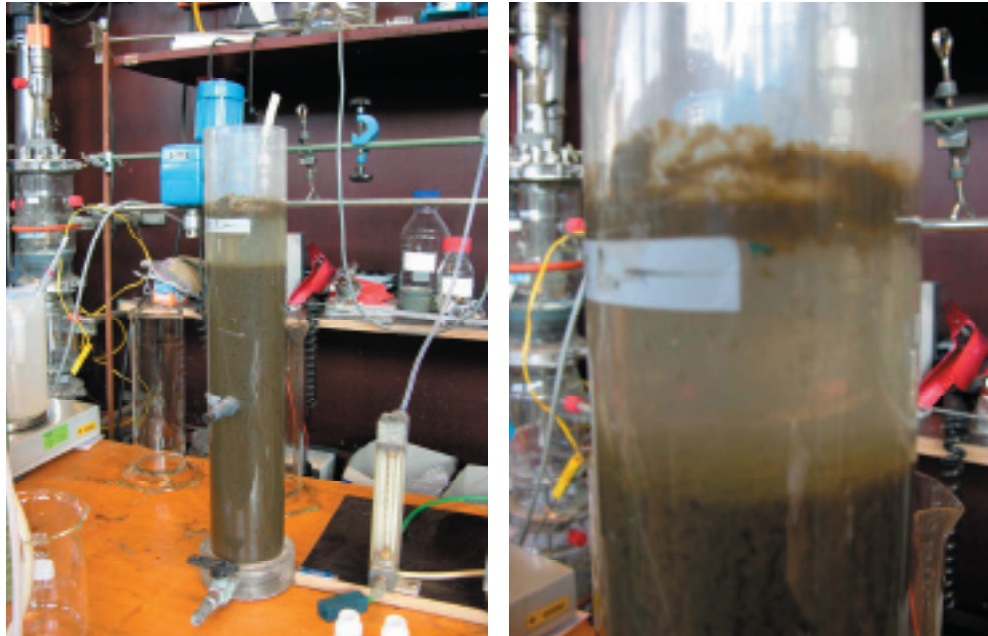


(1000x) PHB-kleuring. *M. parvicella* draden bevatten PHB (paarsblauwe draden), type 0581 draden bevatten geen PHB.

### RESULTATEN LABORATORIUMONDERZOEK: TOETSING HYPOTHESE DRIJFLAAGVORMING

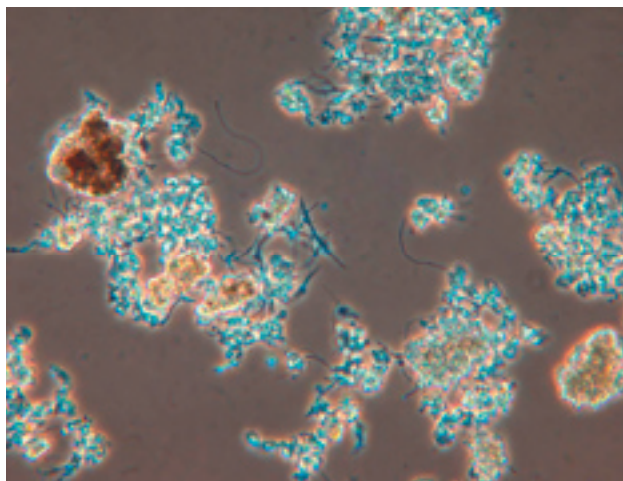
Afbeelding 3 geeft de dikte van de drijfslaag weer na afloop van de eerste bezinkstap van experiment 2 (Scum Index 4%).

AFBEELDING 3 DRIJFLAAG NA DE EERSTE BEZINKINGSSTAP VAN EXPERIMENT 2



Afbeelding 4 toont het microscopische beeld

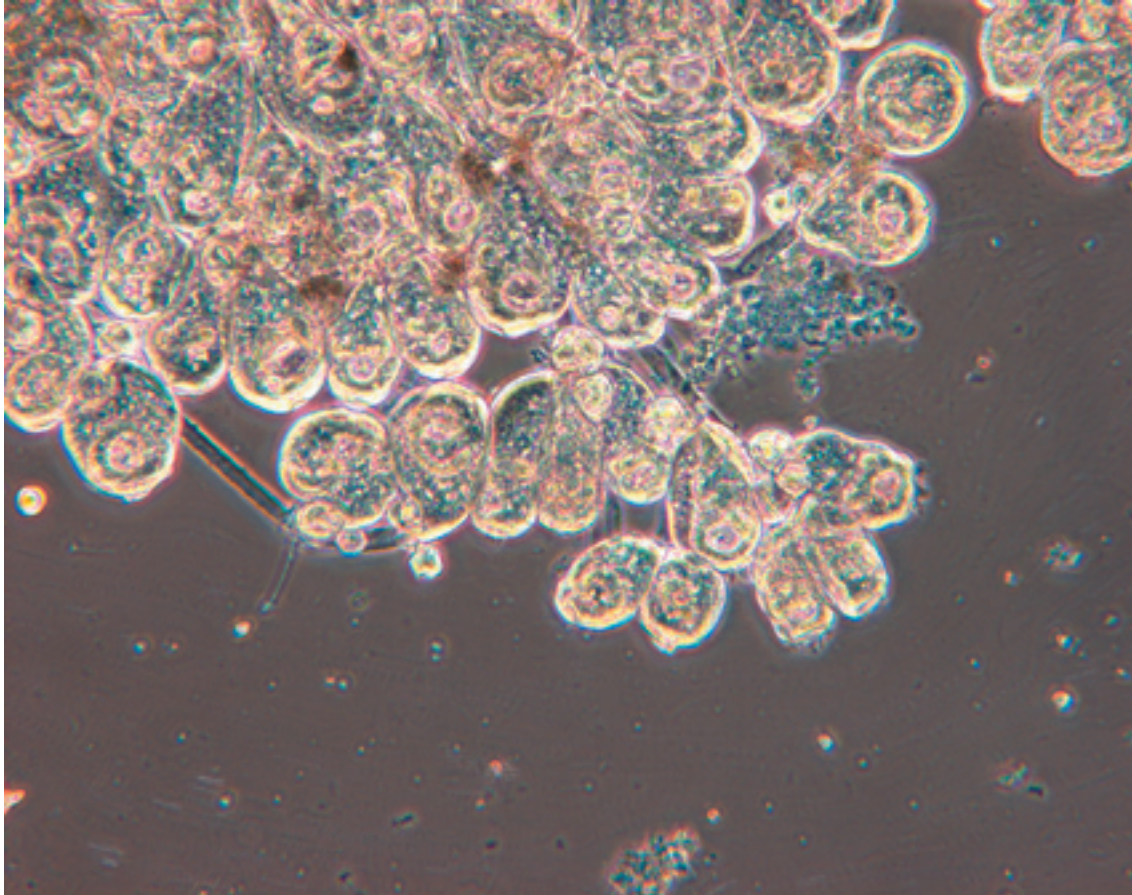
AFBEELDING 4 MICROSCOPISCH BEELD VAN HET SLIB UIT DE RWZI VARSSEVELD (VERGROTING  $\pm 160\times$ )



BIJLAGE 3

# RESULTATEN SLIJMVORMING OP MEMBRANEN

AFBEELDING 1 CILIATEN IN DE SLIJMERIGE AFZETTING (+/- 100X)



## BIJLAGE 4

# MATERIAAL EN METHODE ONDERZOEK

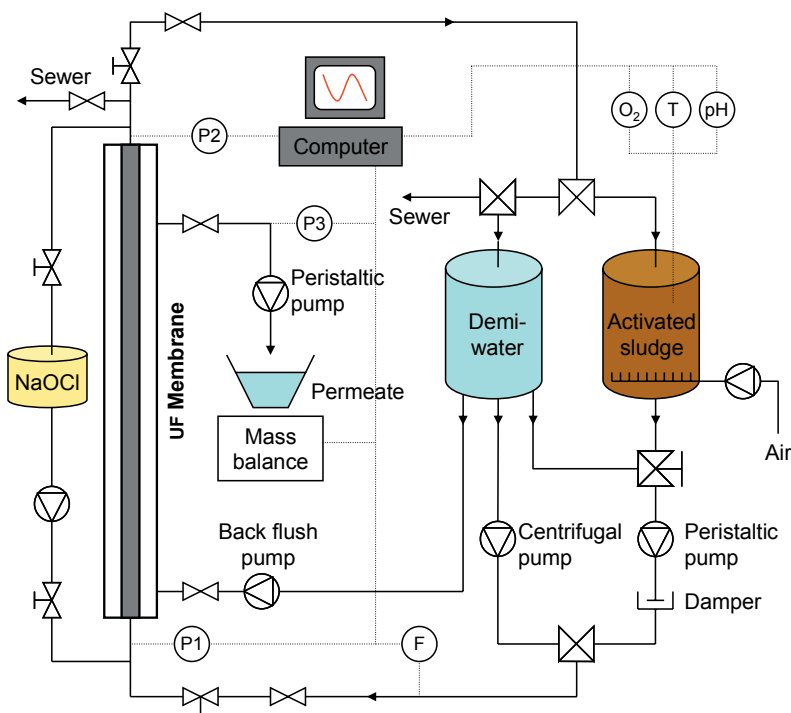
## SLIBEIGENSCHAPPEN

### BEPALING VAN DE FILTREERBAARHEID

Om de filtreerbaarheid van slib- en afvalwatermonsters te onderzoeken werd gebruik gemaakt van een kleinschalige filtratieopstelling, die verder zal worden aangeduid als de "Filtration Characterisation Installation", oftewel FCI (afbeelding 1). Het hart van de FCI bestaat uit een enkelvoudig tubulair "inside-out" membraan van X-Flow (type F 5385) met een diameter van 8 mm, een nominale poriegrootte van  $0,03 \mu\text{m}$  en een oppervlak van  $0,024 \text{ m}^2$ . De nominale poriegrootte van het membraan in de FCI was dus vrijwel identiek aan die van de Zenon ZeeWeed 500 membranen in de full-scale MBR installatie van  $0,04 \mu\text{m}$ .

Het te onderzoeken slib- of afvalwatermonster werd met een peristaltische pomp rondgepompt waarbij de crossflowsnelheid over het membraan naar wens kon worden ingesteld. Met een tweede peristaltische pomp werd een onderdruk aangelegd zodat de gewenste flux aan het membraan kon worden onttrokken. Met drie drukmeters - in het influent, het concentraat en het permeaat - werd de transmembraandruk tijdens het filtratieproces gemeten. Naast de crossflowsnelheid en de flux werden ook de temperatuur, de pH en het zuurstofgehalte van de slib- of afvalwatermonsters continu gemeten.

AFBEELDING 1 SCHEMATISCHE WEEGAVE VAN DE FCI.



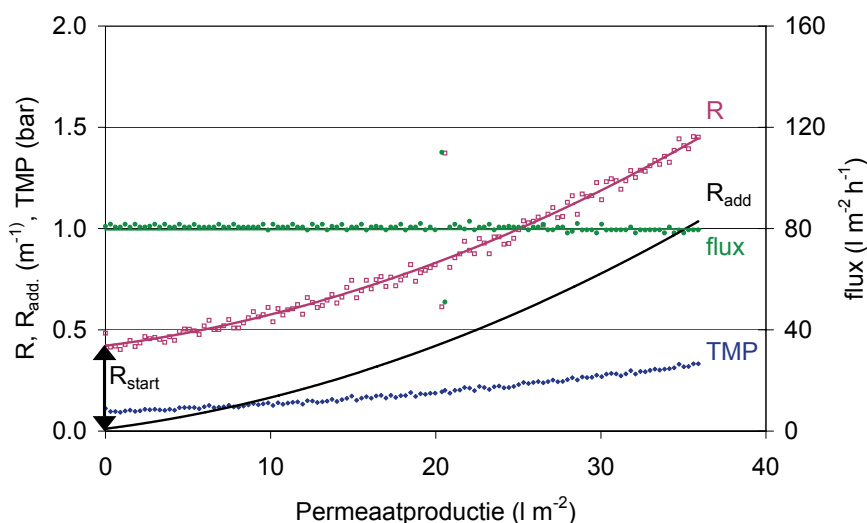
Uit de transmembraandruk en de gemeten flux werd met behulp van de wet van Darcy de filtratieweerstand berekend volgens:

$$R = \frac{\text{TMP}}{\mu \cdot J}$$

waarin R de filtratieweerstand in  $\text{m}^{-1}$ , TMP de transmembraandruk in Pa,  $\mu$  de viscositeit van het permeaat in Pa·s en J de flux in  $\text{m/s}$ .

Afbeelding 2 geeft een voorbeeld waarin de gemeten flux en TMP en de berekende weerstand zijn uitgezet als functie van de hoeveelheid permeaat die per  $\text{m}^2$  membraanoppervlak werd geproduceerd. Bij het vergelijken van de verschillende slib- en afvalwatermonsters werd de membraan- c.q. startweerstand ( $R_{\text{start}}$ ) buiten beschouwing gelaten, en was de aandacht enkel gericht op de additionele weerstand die door de membraanvervuiling werd veroorzaakt ( $R_{\text{add}}$ ). In principe kon een experiment voortgezet worden totdat de maximaal toelaatbare TMP van 0,7 bar was bereikt.

AFBEELDING 2 VOORBEELD VAN DE RESULTATEN VAN EEN METING MET DE FCI



Het belangrijkste doel van de metingen met de FCI was om de potentiële filtreerbaarheid van verschillende slib- en afvalwatermonsters met elkaar te vergelijken. Hiertoe werd een standaard protocol gebruikt dat uit de volgende drie stappen bestond:

- 1) Bepaling van de schoon water weerstand  
Het belangrijkste doel van deze stap was om te verifiëren of het membraan voldoende schoon was voordat slib of afvalwater werd gefiltreerd. Gedemineraliseerd water werd rondgepompt bij een crossflowsnelheid van 1 m/s en een flux van  $80 \text{ l}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ . De resulterende schoonwaterweerstand moest ongeveer gelijk zijn aan  $0.5 \times 10^{12} \text{ m}^{-1}$ .
- 2) Filtratie van slib of afvalwater.  
Een monster slib of afvalwater van 10 tot 30 l werd overgebracht naar het voorraadvat en in suspensie gehouden door het te roeren en/of te beluchten. De crossflowsnelheid was wederom 1 m/s. Normaal gesproken werd het permeaat onttrokken met een flux van  $60 \text{ l}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ , een waarde die werd gekozen op basis van een aantal oriënterende testen met slib en afvalwater

uit de simulatie-unit in Varsseveld. Echter, voor de monsters uit de membraantank werd ook specifiek het effect van de flux op de vervuilingssnelheid onderzocht en werden ook fluxen toegepast van 30, 40, 80, 100 en 120 l/(m<sup>2</sup>·h).

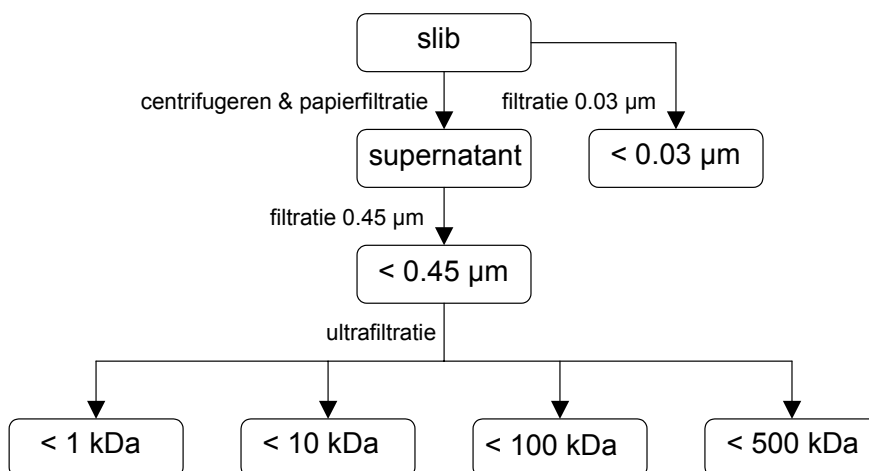
### 3) Reinigen van het membraan

Het membraan werd schoongemaakt met één van de volgende methodes, of een combinatie van deze methodes: (1) een “forward-flush” gedurende 30 seconden met gedemineraliseerd water bij een crossflowsnelheid van 4 m/s, (2) een “back-flush” met gedemineraliseerd water gedurende 30 seconden bij een transmembraandruk van -0,6 bar, (3) een chemische reiniging door het membraan gedurende 20 minuten in een 500 ppm NaOCl oplossing te weken. Na de reiniging werd de schoonwaterflux nogmaals gemeten. Indien nodig werd een aanvullende chemische reiniging uitgevoerd met 1500 ppm NaOCl.

### FRACTIONERING VAN SLIBMONSTERS

Slibmonsters, afkomstig uit de predenitrificatie- en nitrificatiezone en uit de membraantank van de full-scale MBR in Varsseveld werden gefractioneerd volgens het schema van afbeelding 3. Supernatant werd verkregen door het slib eerst 11 minuten bij 3.000 rpm te centrifugeren en daarna met een papierfilter te filtreren (S&S, type ME 25/21 STL). Het filtraat werd vervolgens met een vlakkeplaat membraan met een nominale poriegrootte van 0,45 µm gefiltreerd zodat het permeaat alleen nog de “opgeloste” fractie van het supernatant bevatte. Met 50 ml filtraat werden vervolgens parallele fractioneringen uitgevoerd met geregenereerde cellulose filters (Amicon) die een moleculaire “cut-off” hadden van 500, 100, 10 en 1 kDa. Deze filtratiestappen werden uitgevoerd in een geroerde cel (Amicon, model 8050) bij een druk van 3 bar. Een laatste fractie werd verkregen in de filtratie-experimenten met het 0,03 µm membraan van de FCI.

AFBEELDING 3 FRACTIONERING VAN SLIBMONSTERS



### FYSISCH EN CHEMISCH ANALYSES

#### Exopolymeren

Aan het slib gebonden exopolymeren werden geëxtraheerd volgens een methode die werd beschreven door Frølund *et al.* (1996). Hierbij werd het slib gedurende 15 minuten gecentrifugeerd bij 2.000 G en daarna geresuspendeerd in een fosfaatbuffer met 0,52 g/l NaCl en 0,07 g/l KCl. Per gram slib werd 70 gram van een kationische ionenwisselaar gedoseerd

(Dowex 50×8, 20-50 mesh in de Na<sup>+</sup> vorm). Het mengsel werd bij 4°C gedurende 5 uur geroerd met een snelheid van 900 rpm. Vooraf was in een aantal oriënterende testen met slib uit de simulatie-unit vastgesteld dat na een extractietijd van 5 uur geen gebonden exopolymeren meer vrijkwamen. Het mengsel slib en ionenwisselaar werd gedurende 1 minuut bij 9.000 G gecentrifugeerd. Na filtratie van het supernatant met een 0,45 µm filter werd het gehalte exopolymeren in het filtraat bepaald op basis van CZV, totaal organische koolstoffen (TOC) en de concentraties eiwitten, en polysaccharides.

#### *Eiwitten*

De concentraties eiwitten in fracties van de slibmonsters en in slibextracten werden gemeten met een Bio-Rad analyse kit die gebruik maakte van de methode zoals voorgesteld door Bradford (1976). Als standaard werd gamma globuline gebruikt. In deze methode treedt een kleurreactie op in een zuur milieu.

#### *Polysaccharides*

De concentraties polysaccharides in fracties van de slibmonsters en in extracten van de slibmonsters werden gemeten volgens een methode beschreven door Dubois *et al.* (1956). Hierbij werden de polysaccharides eerst met fenol en zwavelzuur gehydrolyseerd, waarna de monomeren spectrofotometrisch werden gemeten bij een golflengte van 485 nm. Als standaard werd glucose gebruikt.

#### *Hydrofobiciteit*

De hydrofobiciteit van de slibmonsters werd bepaald volgens de zogenaamde MATH (Microbial Absorption To Hydrocarbon) methode die werd beschreven door Rosenberg *et al.* (1980) en later werd gemodificeerd door Guellil *et al.* (1998). Het slib werd eerst ontdaan van het supernatant door het 5 minuten bij 5.000 G te centrifugeren. Het supernatant werd afgegoten en de slibpellet werd geresuspendeerd in eenzelfde hoeveelheid gedemineraliseerd water. Dit mengsel werd vervolgens gedurende 2 minuten bij 50 W ultrasoon behandeld zodat de slibvlokken uit elkaar vielen. Dit laatste was een belangrijke stap omdat zo een idee kon worden verkregen van de hydrofobiciteit binnenin de slibvlokken. Na de ultrasone behandeling werd het slib gedurende 90 minuten bezonken bij 4°C om de resterende grote deeltjes te verwijderen en gedurende 15 minuten bij 5.700 G gecentrifugeerd. De pellet werd wederom in gedemineraliseerd water gesuspendeerd en van de resulterende suspensie werd bij 600 nm de absorptie gemeten ( $A_i$ ). Van de slib suspensie werd 2,5 ml gemengd met 1 ml octaan. Na 2 minuten schudden werd het mengsel gedurende 5 minuten weggezet om zo een scheiding in een water- en een octaanfase te verkrijgen. De absorptie van de waterfase bij 600 nm ( $A_e$ ) werd wederom gemeten. Deze procedure werd vijf maal herhaald. Uit de absorptiegegevens werd vervolgens de zogenaamde geïntegreerde hydrofobiciteit berekend volgens:

$$\text{hydrofobiciteit} = \left[ 1 - \frac{\sum_{n=1}^4 \frac{3}{5} A_e^n + A_e^5}{A_i} \right] \cdot 100\%$$

waarin n staat voor de extractiestap.

*Deeltjesgrootteverdeling*

De deeltjesgrootteverdeling van slib- en afvalwatermonsters werd bepaald met een Coulter Laser model LS 230, voorzien van een Fraunhofer optisch model.

*Viscositeit*

De (schijnbare) viscositeit van de slibmonsters werd gemeten met een Anton Paar rheometer. Deze bestond uit een cilinder die bij verschillende snelheden in de slibmonsters roteert. De viscositeit werd bepaald bij afschuifsnelheden tussen 5 en 200 s<sup>-1</sup>.

*Calcium*

De opgeloste calcium concentratie in 10 maal met een 0,14 M HNO<sub>3</sub> oplossing verdunde supernatant monsters werd bepaald op een ICP (Inductive Coupled Plasma) met Optic Emission Spectrometry (OEC). Calciumconcentraties in het slib werden geëxtraheerd door 10 ml slib te centrifugeren en de slibpellets te behandelen met 10 ml van een oplossing die bestond uit 1 deel geconcentreerde HNO<sub>3</sub> en 3 delen geconcentreerde HCl ("Aqua-Regia"). Het filtraat na papierfiltratie werd vervolgens verdund tot een eindvolume van 100 ml.

*Overige analyses*

CZV, TOC, droge stof en asrest van slib- en afvalwatermonsters werden allemaal volgens standaardmethoden bepaald.