
Octrooiraad



[10] A **Terinzagelegging** [11] **7703332**

Nederland

[19] NL

- [54] **Werkwijze voor het behandelen van een waterige vloeistof met een poedervormig adsorbens.**
- [51] Int.Cl.² B01D15/00, C02C5/02.
- [71] Aanvrager: De Rijkslandbouwhogeschool te Wageningen.
- [74] Gem.: Ir. G.F. van der Beek c.s.
NEDERLANDSCH OCTROOIBUREAU
Joh. de Wittlaan 15
's-Gravenhage.

-
- [21] Aanvraag Nr. 7703332.
- [22] Ingediend 28 maart 1977.
- [32] --
- [33] --
- [31] --
- [23] --
- [61] --
- [62] --

-
- [43] Ter inzage gelegd 2 oktober 1978.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

De Rijkslandbouwhogeschool te Wageningen.

Werkwijze voor het behandelen van een waterige vloeistof met een poedervormig adsorbens.

De onderhavige uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het behandelen van een waterige vloeistof met een poedervormig adsorbens. Hoewel de uitvinding in het volgende zal worden toegelicht aan de hand van een werkwijze, waarbij poedervormige actieve kool als adsorbens wordt gebruikt, kunnen bij de werkwijze volgens de uitvinding ook andere poedervormige adsorbentia, met inbegrip van ionenuitwisselende materialen worden gebruikt, zoals kaolien of poedervormig veen.

5

Eén van de meest bekende adsorbentia is actieve kool. Actieve kool wordt gebruikt voor het verwijderen van allerlei, in het algemeen organische verontreinigingen en vindt onder andere toepassing bij de bereiding van drinkwater en het zuiveren van afvalwater. In het algemeen beoogt men bij de bereiding van drinkwater de verwijdering van onaangename reuk- en smaakstoffen en van biociden en oliën. Actieve kool heeft daarbij tevens een katalytische werking bij de dechlorering, de deozonisering en de verwijdering van mangaan. Bij de behandeling van huishoudelijk afvalwater wordt actieve kool soms gebruikt voor het zogenaamde polijsten van het water, voordat het wordt geloosd. De toepassing van actieve kool is voorts van toenemend belang voor de verwijdering en/of terugwinning van giftige en/of waardevolle bestanddelen uit industrieel afvalwater, bijvoorbeeld voorafgaande aan een biologische zuivering van het afvalwater.

10

15

20

25

Voor de continue behandeling van een waterige vloeistof met kool is het voordelig de vloeistof door een

vast bed van korrelkool te leiden. Deze methode wordt dan
 ook meer en meer voor de drinkwaterbereiding toegepast. De
 toepassing van poederkool verdient echter de voorkeur, om-
 dat poederkool goedkoper is en het, ten gevolge van het
 grotere specifieke oppervlak, sneller adsorbeert. Poeder- 5
 kool kan echter niet in een opwaarts doorstroomde kolom
 worden gebruikt, omdat de fijne kooldeeltjes ten gevolge
 van de lage bezinksnelheid (reeds bij zeer lage doorvoer-
 snelheden met de vloeistof worden meegevoerd. Een in neer-
 waartse richting doorstroomd filterbed van poederkool heeft 10
 het nadeel van een te geringe doorlaatbaarheid. Bovendien
 verstopt een dergelijk filterbed gemakkelijk. Daarom
 wordt bij de behandeling van waterige vloeistoffen met poe-
 derkool dikwijls gebruik gemaakt van een twee- of zelfs
 méér-trapstegenstroomproces, waarbij de binnenkomende 15
 vloeistof in de eerste tank in aanraking wordt gebracht
 met poederkool die is afgescheiden uit de vloeistof afkom-
 stig uit de tweede tank en de uit de eerste tank stromende
 vloeistof na afscheiding van de kool naar de tweede behan-
 delingszone wordt gevoerd, waaraan dan verse kool of kool 20
 uit de derde tank wordt toegevoegd. In ieder geval wordt in
 de laatste tank de verse kool toegevoerd en het behandel-
 de water daaruit afgevoerd.

Een dergelijke werkwijze is beschreven in
 Journal Water Pollution Control Federation 38 (1966), blz. 25
 442 - 450. Het afscheiden van de poederkool uit de behan-
 delde vloeistof geschiedt volgens dit artikel in bezink-
 tanks, waarbij de bezinkingssnelheid wordt vergroot door
 toevoeging van een vlokmiddel op basis van polyacrylamide.

In hetzelfde artikel is ook vermeld, dat ge- 30
 poogd is de behandeling van de vloeistof met de poederkool
 te doen plaatsvinden in een opwaarts doorstroomde kolom,
 waarbij de poederkool met behulp van een vlokmiddel in ge-
 vlokte toestand is gebracht. Vermeld is, dat deze manier
 van werken is verlaten, omdat het koolbed niet gestabili- 35
 seerd kon worden en er ernstige kanaalvorming optrad.

Gevonden werd nu, dat het behandelen van een waterige vloeistof met een poedervormig adsorbens in een in opwaartse richting doorstroomde behandelingszone wel mogelijk is, wanneer men in het onderste gedeelte van de behandelingszone in omtreksrichting roert.

De uitvinding heeft daarom betrekking op een werkwijze voor het behandelen van een waterige vloeistof met een poedervormig adsorbens, waarbij de vloeistof in opwaartse richting door een behandelingszone wordt geleid, waarin de vloeistof in aanraking wordt gebracht met het door middel van een vlokmiddel in gevlokte toestand gebrachte adsorbens, met het kenmerk, dat men in het onderste gedeelte van de behandelingszone in omtreksrichting roert. 10

Gebleken is dat hiermee een zekere mate van uniformiteit ten aanzien van de grootte van de koolvlokjes wordt verkregen, terwijl voorts wordt bereikt dat vrijwel alle aanwezige kool in voldoende mate aan het adsorptieproces deelneemt en dat nadelige effecten van kanaalvorming in sterke mate worden tegengegaan. Tevens is het mogelijk door regeling van de roerintensiteit en/of frequentie de hoogte van het actieve koolbed in te stellen op een bepaalde waarde. 20

Het blijkt mogelijk te ^{zodanig} zijn/te roeren, dat kanaalvorming effectief wordt voorkomen, zonder dat de stabiliteit van de koolvlokken daaronder lijdt. Men kan continu of intermitterend roeren. Het roeren dient bij voorkeur zodanig te geschieden, dat een verticale beweging van de koolvlokken zo veel mogelijk wordt voorkomen, opdat in het koolvlokkenbed een naar boven afnemende beladingsgraadient van de kool kan ontstaan. De roersnelheid en/of roerfrequentie/^{kan} worden ingesteld en/of geregeld op basis van de gewenste bedhoogte. 25 30

De behandelingszone is bij voorkeur een verticaal opgestelde kolom, waarin de te behandelen vloeistof aan de onderzijde wordt toegevoerd, terwijl aan de bovenzijde van de kolom de met het poedervormige adsorbens be- 35

handelde vloeistof wordt afgevoerd via een overstortrand.

Bij het toebereiden van de suspensie van gevlokte adsorbensdeeltjes brengt men bij voorkeur eerst een suspensie van het poedervormige adsorbens in water of de te behandelen waterige vloeistof in de kolom. Eenmaal in de kolom gebracht wordt de suspensie geroerd, waarna onder voortdurend roeren een vlokmiddel wordt toegevoegd. Na de toevoeging van het vlokmiddel wordt nog minimaal gedurende 10 minuten nageroerd.

Als vlokmiddelen kunnen de bekende in de handel zijnde vlokmiddelen op basis van polyacrylamide worden gebruikt, zoals de polyacrylamidederivaten, die onder de warenmerken Magnafloc (Allied Colloids Manufacturing Company Ltd.), Hercofloc (Hercules International Trade Corporation), Superfloc (Cyanamide International Company), Purifloc (Dow Chemical Company) in de handel zijn.

De hoeveelheid vlokmiddel, die noodzakelijk is om een goede uitvlokkings van het poedervormige adsorbens te bewerkstelligen, kan gemakkelijk proefondervindelijk worden bepaald. Van de vlokmiddelen op basis van polyacrylamide is ongeveer 0,1 - 0,5 g per kg kool noodzakelijk voor het verkrijgen van goede vlokken.

Nadat op deze wijze in de kolom een bed van gevlokte adsorbensdeeltjes is gevormd, kan begonnen worden met het toevoeren van de te behandelen vloeistof aan de onderzijde van de kolom. Zoals reeds hiervoor is opgemerkt, is de hoogte van het vlokkenbed afhankelijk van de roersnelheid en roerfrequentie. Daarnaast bepaalt de snelheid, waarmee de te behandelen vloeistof door het bed wordt gevoerd, de bedhoogte.

De toe te passen adsorber bestaat uit een opwaarts doorstroomde tank, welke onderin is voorzien van een dusdanig uitgevoerd vloeistof distributiesysteem dat vanaf de onderkant van het koolbed een zo homogeen mogelijke doorstroming van de tank wordt verkregen. Een dergelijk systeem is bijvoorbeeld een geperforeerde bodemplaat

met hierop een laag korrelig materiaal.

De tank is uitgerust met een roerwerk, dat zodanig van constructie en vorm is dat hiermede over de dwarsoppervlakte van de tank een zo uniform mogelijk meng-effect kan worden verkregen. De roermotor is aangesloten op een tijdschakelmechanisme, waarmee de roertijd en roerfrequentie kunnen worden ingesteld. Het toerental van de roermotor dient instelbaar te zijn; bij voorkeur bedraagt de gemiddelde roersnelheid maximaal ongeveer 120 omwentelingen per minuut. De tank kan bovenin voorzien zijn van een zeefplaat (maaswijdte maximaal 1 mm) en een filtermateriaal om eventueel naar boven meegevoerde absorbersvlokken tegen te houden. Voorts is de tank uitgerust met een overstortrand, die eventueel is voorzien van een "zaagtand". De hoogte van de tank kan ongeveer 3 meter bedragen. De overige afmetingen worden bepaald door de hoeveelheid water die moet worden behandeld, het gewenste aantal behandelingseenheden, de toe te passen doorvoersnelheden, piekbelastingen etc.

In sommige gevallen kan er een geringe ontvloking in de kolom plaatsvinden, die veroorzaakt kan worden door het uitwassen van vlokmiddel uit de vlokken door de langs-stromende vloeistof of ook doordat de te behandelen vloeistof stoffen bevat, die ontvlokkend werken. In chemisch voorgezuiverd huishoudelijk afvalwater kunnen bijvoorbeeld colloïden met een dergelijke werking voorkomen. Gebleken is, dat de daardoor veroorzaakte ontvloking het beste kan worden tegengegaan, door een negatief geladen, dat wil zeggen anionactief type vlokmiddel te gebruiken. Ontvlokking kan verder worden tegengegaan door aan de toegevoerde vloeistof continu of intermitterend een geringe hoeveelheid van het vlokmiddel toe te voegen. De toegevoegde hoeveelheid vlokmiddel behoeft slechts zeer gering te zijn en bedraagt bij voorkeur ten hoogste 0,5 mg per liter van de toegevoerde vloeistof.

Voor een zo goed mogelijke werking van de be-

handelingszone verdient het aanbeveling de beweging van de vlokken in verticale richting zo gering mogelijk te houden. Op deze wijze kan, evenals bij een vast bed het geval is, een beladingsgradiënt ontstaan, waardoor een effectievere verwijdering van de ongewenste bestanddelen kan worden verkregen en een hogere beladingsgraad van de kool kan worden bereikt. Men kan de verticale beweging van de vlokken in de handelingszone beperken, door de handelingszone door middel van horizontaal opgestelde zeefplaten in compartimenten te verdelen.

5

10

Wanneer de beladingsgraad van het adsorbens zodanig is toegenomen, dat de verwijdering van de ongewenste stoffen onvoldoende wordt, moet het adsorbens worden geregenereerd. Een methode voor het regenereren van actieve kool in poedervorm is onder andere beschreven in Environmental Science and Technology 4, 432 - 437 (1976).

15

Uiteraard kan men een aantal handelingszones in serie schakelen, waarbij bij volledige belading van de eerste handelingszone deze uitgeschakeld wordt, terwijl achterin de serie een handelingszone met vers adsorbens wordt toegevoegd.

20

Een andere mogelijkheid is het aftappen van adsorbens onderin de handelingszone en toevoegen van vers adsorbens bovenin.

De werkwijze wordt toegelicht aan de hand van het volgende voorbeeld.

25

Voorbeeld.

Er werd een drietal proeven uitgevoerd met gevlokte poederkool als adsorbens, in de in de figuur schematisch weergegeven absorptie-inrichting. Deze bestaat uit een vertikaal opgestelde perspex-buis (1) met een hoogte van 58 cm en een diameter van 7,3 cm. Onderin de buis is een raamvormig roerwerk (2) geplaatst, dat zich direct boven een geperforeerde distributieplaat (3) bevindt. Bovenin de kolom is eveneens een geperforeerde plaat (4) aangebracht. Plaat (4) maakt het mogelijk bovenin de kolom een

30

35

filterbed aan te brengen om, voor zover noodzakelijk, een betere afvangst van met de vloeistof meegevoerde, min of meer ontvokte kooldeeltjes te realiseren. In de figuur is een filterbed van polyetheenparels (5) aangegeven, dat zich onder zeefplaat (4) bevindt. De polyetheenparels drijven op de in de kolom aanwezige vloeistof en worden door zeefplaat (4) tegengehouden. Men kan ook een filterbed van deeltjes met een soortelijke massa groter dan die van de vloeistof aan de bovenzijde van zeefplaat (4) aanbrengen. Roerwerk (2) is verbonden met roermotor (6) met instelbaar toerental; door middel van tijdschakelaar (7) kan de looptijd en de rusttijd van de roermotor worden geregeld. Onderin de kolom bevindt zich onder zeefplaat (3) een hoeveelheid grofkorrelig (diameter ongeveer 3 mm) pakkingsmateriaal (8), dat dient om de toetredende vloeistof te verdelen, alsmede een aansluiting voor toevoerleiding (9). De bovenzijde van de kolom is voorzien van een overlooprand met zaagtand en een afvoeropening (10).

De proeven werden uitgevoerd met 2.4-dichloorfenoxyazijnzuur (2.4-D) als absorbens. De te behandelen oplossing werd bereid uit leidingwater, dat vooraf op 25°C was verwarmd en via pomp (11) aan leiding (9) werd toegevoerd. Aan leiding (9) werd uit vat (12) via doseerpomp (13) en leiding (14) continu een in vat (12) aanwezige geconcentreerde 2.4-D-oplossing toegevoerd. Juist voordat de oplossing de kolom werd binnengevoerd werd uit voorraadvat (15) via doseerpomp (16) en leiding (17) een geringe dosis vlokmiddel (maximaal 0,05 mg/l) aan leiding (9) toegevoerd.

Bij alle drie proeven bedroeg de hoeveelheid actieve kool in de kolom 150 g. Er werd intermitterend geroerd met een snelheid van 200 - 250 omwentelingen per minuut. Bij proef 1 werd elke 22 sec. gedurende 1 sec. geroerd, bij proeven 2 en 3 elke 50 sec. gedurende 1 sec. De overige proefomstandigheden zijn in tabel A vermeld.

waarin de De verkregen resultaten zijn samengevat in tabel B/ waarden voor het doorgevoerde volume-oplossing (V) in liters en de berekende belading van de actieve kool (Q) in mg per g kool bij verschillende relatieve effluent-concentraties (C/C_0) zijn vermeld.

5

De berekende beladingen van de actieve kool liggen 10 - 20% hoger dan op grond van de 24-uurs adsorptie-isotherm van 2,4-D aan de gebruikte kool zou mogen worden verwacht. Dit gunstige resultaat is te danken aan het feit dat bij gevlokte poederkool de adsorptie - afgezien van de eerste 10 - 20 minuten - sneller verloopt dan aan niet gevlokte poederkool.

10

Met de uitstromende vloeistof wordt slechts zeer weinig kool meegevoerd. De hoeveelheid meegevoerde kool wordt groter naarmate de beladingsgraad van de kool toeneemt. Toch was bijvoorbeeld bij proef 1 bij een doorslag van 90% ($C/C_0 = 0,90$; $V \sim 1000$ l) in totaal nog slechts 75 mg kool met het effluent meegevoerd.

15

Bij proef 3, waarbij de vloeistof met een tweemaal zo grote snelheid werd toegevoerd was bij 15% doorslag ($C/C_0 = 0,15$; $V \sim 950$ l) totaal ongeveer 50 mg van de kool meegevoerd en bij 90% doorslag ($C/C_0 = 0,90$; $V \sim 1800$ l) totaal ongeveer 5 g. In de praktijk komt het niet zo ver, omdat de kolominhoud al eerder vervangen wordt.

20

25

Tabel A.

Proef nr.	C ₀ = influent concentratie (mg/l)	Doorvoersnelheid (m/h)	Vlokmiddel *)				Bedhoogte	Koolconcentratie in bed (g/l)
			voor het uitvlokken van de kool		in het influent			
			type	hoeveelheid mg/g kool	type	hoeveelheid (mg/l)		
1	24	2,4	R-351	1	R-351	0,05	47,5	82
2	11,2	4,8	C-100 N-100	1 0,5	N-100	0,05	44-52	88-75
3	16,2	4,8	R-351 C-100	1 0,5	R-351 of N-100	0,05 en lager	49-52	79-75

*) R-351 is een anionogeen, C-100 een kationogeen en N-100 een non-ionogeen vlokmiddel.

Tabel B.

Proef no.	C/C ₀ = 0,1		C/C ₀ = 0,25		C/C ₀ = 0,5		C/C ₀ = 0,75	
	V (l)	Q (mg/g)	V (l)	Q (mg/g)	V (l)	Q (mg/g)	V (l)	Q (mg/g)
1	570	87	640	106	770	118	915	128
2	1150	85	1310	98	1510	108	1830	126
3	790	83	1020	105	1300	127	1540	139

CONCLUSIES

1. Werkwijze voor het behandelen van een waterige vloeistof met een poedervormig adsorbens, waarbij de vloeistof in opwaartse richting door een behandelingszone wordt geleid, waarin de vloeistof in aanraking wordt gebracht met het door middel van een vlokmiddel in gevlokte toestand gebrachte adsorbens, met het kenmerk, dat men in het onderste gedeelte van de behandelingszone in omtreksrichting roert. 5

2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat men continu of intermitterend roert. 10

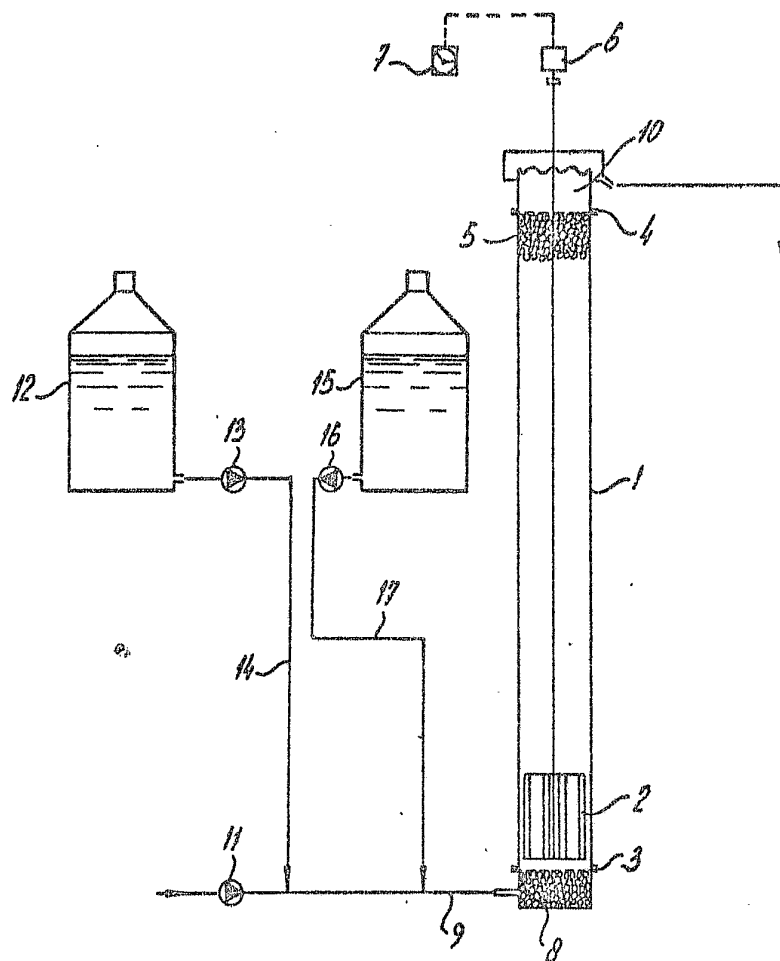
3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat men aan de vloeistof die aan de behandelingszone wordt toegevoerd, voldoende vlokmiddel toevoegt om ontvlokking van de adsorbensvlokken tegen te gaan. 15

4. Werkwijze volgens conclusie 3, met het kenmerk, dat de vlokmiddelconcentratie in de aan de behandelingszone toegevoerde vloeistof ten hoogste 0,05 mg per liter bedraagt. 20

5. Werkwijze volgens conclusies 1 - 4, met het kenmerk, dat de behandelingszone door middel van horizontaal opgestelde zeefplaten in compartimenten is verdeeld. 25

6. Werkwijze volgens conclusies 1 - 5, met het kenmerk, dat het adsorbens poederkool is.

6004



770 3332

DE RIJKSLANDBOUWHOGESCHOOL
Wageningen