



Surplusslibindikking met CO₂-flotatie

L. Peter Wessels (WE Consult Vianen BV), Han van de Griek (Evides Industriewater BV)

Surplusslib van rioolwaterzuiveringen kan worden ingedikt met behulp van flotatie. Bij flotatie wordt in een deelstroom lucht opgelost bij een hoge druk (6-7 bar). De gesatureerde deelstroom wordt vervolgens bij het te behandelen surplusslib gemengd, waarbij de druk wordt verlaagd. Hierdoor ontstaan gasbellen die het slib doen opdrijven. Bij gebruik van afgas van gasmotoren kan, door het hogere CO₂-gehalte in het afgas, meer gas worden opgelost bij een lagere saturatiedruk en/of in een kleinere deelstroom. Dit artikel beschrijft de resultaten van testen met flotatie-indikking, die zijn uitgevoerd met puur CO₂ en een mengsel van CO₂ en lucht.

Bij de biologische zuivering van huishoudelijk afvalwater wordt actief slib geproduceerd. In de nabezinking wordt het actief slib van het water gescheiden, waarbij een deel van het slib (het surplus) wordt afgevoerd naar de slibverwerking, en het overige retour zuivering gaat. De slibverwerking bestaat uit anaerobe vergisting, al of niet voorafgegaan door een methode om de cellen van het actieve slib open te breken, zodat de vergistbaarheid toeneemt en er meer biogas kan worden geproduceerd. Voor de vergisting van het slib zijn een hogere temperatuur en verblijftijd nodig. Door het surplusslib eerst in te dikken voordat het in de slibgisting wordt gebracht, worden het volume en de warmtevraag van de slibgisting beperkt.

In de praktijk worden diverse indikmethoden toegepast op surplusslib. Een veel toegepaste methode is de mechanische indikking, waarbij het surplusslib met een bandindikker of met een centrifuge wordt ingedikt. Bij mechanische indikking wordt in de praktijk veelal een indikking van 5 tot 7% droge stof gehaald. Hiervoor is wel een dosering van polymeer noodzakelijk.

Flotatie-indikking

Andere methoden om surplusslib in te dikken zijn gravitatie- en flotatie-indikking. Met gravitatie is een beperkte slibindikking realiseerbaar, maar met dissolved air flotation (DAF) kan surplusslib worden ingedikt tot circa 3-7 % droge stof (ds) [1]. En hiervoor is geen polymeer noodzakelijk. Op enkele plaatsen in Nederland is slibindikking met flotatie in bedrijf, of in bedrijf geweest. Recent is de belangstelling voor flotatie (met lucht) verder toegenomen als voorbehandeling van influent en indikking van surplusslib. Bij demonstratieonderzoek naar flotatie, met een mengsel van influent en (ingedikt) surplusslib, werd een drogestofgehalte van het flotatieslib van gemiddeld 3,8% (range 3,4 - 4,7%) bereikt [2]. Hierbij werd overigens wel 2,5 mg/l polymeer gedoseerd. Hetzelfde onderzoek concludeerde dat dosering van polymeer bij flotatie van influent wel leidde tot een verhoging van het rendement op verwijdering van het chemisch zuurstofverbruik (CZV), maar ook tot een lager drogestofgehalte in het flotatieslib.

Bij DAF van surplusslib wordt lucht in een deelstroom onder hoge druk in oplossing gebracht. De aldus verzadigde oplossing wordt aan de slibstroom toegevoegd, waarna een drukverlaging plaatsvindt en fijne luchtbelletjes ontstaan. De luchtbelletjes hechten zich aan de slibvlokken en laten deze opdrijven. De productie van gesatureerd water kost veel energie vanwege de hoge druk (veelal circa 6-7 bar), met name omdat bij de flotatie-indikking een hoog saturatie/recirculatie-debiet nodig is (veelal circa 30-100% [1]).

Flotatie-indikking met CO₂

Flotatie-indikking met CO₂ in plaats van met lucht is potentieel interessant, omdat CO₂ gemakkelijker oplost in water. Bovendien is CO₂ voor de indikking van surplusslib in voldoende mate beschikbaar op rwzi's waar biogas met een gasmotor wordt omgezet in warmte en elektriciteit. In de praktijk wordt

het CO₂-gehalte in afgas van biogasmotoren vooral bepaald door de toegevoerde lucht voor de verbranding, en in mindere mate door de biogassamenstelling. Veelal wordt de luchttoevoer aan de gasmotoren gestuurd op een resterend zuurstofgehalte in het afgas van 8-9%, zodat 11-12 Nm³ lucht wordt toegevoegd aan het biogas dat naar de gasmotor gaat [3]. Hierdoor bedraagt het CO₂-gehalte in het afgas circa 13%. Het idee is om de in het afgas aanwezige CO₂ direct te gebruiken voor de verzadiging van surplusslib met een beperkte overdruk. Door de druk op het verzadigde surplusslib vervolgens te verlagen, vindt ontspanning plaats en komt de opgeloste CO₂ vrij als gas. In eerder uitgevoerd laboratoriumonderzoek [4] is de indikking van surplusslib via flotatie met *greenhouse gas* al eens onderzocht. Als modelgas voor *greenhouse gas* is daarbij een 20% CO₂/80% N₂-mengsel gebruikt. Het surplusslib werd eerst onder druk (0,4 - 0,8 bar) verzadigd met het modelgas en vervolgens in een flotatiecel gespoten via een *nozzle* (met 0,6 bar drukval). Gedurende de flotatie werd het surplusslib vervolgens verwarmd. Het beste resultaat was een indikking van 0,3% tot circa 3% ds na 1 uur flotatie met een opwarming tot 50 °C tijdens de flotatie. In de gerapporteerde testen is geen polymeer aan het surplusslib toegevoegd.

Proof of principle

In de zomer van 2014 hebben Evides Industriewater en WE Consult Vianen verkennende testen uitgevoerd om de efficiëntie van surplusslibindikking met CO₂ te onderzoeken. Met name op basis van historisch onderzoek in 1982 [1] en recent onderzoek in STOWA-verband in 2014 [2], werd een goede indikking (tot >4% ds) van surplusslib verwacht.

In het onderzoek zijn de effecten op de indikkingsgraad onderzocht van:

- de saturatiedruk;
- de flotatietijd;
- het initiële drogestofgehalte van het surplusslib;
- het verwarmen tijdens flotatie;
- beluchting in de eerste minuut van flotatie;
- het uitstromen naar de flotatie via een klep met een hoge drukval;
- saturatie met 100% CO₂-gas versus saturatie met een gasmengsel van 25% CO₂/75% lucht.



Afbeelding 1: Testopstelling (links) met gasdosering via beluchtingsschotel (rechts, in schoon water)

Voor het onderzoek is gebruik gemaakt van een doorzichtige kolom met een hoogte van circa 3 meter en een diameter van 10 centimeter. Experimenten zijn uitgevoerd met surplusslib van een actief slibproces met biologische P-verwijdering. Saturatie werd uitgevoerd in de kolom, waarbij gas onderin de kolom werd ingebracht door middel van een beluchtingsschotel. Flotatie vond vervolgens plaats in bekeerglazen die gevuld werden met gesatureerd surplusslib uit de kolom. Het gesatureerde slib werd onder uit de kolom onttrokken. Het gefloeteerde slib is bemonsterd met behulp van een pipet, een lepel of een spuit. Vervolgens is het drogestofgehalte van de monsters bepaald wanneer visueel een goede indikking werd gevonden.

Een reguliere test verliep altijd volgens 4 fasen:

1. Vullen van de kolom met vers surplusslib. De kolom werd daarna afgedicht. Van het ingaande surplusslib werd een monster genomen voor de bepaling van het drogestofgehalte.
2. Vervolgens werd onderin de kolom het gas ingebracht. Hierbij werd de kolom op de gewenste druk gebracht en gehouden door middel van een (handmatig geregelde) reduceerklap met drukmeting bovenin de kolom.
3. Nadat het surplusslib was gesatureerd, werd de reduceerklap helemaal geopend zodat de kolom drukloos werd. Direct hierna werd het gesatureerde slib onder uit de kolom afgetapt in de bekeerglazen.
4. De flotatie vond vervolgens plaats in de bekeerglazen. Na 15 en 60 minuten zijn monsters van de flotatielaag genomen, waarvan het drogestofgehalte is bepaald.

Resultaten flotatie met 100% CO₂

Het effect van saturatiedruk en flotatietijd, zoals in de testen vastgesteld, is weergegeven in tabel 1. De hier gegeven meetresultaten hebben betrekking op surplusslib dat met puur CO₂ is gesatureerd, en zonder de toevoeging van polymeer. Tijdens de flotatie is het surplusslib niet verwarmd of belucht.

Tabel 1: Procescondities, ingaand drogestofgehalte en bereikt drogestofgehalte na 15 en 60 minuten flotatie

Test		% droge stof ingaand	saturatie-druk (bar)	toevoer 100% CO ₂	% droge stof na 15 min. flotatie	% droge stof na 60 min. flotatie
1		0,90	0,3	2 l/min., 10 min.	2,6	4,1
2		1,44	0,6	4 l/min., 10 min.	3,5	4,3
3		0,43	1,2	8 l/min., 10 min.	3,9	niet gemeten

Uit tabel 1 volgt duidelijk dat een hogere saturatiedruk tot een snellere flotatie leidt. Het bereikte drogestofgehalte van het surplusslib na 60 minuten flotatie was maximaal 4,3%, en er is geen verband zichtbaar met het ingaande drogestofgehalte. Het droge stofgehalte na 60 minuten flotatie kon tijdens test 3 niet worden gemeten, omdat er te weinig flotatieslib was om een goed monster te kunnen nemen. De oorzaak hiervan was het lage drogestofgehalte van het ingaande surplusslib (0,43%).

Tijdens testen 2 en 3 zijn drie verschillende bekeerglazen tegelijkertijd afgetapt na saturatie, waarna de bekeerglazen op verschillende wijze zijn gefloeteerd. In een van de bekeerglazen ('referentie') werd gefloeteerd zonder opwarming of kortstondige beluchting bij de start van de flotatie. De resultaten van deze referentie zijn ook al in tabel 1 gegeven. In een tweede bekeerglas werd het surplusslib tijdens de flotatie opgewarmd van circa 20°C tot circa 40°C. Het laatste bekeerglas werd gedurende de eerste halve minuut van floteren belucht. De resultaten na 15 minuten flotatie zijn samengevat in tabel 2.

Tabel 2: Effect beluchting en verwarming tijdens flotatie (drogestofgehalte na 15 minuten floteren)

Test	% droge stof ingaand	Saturatiedruk (bar)	Bekerglas 1: % droge stof na 15 min. flotatie Referentie ¹⁾	Bekerglas 2: % droge stof na 15 min. flotatie opwarming	Bekerglas 3: % droge stof na 15 min. flotatie beluchting
2	1,44	0,6	3,5	3,5	3,5
3	0,43	1,2	3,9	4,3	niet gemeten

1) zelfde getallen als in tabel 1

Het drogestofgehalte na 15 minuten flotatie met beluchting aan het begin van de flotatie tijdens test 3 kon niet worden gemeten, omdat er te weinig flotatieslib was om een goed monster te kunnen nemen. Dit werd voor een belangrijk deel veroorzaakt door het feit dat veel surplusslib als gevolg van de beluchting was bezonken in het bekglas (zie afbeelding 2).



Afbeelding 2: Bezinking als gevolg van kortdurende beluchting aan het begin van de flotatiecyclus (test 2)

Het kortdurend beluchten aan het begin van de flotatiecyclus en het verwarmen tijdens flotatie bleek niet tot een significant betere en/of snellere indikking te leiden. Het kortdurend beluchten aan het begin van de flotatie verstoortte het flotatieproces zelfs, en leidde daarmee tot significante bezinking van een deel van het surplusslib.

Tweemaal is ook gesatureerd surplusslib afgetapt onder druk. Hierbij werd afgeweken van de reguliere werkwijze en werd de kolom na saturatie niet eerst drukloos gemaakt. In plaats daarvan werd het surplusslib, via de afsluiter onderin de kolom, direct afgetapt uit de nog onder druk staande kolom. Het gevolg van het aftappen onder druk was steeds dat de flotatie minder goed verliep. Er zijn geen drogestofgehalten bepaald, omdat visueel al kon worden vastgesteld dat er geen goede indikking werd bereikt. Bovendien was ook duidelijk zichtbaar dat veel surplusslib naar de bodem van het bekglas bezonk. Het creëren van een hoge drukval (met een klep, *orifice* of *nozzle*) tussen de saturatie en de flotatie wordt op basis van deze resultaten als negatief beoordeeld voor de indikking.

Resultaten flotatie met een mengsel van lucht en CO₂

Ten slotte is geprobeerd om met een mengsel van CO₂ en lucht te satureren. Na de succesvolle flotatie na saturatie bij 0,3 – 1,2 bar en met 100% CO₂ (zie tabel 1), is gesatureerd met 25% CO₂ en 75% lucht (4 l/min. CO₂ en 12 l/min. lucht gedurende 10 minuten) bij een overdruk van 0,3 bar. De flotatie kwam hierna echter niet goed op gang, waarbij het ook duidelijk geen zin had om het droge stofgehalte te bepalen. Vervolgens is na test 3 nogmaals gesatureerd met 25% CO₂ en 75% lucht bij een hogere druk en gedurende langere tijd (5 l/min. CO₂ en 15 l/min. lucht, 30 min, 1,2 bar). De flotatie kwam hierbij echter opnieuw niet goed op gang en visueel werd opnieuw vastgesteld dat een meting van het drogestofgehalte niet zinvol was.

In eerste instantie werd gedacht dat het niet goed op gang komen van de flotatie met CO₂-luchtmengsel wellicht te verklaren valt door onvoldoende potentiële gasvorming tijdens de flotatie. Daartoe is de theoretisch maximale gasvorming berekend (zie tabel 3) bij de flotatie met gebruik van 100% CO₂ (bij 0,3 bar) en bij gebruik van een gasmengsel bestaande uit 25% CO₂ en 75% lucht (bij 1,2 bar). Hierbij is uitgegaan van volledige saturatie bij 20°C. Ter vergelijking is, in regel 1 van de tabel, ook de theoretisch maximale gasvorming berekend bij flotatie met 100% lucht, 7 bar saturatiedruk en 33% saturatiewater (reguliere DAF voor slibindikking).

Tabel 3: Theoretische gasvorming bij flotatie (berekend bij een watertemperatuur van 20 °C, uitgaand van 100% saturatie)

Gebruikt gas	Saturatiedruk (bar)	Saturatieflow (% van te behandelen stroom)	Oplosbare hoeveelheid gas bij saturatie (Nm ³ /m ³)	Theoretische gasvorming bij flotatie bij volledige saturatie (Nm ³ /m ³)	Goede flotatie?
100% lucht	7,0	33	0,161	0,053	Ja [1,2]
100% CO ₂	0,3	100	1,121	0,259	Ja (test 1, maar pas na 1 uur ~4% ds)
25% CO ₂ + 75% lucht	1,2	100	0,675	0,368	Nee (visueel vastgesteld)

Uit tabel 3 volgt dat, zowel bij flotatie met 100% CO₂ bij 0,3 bar, als bij flotatie met 25% CO₂ en 75% lucht bij 1,2 bar, in theorie circa 5 tot 7 maal meer gas kan worden gevormd dan bij flotatie met 100% lucht bij 7 bar en een saturatiewaterdebiet van 33%. Bij het gebruik van 100% CO₂ (bij 0,3 bar) werd ook een goede flotatie-indikking waargenomen, weliswaar pas na een uur. Bij gebruik van 25% CO₂ en 75% lucht (bij 1,2 bar) werd echter geen goede flotatie waargenomen. Dit is opmerkelijk omdat de theoretische gasvorming bij flotatie zeker niet minder is (namelijk 368 versus 259 liter gas per m³). Het feit dat bij het CO₂-luchtmengsel geen goede flotatie optrad, kan dus niet worden verklaard uit een lagere potentiële gasvorming.

Een mogelijke andere verklaring is dat de gasuitwisseling tijdens saturatie niet optimaal was in de testopstelling. De uitwisseling van gas naar water wordt sterk beïnvloed door het contactoppervlak tussen water en gas. Des te groter het contactoppervlak, des te beter de gasuitwisseling. Bij traditionele DAF wordt gesatureerd in een ketel gevuld met bijvoorbeeld Pallringen. Hierbij wordt het te satureren water over het bed Pallringen gespreid, terwijl tegelijkertijd onder hoge druk (~6 - 7 bar) lucht aan de ketel wordt toegevoerd. In een dergelijke saturatie-unit wordt een groot lucht-water-contactoppervlak gecreëerd en wordt dit contactoppervlak ook intensief vernieuwd. In de testopstelling was het contactoppervlak tussen gas en surplusslib veel minder groot in vergelijking



met de hiervoor beschreven saturatie-unit bestaande uit een ketel gevuld met Pallringen. De gasuitwisseling vond namelijk plaats via vrij grote gasbellen die door het surplusslib in de kolom opstegen. Het is daarom goed denkbaar dat hierdoor veel minder gas in oplossing werd gebracht dan de in tabel 3 berekende 675 - 1121 liter per m³ surplusslib (zie tabel 3, kolom 4).

Vertaling naar de praktijk

Op basis van de behaalde resultaten in het pilotonderzoek lijkt flotatie in de praktijk haalbaar. De haalbaarheid wordt vergroot door:

1. Een goede gasuitwisseling zodat CO₂ (uit bijv. WKK-afgas) efficiënt wordt opgelost in het surplusslib. Dit kan bijvoorbeeld door saturatiewater onder druk te verzadigen met WKK-afgas in een standaard saturatiekolom gevuld met Pallringen en dit gesatureerde water toe te voegen aan het te floteren surplusslib;
2. een voldoende hoge druk bij de saturatie te gebruiken;
3. het gesatureerde surplusslib niet via een nozzle, klep of orifice met een hoge drukval naar de flotatie-unit te laten uitstromen;
4. geen beluchting met grote gasbellen toe te passen in de flotatie-unit.

Conclusie

Door surplusslib in een testkolom met CO₂ te verzadigen bij een druk van ongeveer 1,2 bar en het daarna te laten floteren in een bekeerglas, kon in 15 minuten een drogestofgehalte van ongeveer 4% worden bereikt. Hiervoor was geen polymeerdosering nodig en bleek het drogestofgehalte van het ingaande surplusslib nauwelijks van invloed. Met de testkolom kon alleen succesvol worden ingedikt bij gebruik van puur CO₂ en niet bij gebruik van een gasmengsel van CO₂ en lucht. Waarschijnlijk was de gasuitwisseling niet optimaal in de testkolom, waardoor bij gebruik van een gasmengsel onvoldoende gas werd opgelost.

Referenties

1. STORA rapport 1982-02: Slibindikking, praktijkonderzoek
2. Broeders, E., Menkveld, H., Nieuwenhuijzen, A, van, Veldhoen, A., STOWA rapport 2014.47: DAF als voorbehandeling van communaal afvalwater, demonstratieonderzoek rwzi Lienden
3. Baltussen, J.J.M., M.S.M. Geurts van Kessel, M.S.M.,STOWA rapport 2014.09: Luchtgerelateerde emissies vanuit rwzi's in het kader van de I-PRTR
4. Medhat El-Zahar, *Int. Journal of Environmental Science and Development* Vol 1, no. 2 June 2010, 'Dewatering Waste Activated Sludge Using Greenhouse-Gas Flotation followed by Centrifugation'