

HANDREIKING TRACERTESTEN SLIBGISTINGTANKS



RAPPORT

2022

33

HANDREIKING TRACERTESTEN SLIBGISTINGTANKS

RAPPORT

2022

33

ISBN 978.90.5773.974.3



COLOFON

UITGAVE Stichting Toegepast Onderzoek Waterbeheer
Postbus 2180
3800 CD Amersfoort

AUTEURS Heleen Niele (TAUW)
Ronnie Berg (TAUW)

BEGELEIDINGSCOMMISSIE

Mariska Ronteltap (Hoogheemraadschap van Delfland)
Sabrina Koning (Waternet)
Meinard Eekhof (Waterschap Vechtstromen)
Ralph Bröcheler (Waterschapsbedrijf Limburg)
Cora Uijterlinde (STOWA)

DRUK Kruyt Grafisch Adviesbureau bv
STOWA STOWA 2022-33
ISBN 978.90.5773.974.3

Copyright Teksten en figuren uit dit rapport mogen alleen worden overgenomen met bronvermelding.
Disclaimer Deze uitgave is met de grootst mogelijke zorg samengesteld. Niettemin aanvaarden de auteurs en de uitgever geen enkele aansprakelijkheid voor mogelijke onjuistheden of eventuele gevolgen door toepassing van de inhoud van dit rapport.

TEN GELEIDE

Handreiking voor de uitvoering van tracertesten voor slibgistingtanks leidt tot een betere benutting van het volume van slibgistingtanks.

Het optimaal benutten van het volume van de slibgistingtanks is van belang voor het verminderen van de slibafzetkosten en het vergroten van de biogasopbrengst. Door uitvoering van een tracertest kan worden vastgesteld óf de menging goed functioneert en of er vervuiling in de tank aanwezig is. Er is tot op heden geen eenduidige aanpak voor het uitvoeren van tracertesten en het verwerken c.q. interpreteren van de meetresultaten. Voor u ligt een handreiking die daar invulling aangeeft.

Op basis van vragenlijsten en interviews is kennis opgehaald bij partijen (waterschappen en adviesbureaus) die een dergelijke tracertest in het verleden hebben uitgevoerd. Deze kennis is aangevuld met gegevens beschikbaar vanuit de literatuur. De verkregen informatie is in deze handleiding gebundeld en geüniformeerd. Ook is een rekentool opgesteld waarin de meetresultaten kunnen worden verwerkt en geanalyseerd.

In Nederland kennen we twee verschillende soorten tracertesten. In deze handleiding beschrijven we de verschillen tussen deze twee tracertesten en geven we aan welke het meest geschikt is voor het beantwoorden van een specifieke onderzoeksvraag. Voor beide tracertesten is een meetprotocol uitgewerkt dat u kunt gebruiken.

Ook is verkend welk tracer materiaal gebruikt wordt en welke analyse methodes daarbij mogelijk zijn. Daaruit bleek dat tot nu toe altijd lithiumchloride wordt toegepast en deze bij een geaccrediteerd laboratorium ter analyse wordt aangeboden. Innovaties op het gebied van tracer materiaal en analyse methodes bleken er echter ook te zijn. De haalbaarheid van deze materialen en analyse methodes moeten in de praktijk nog getest worden.

Door deze handreiking te volgen en de 'rekentool tracertesten' te gebruiken, is het mogelijk om de tracertesten op een uniforme wijze uit te voeren en de meetresultaten te verwerken c.q. te interpreteren.

Joost Buntsma
Directeur STOWA

BEGRIPPENLIJST

CSTR / ideaal gemengde tank	CSTR staat voor <i>Continuous Stirred Tank Reactor</i> : de tank is ideaal gemengd. Theoretisch is een tracer na toevoegen direct homogeen gemengd in een CSTR.
PFR / propstroom	PFR staat voor <i>Plug Flow Reactor</i> : dit is het tegengestelde van een CSTR. De inhoud van de tank mengt niet maar stroomt als een prop van de invoer naar de afloop.
Kortsluitstroom	Een deel van de toevoer van de reactor dat relatief snel (binnen enkele uren) doorslaat naar de afloop van de reactor.
Mengtijd	De mengtijd geeft aan hoe snel het onvergiste slib uit de toevoer volledig, homogeen gemengd is met de inhoud van de tank.
Effectief volume	Het effectief volume van de tank is het volume in de tank dat doorstroomt wordt.
Dood volume	Het dood volume van een tank is het volume in de tank dat niet of nauwelijks gemengd wordt. Het dode volume vormt samen met het effectieve volume het totale volume.

DE STOWA IN HET KORT

STOWA is het kenniscentrum van de regionale waterbeheerders (veelal de waterschappen) in Nederland. STOWA ontwikkelt, vergaart, verspreidt en implementeert toegepaste kennis die de waterbeheerders nodig hebben om de opgaven waar zij in hun werk voor staan, goed uit te voeren. Deze kennis kan liggen op toegepast technisch, natuurwetenschappelijk, bestuurlijk-juridisch of sociaalwetenschappelijk gebied.

STOWA werkt in hoge mate vraaggestuurd. We inventariseren nauwgezet welke kennisvragen waterschappen hebben en zetten die vragen uit bij de juiste kennisleveranciers. Het initiatief daarvoor ligt veelal bij de kennisvragende waterbeheerders, maar soms ook bij kennisinstellingen en het bedrijfsleven. Dit tweerichtingsverkeer stimuleert vernieuwing en innovatie.

Vraaggestuurd werken betekent ook dat we zelf voortdurend op zoek zijn naar de 'kennisvragen van morgen' – de vragen die we graag op de agenda zetten nog voordat iemand ze gesteld heeft – om optimaal voorbereid te zijn op de toekomst.

STOWA ontzorgt de waterbeheerders. Wij nemen de aanbesteding en begeleiding van de gezamenlijke kennisprojecten op ons. Wij zorgen ervoor dat waterbeheerders verbonden blijven met deze projecten en er ook 'eigenaar' van zijn. Dit om te waarborgen dat de juiste kennisvragen worden beantwoord. De projecten worden begeleid door commissies waar regionale waterbeheerders zelf deel van uitmaken. De grote onderzoeklijnen worden per werkveld uitgezet en verantwoord door speciale programmacommissies. Ook hierin hebben de regionale waterbeheerders zitting.

STOWA verbindt niet alleen kennisvragers en kennisleveranciers, maar ook de regionale waterbeheerders onderling. Door de samenwerking van de waterbeheerders binnen STOWA zijn zij samen verantwoordelijk voor de programmering, zetten zij gezamenlijk de koers uit, worden meerdere waterschappen bij één en het zelfde onderzoek betrokken en komen de resultaten sneller ten goede aan alle waterschappen.

De grondbeginselen van STOWA zijn verwoord in onze missie:

Het samen met regionale waterbeheerders definiëren van hun kennisbehoeften op het gebied van het waterbeheer en het voor én met deze beheerders (laten) ontwikkelen, bijeenbrengen, beschikbaar maken, delen, verankeren en implementeren van de benodigde kennis.

HANDREIKING TRACERTESTEN SLIBGISTINGTANKS

INHOUD

	TEN GELEIDE	
	BEGRIPPENLIJST	
	DE STOWA IN HET KORT	
1	INLEIDING	1
2	TOEGEPASTE METHODES IN NEDERLAND	2
2.1	Inleiding	2
2.2	Methodes	2
2.3	Mengproef	3
2.3.1	Theorie	3
2.3.2	Uitwerking	4
2.3.3	Meetafwijking en onzekerheid	5
2.4	Verblijftijdspreidingstesten	5
2.4.1	Theorie	6
2.4.2	Uitwerking	12
2.4.3	Meetafwijking en onzekerheid	14
2.5	Tracermateriaal	15
2.5.1	Lithiumchloride	15
2.5.2	Innovaties	17
3	KEUZE VOOR TOE TE PASSEN METHODE	18
4	MEETPROTOCOL EN PLAN VAN AANPAK MENGPROEF	20
4.1	Vorbereiding en materialen	20
4.2	Methode	21
4.3	Uitvoering	21
4.3.1	Monsternameschema en uitvoeren van monstername	22
4.3.2	Testproef doseerpunt	22
4.3.3	Aanmaken oplossing tracer	23
4.3.4	Doseren tracer	23

5	MEETPROTOCOL EN PLAN VAN AANPAK VERBLIJFTIJDSSPREIDINGSTEST	24
5.1	Vorbereiding en materialen	24
5.2	Methode	25
5.3	Uitvoering	25
5.3.1	Aanmaken oplossing tracer	26
5.3.2	Monsternameschema en uitvoeren van monstername	26
6	VOORBEELD RESULTAATUITWERKING TRACERTEST	28
6.1	Inleiding	28
6.2	Mengproef	28
6.3	Verblijftijdsspreidingstest	30
BIJLAGE 1	VRAGENLIJST	33
BIJLAGE 2	DUUR VERBLIJFTIJDSSPREIDINGSTEST	38
BIJLAGE 3	KLEINSTE KWADRATEN METHODE	40
BIJLAGE 4	VOLLEDIG BEMONSTERINGSSCHEMA MENGPROEF	41
BIJLAGE 5	VOLLEDIG BEMONSTERINGSSCHEMA VERBLIJFTIJDSSPREIDINGSTEST	42
BIJLAGE 6	HANDLEIDING 'REKENTOOL TRACERTESTEN'	43

1

INLEIDING

Menging is een essentieel onderdeel van het slibgistingproces en er zijn verschillende redenen te noemen om de gisting te mengen. Vanuit het oogpunt van proces is het volgende van belang:

- Homogeniteit van tankinhoud ter voorkoming van propstroom in een tank.
- Toegevoegd slib opmengen met de inhoud in gistingstank ter voorkoming van kortsluitstromen.
- Tegengaan van (zand)afzetting in gistingstanks ter voorkoming van dode zones.
- Continue afvoer gevormd biogas ter voorkomen van gasophopping.

Daarnaast is menging vanuit het oogpunt van bedrijfsvoering ook van belang aangezien het schuimvorming en drijfslagen tegengaat (STOWA 1985-02 en STOWA 2011-16). De benodigde mengintensiteit verschilt per voorgaand genoemd aspect.

Er zijn verschillende methoden om het functioneren van de menging te controleren. Eén van deze methoden is een stof (tracer) toe te voegen en het concentratieverloop daarvan te monitoren. Deze stof moet zich als inerte stof gedragen en niet/nauwelijks in het medium voorkomen. Dit wordt ook wel een tracerstest genoemd. Vanuit de Community Of Practice (COP) optimalisatie slibgisting van STOWA blijkt dat een aantal waterschappen recent tracerstesten hebben uitgevoerd. De uitvoeringswijze en interpretatie verschilde per uitvoerende partij. Er is dus zichtbaar in Nederland tot op heden geen eenduidige aanpak voor het uitvoeren van tracerstesten en het verwerken c.q. interpreteren van de meetresultaten. Voor u ligt een handreiking die daar invulling aangeeft.

Middels vragenlijsten en interviews is kennis opgehaald bij partijen die een dergelijke tracerstest in het verleden hebben uitgevoerd. De vragenlijst heeft als doel aanwezige ervaringen in kaart te brengen en alle bekende methodes en de uitvoering daarvan te achterhalen. De daaruit voortvloeiende informatie is gebruikt om een uniforme aanpak te definiëren voor het uitvoeren van een tracerstest. In bijlage 1 is de volledige vragenlijst weergegeven. Daarnaast zijn ook verschillende laboratoria geïnterviewd om uitspraken te kunnen doen over de verschillende analysemethodes.

Alle verkregen informatie is in deze handreiking gebundeld. In dit rapport vindt u de verschillende toegepaste methodes, welke inzichten deze methodes kunnen geven en welke materialen gebruikt worden en de daar bijhorende chemische analyses (hoofdstuk 2). Er zijn verschillende uitvoeringsvormen mogelijk. In hoofdstuk 3 staat een samenvatting opgenomen waarmee u de meest geschikte uitvoeringswijze kunt bepalen. De meetprotocollen voor de methoden staan in hoofdstukken 4 en 5. Door deze handreiking te volgen en de 'rekentool tracerstesten' te gebruiken, is het mogelijk om de tracerstesten op een uniforme wijze uit te voeren en de meetresultaten te verwerken c.q. te interpreteren. In hoofdstuk 6 staat een aantal voorbeelden uitgewerkt.

2

TOEGEPASTE METHODES IN NEDERLAND

2.1 INLEIDING

Tracertesten kunnen op verschillende manieren en voor verschillende doeleinden worden ingezet. In dit hoofdstuk worden de methoden die bij en voor waterschappen in Nederland worden toegepast behandeld. Per methode wordt een toelichting gegeven over de theorie, de uitwerking van meetresultaten en bijbehorende onnauwkeurigheid. Tot slot wordt ingegaan op tracermaterialen en analysemethoden. De nadruk ligt op het meest gebruikte tracer materiaal lithiumchloride, dat gemeten wordt door analyse van bemonsteringen. Dit hoofdstuk is een zo volledig mogelijk overzicht met relevante informatie die nodig is om een tracertest uit te voeren en te interpreteren.

2.2 METHODES

Tracertesten worden vaak uitgevoerd om de volgende vragen te kunnen beantwoorden:

1. Zit er vervuiling in de tank?
 - *Het leeg zetten en reinigen van gistingtanks is een omvangrijk en relatief kostbaar proces. Middels de tracertest kan worden vastgesteld of leeg zetten en reinigen noodzakelijk is. Een nulmeting is van belang, bijvoorbeeld bij ingebruikname van een aangepaste of gereinigde tank.*
2. Hoe functioneert de menging c.q. is de mengcapaciteit van de menger voldoende?
 - *Dit vindt vaak plaats bij oplevering van een nieuwe menger waarin aangetoond wordt dat de menger in staat is om binnen een bepaalde tijd de tankinhoud te homogeniseren. Ook kan een tracertest ingezet voor optimalisatie (bijv. gasinblazing langer/korter in bedrijf) van de bestaande menging.*
3. Zijn er kortsluitstromen?
 - *Dit geeft aan of de (nieuwe) menger in staat is om het binnenkomende slib met de tankinhoud te homogeniseren. Bij een kortsluitstroom zal het binnenkomende slib versneld wegstromen uit de reactor en wordt niet het volledige reactor volume effectief benut.*

Vanuit de interviews blijkt dat er twee verschillende tracertesten in Nederland worden toegepast, namelijk een mengproef en verblijftijdsspreidingstest. In de volgende twee paragrafen worden deze methoden nader toegelicht van theorie, voorbereiding tot en met uitvoering en de data-analyse. De voorbereiding en uitvoering – het meetprotocol – staan in aparte hoofdstukken 4 en 5, een voor iedere tracertestmethode. Zo kunnen de meetprotocollen makkelijk gebruikt worden tijdens de voorbereiding en uitvoering van een tracertest. De ervaringen opgehaald uit de vragenlijst zijn verwerkt in praktische knelpunten en de betrouwbaarheid van de methodes op gebied van mengtijd, dood volume en kortsluitstromen.

Het belangrijkste verschil tussen de mengproef en de verblijftijdsspreidingstest is dat bij de verblijftijdsspreidingstest de gisting in normaal bedrijf is en gevoed wordt, terwijl bij de mengproef de gisting niet gevoed wordt. In tabel 2.1 staat een kort overzicht op welk van de eerdergenoemde vragen de methoden(n) inzicht geeft. Een nadere toelichting staat opgenomen in navolgende paragrafen en bij de keuze voor de toe te passen methode in hoofdstuk 3.

TABEL 2.1

OVERZICHT REDENEN OM EEN TRACERTEST UIT TE VOEREN EN WELKE METHODE(N) DAAR GESCHIKT VOOR IS/ZIJN

Reden tracertest	Mengproef	Verblijftijdsspreidingstest
Vervuiling (dood volume)	✓	✓
Functioneren menging	✓	✓*
Kortsluitstromen		✓

* Indien het monsternameschema op de eerste dag gelijk is aan dat van een mengproef

2.3 MENGPROEF

Een mengtest vindt binnen één dag plaats en de gisting wordt niet gevoed. Vlak voordat de toevoerpompen worden afgeschakeld wordt een hoeveelheid tracer materiaal in de gisting aangebracht (bij toepassing van lithium wordt een toename van 150 à 200 µg/l aangehouden). Zodra het tracer materiaal is ingebracht (inclusief naspoelen leidingwerk), wordt de menger conform normale bedrijfsvoering ingeschakeld. Gedurende de dag worden steekmonsters vanuit de gisting genomen en geanalyseerd. Op het eind van de dag is (een en ander afhankelijk van de efficiëntie van de menging) het tracer materiaal in de gisting homogeen opgemengd. Op basis van het verschil tussen de verwachte concentratie en de gemeten concentratie kan het dode volume worden bepaald. Deze methode geeft in korte tijd inzicht in de mengtijd en het dode volume. Aangezien de gisting bij deze test niet wordt gevoed is het niet mogelijk om kortsluitstromen te detecteren.

2.3.1 THEORIE

Een mengproef wordt vaak uitgevoerd om te toetsen of de mengtijd voldoet aan de gestelde eisen in een vraagspecificatie. De mengtijd wordt in een mengproef bepaald door aan de hand van metingen af te lezen vanaf welk moment de tracerconcentratie stabiliseert. Na het verstrijken van de mengtijd is de inhoud van de tank homogeen geworden en als de tank weer gevoed wordt, komt de concentratie afname overeen met dat van een ideaal gemengde tank (CSTR).

De tracer wordt verdeeld over het slib dat zich in het effectief volume bevindt, oftewel de inhoud die gemengd wordt. De verwachte eindconcentratie (C_e) bij een mengproef is gelijk aan de toegevoegde hoeveelheid tracer materiaal gedeeld door het totaal volume van de tank:

$$C_e \left[\frac{kg}{m^3} \right] = \frac{Tracer [kg]}{V [m^3]} \quad (1)$$

Het is mogelijk dat de gemeten eindconcentratie niet overeenkomt met de verwachte eindconcentratie.

- Als de eindconcentratie hoger ligt en de eindconcentratie is gestabiliseerd dan is er vervuiling in de tank aanwezig. Met de hiervoor genoemde formule kan het effectief volume (en het dode volume) worden bepaald door de hoeveelheid tracer materiaal te delen door de gemeten eindconcentratie.
- Als de eindconcentratie nog niet is gestabiliseerd dan is de mengtijd langer dan de duur van de mengproef. Het berekenen van het effectieve volume (en het dode volume) is in dat geval niet mogelijk.
- Als de gemeten eindconcentratie lager ligt, betekent dit dat de tank nog niet homogeen gemengd is en in een ander deel van de tank de concentraties hoger zijn. Bij het berekenen van het effectieve volume is het effectieve volume groter dan het tankvolume. Door tijdens de uitvoering van de proef ook bemonsteringen uit te voeren op andere monsternamenpunten, kan hier meer uitsluitsel over worden gegeven.

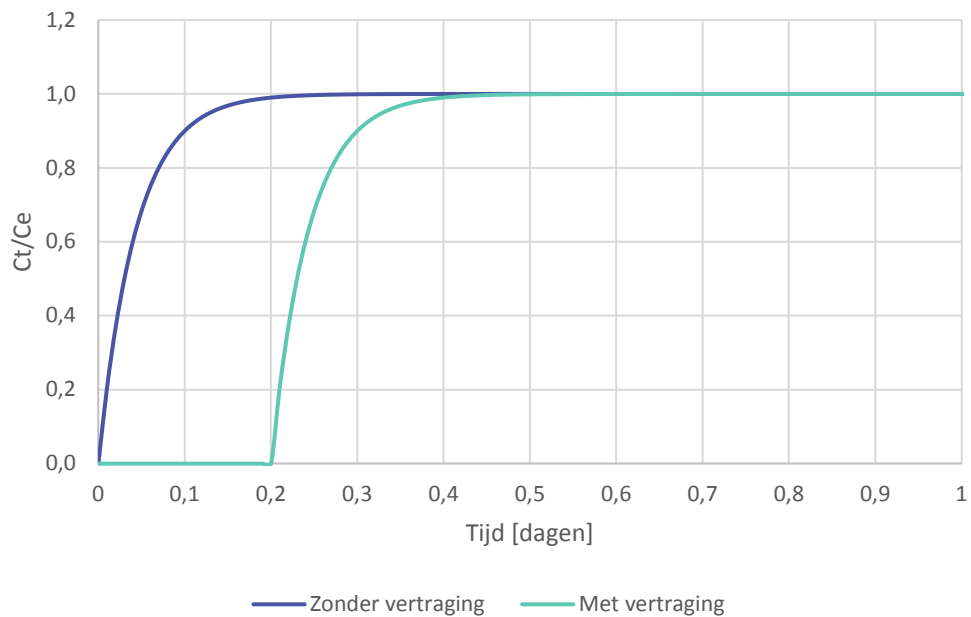
Het concentratieverloop tijdens het mengen kan met een formule benaderd worden. De concentratie in de gistingtank is daarbij afhankelijk van de mengtijd en neemt toe van 0 naar de eindconcentratie. Het kan relatief lang duren totdat de gisting 100 % is opgemengd. In de benaderingsformule van de mengtijd is gekozen om de mengtijd ($t_{0,9}$) te berekenen als 90 % van de eindconcentratie (C_e) is bereikt. De mengtijd wordt in de 'rekentool tracertesten' bepaald op basis van de meetgegevens. De benaderingsformule voor de mengtijd ziet er als volgt uit:

$$C_t = C_e * (1 - 0,1^{t/t_{0,9}}) \quad (2)$$

Op $t=0$ is de concentratie nul: er heeft nog geen menging opgetreden dus de tracer wordt niet gemeten bij het monsternamepunt en berekend met de benaderingsformule. Voor tijdstippen waarop de mengtijd al verstreken is, benadert de formule C_e en is de tracer vrijwel homogeen gemengd (> 90%). In het tussenliggende gebied neemt de berekende concentratie exponentieel toe.

Naast het feit dat binnen de mengtijd de concentratie van 0 naar de eindconcentratie toeneemt, kan er in het begin ook nog een periode zijn waarin helemaal geen concentratietoename wordt waargenomen in de monsters. Dit kan gecorrigeerd worden door een vertragingstijd in formule 2 mee te nemen¹. Figuur 2.1 geeft een weergave van de mengtijd. In dit voorbeeld is 0,1 dag voor $T_{0,9}$ aangehouden en als vertragingstijd 0 en 0,2 dag.

FIGUUR 2.1 CONCENTRATIEVERLOOP TIJDENS EEN MENGPROEF, BENADERD MET FORMULE 2



2.3.2 UITWERKING

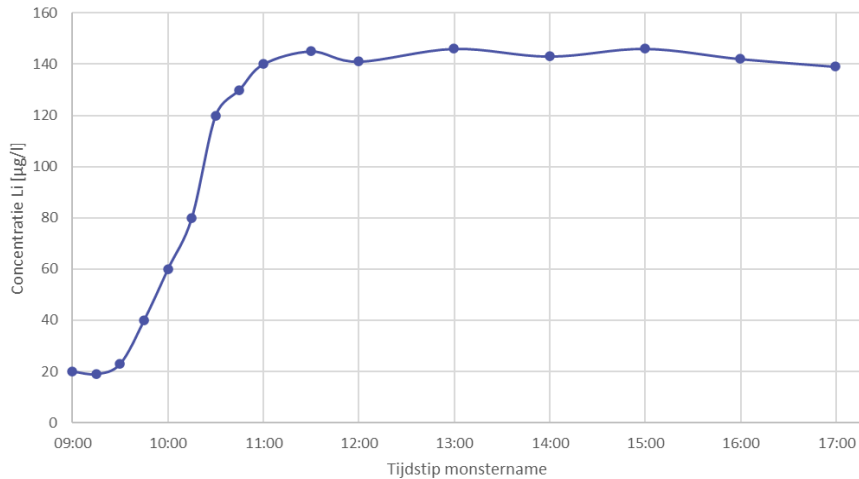
Het uitwerken van een mengproef begint met het grafisch weergeven van de meetresultaten. Een voorbeeld hiervan staat in figuur 2.2. De nummering geeft aan waar de volgende resultaten kunnen worden afgelezen:

- De achtergrondconcentratie: in dit geval ongeveer 20 $\mu\text{g/l}$.
- De mengtijd: loopt van het starten van de proef tot en met het bereiken van een stabiele concentratie, circa 2 uur in navolgend figuur.
- De eindconcentratie tracer: in dit geval ruim 140 $\mu\text{g/l}$.

$$1 \quad C_t = \max(C_e * (1 - 0,1^{(t-t_{\text{vertraging}})/t_{0,9}}); 0) \quad (2)$$

FIGUUR 2.2

VOORBEELD GRAFISCHE WEERGAVE MENGPROEF RESULTATEN



Met de afgelezen eindconcentratie en de gedoseerde hoeveelheid tracer materiaal, kan het effectieve volume bepaald worden. Als het effectieve volume kleiner is dan is er vervuiling in de tank aanwezig (dood volume). Het is ook mogelijk dat het volume groter wordt berekend dan beschikbaar, dat komt dan doordat de tank nog niet homogeen gemengd is. In dat geval geeft de mengproef geen representatief beeld.

2.3.3 MEETAFWIJKING EN ONZEKERHEID

Zoals genoemd in 2.3.1 kan het nuttig zijn om een aantal extra monsters op een andere locatie in de tank te nemen. Dit geeft meer informatie over het stromingsgedrag in de tank en hoe de menger functioneert.

Er zijn meerdere oorzaken die afwijkende metingen kunnen veroorzaken. Vanuit de interviews blijkt dat er twee correcties toegepast kunnen worden (afhankelijk van de oorzaak): correctie voor droge stof en correctie voor de binding van lithium aan slib.

De lithiumconcentratie kan gecorrigeerd worden voor de hoeveelheid droge stof in het slib. Waar slib zit kan namelijk geen lithium zitten. De concentratie lithium in het water valt door deze correctie iets hoger uit, omdat lithium alleen in het watervolume en niet in het totale slibvolume wordt opgelost.

Water is in drie verschillende vormen aanwezig: cellulair gebonden, gebonden tussen slibdeeltjes en als vrij water. Voor de eerste twee vormen kan een correctie toegepast worden (in de 'rekentool tracertest' is hier vooralsnog geen rekening mee gehouden). Dit kan met een apart labexperiment. Los een bekende hoeveelheid lithium op in een bekende hoeveelheid slib met bekend slibgehalte. Meng goed en neem na een paar uur een monster. Bepaal de lithiumconcentratie hiervan. Het verschil tussen de verwachte (op basis van hoeveelheid water) en gemeten lithiumconcentratie is de correctiefactor. Uit metingen blijkt dat deze correctiefactor kan oplopen tot 20 %.

2.4 VERBLIJFTIJDSPREIDINGSTESTEN

Een verblijftijdspreadingstest heeft een doorlooptijd van twee à drie maal de hydraulische verblijftijd en vindt tijdens normale bedrijfsvoering van de gisting plaats. In bijlage 2 staat een toelichting opgenomen waarom het verstandig is om deze doorlooptijden te hanteren. Op dag

1 wordt pulsgewijs/in een korte tijd een hoeveelheid tracer materiaal in de gisting gebracht (bij toepassing van lithium wordt een toename van 1-4 mg/l aangehouden). De afloop van de gisting wordt gedurende de tijd van de test bemonsterd en de monsters geanalyseerd. In het begin van de meting wordt, vanwege grotere fluctuaties in de concentratie, de afloop vaker bemonsterd dan aan het eind. Fluctuaties in de concentratie kunnen in het begin van de meting namelijk ontstaan als gevolg van kortsluitstromen. Daarom is het wel belangrijk dat bij aanvang van de test voldoende monsters genomen worden om de hoogte van de lozingspiek te kunnen waarnemen. Door het concentratieverloop van alle geanalyseerde monsters te vergelijken met de theoretisch verwachte concentraties, kan het dode volume worden bepaald alsmede of er kortsluitstromen zijn. Ook is de mengtijd van de menger af te leiden.

2.4.1 THEORIE

Het concentratieverloop van de tracer in de afvoer van de gisting hangt af van het stromingskarakter van de gisting. Er zijn twee uiterste stromingskarakters waarnaar de stroming zich kan gedragen: een ideaal gemengde tank en een propstroom.

Bij een ideaal gemengd systeem is, direct op het moment van de dosering van het tracer materiaal, de concentratie in het systeem overal gelijk. Door de verversing van de inhoud van de gisting wordt een deel van het tracer materiaal afgevoerd met als gevolg dat de concentratie in de reactor afneemt. Door de constante afvoer neemt de concentratie in de tank exponentieel af.

Bij een propstroom stroomt het slib als een prop van de toevoer naar de afvoer waarbij de propstroom het volledige volume van de gisting aflegt. Bij een ideale propstroomreactor wordt op exact 1x de hydraulische verblijftijd de volledige vracht geloosd (geen verdere opmenging). Bij propstroomreactor vindt doorgaans wel wat opmenging plaats waardoor een soort van 'normaalverdeling' ontstaat waarbij de hoogste piek op 1x de hydraulische verblijftijd wordt gemeten.

Voor een gistingtank wordt echter meestal aangehouden dat het een ideaal gemengde tank is. Op basis van recent uitgevoerde tracertesten blijkt dat het stromingskarakter hiervan kan afwijken als de menging beperkt is. In dat geval ligt het stromingskarakter ergens tussen een ideaal gemengde tank en een propstroom in. Er zijn verschillende modelbenaderingen beschikbaar waarmee het concentratieverloop beschreven kan worden. Voor gistingtanks zijn de belangrijkste in dit hoofdstuk beschreven.

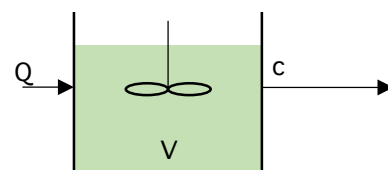
IDEAAL GEMENGDE TANK

De tracerconcentratie in de afloop van de tank is afhankelijk van hoeveel slib binnen een bepaalde tijd is afgevoerd: het cumulatieve slibdebiet Q . Het slibdebiet varieert door de tijd heen, waardoor Q geen lineaire functie van de tijd is/hoeft te zijn. Q kan in een dimensieloze variabele worden uitgedrukt, door deling met het tankvolume V :

$$\theta = Q/V \quad (3)$$

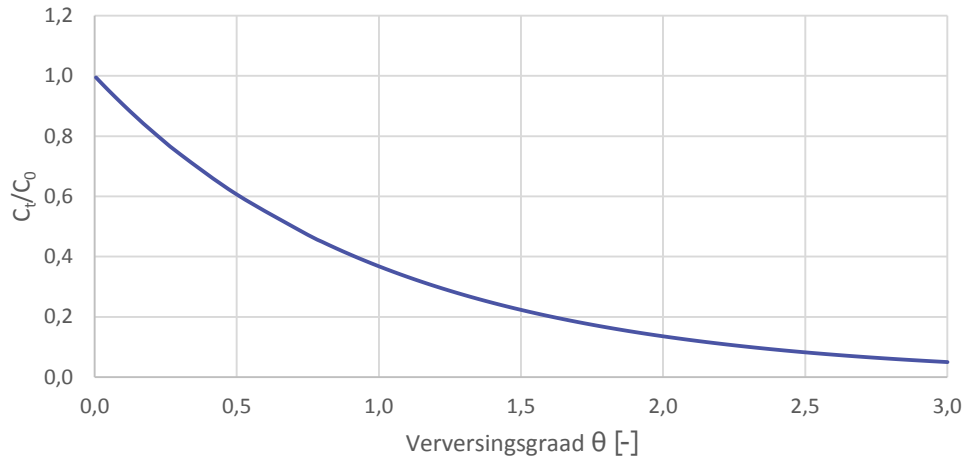
θ wordt de verversingsgraad genoemd. Voor een ideaal gemengde tank kan het concentratieverloop met de volgende formule berekend worden, waarbij C_t de concentratie op tijdstip t en C_0 de beginconcentratie zijn:

$$\frac{C_t}{C_0} = e^{-\theta} \quad (4)$$



C_t/C_0 geeft de concentratieverhouding ten opzichte van de beginconcentratie weer. Ook dit is een dimensieloze eenheid. Door alleen gebruik te maken van dimensieloze eenheden kunnen verschillende systemen eenvoudig met elkaar vergeleken worden. De berekende concentratieverlopen zijn immers niet afhankelijk van het tankvolume, het slibdebiet of de beginconcentratie. Het concentratieverloop in een ideaal gemengde tank is daardoor altijd zoals weergegeven in figuur 2.3.

FIGUUR 2.3 CONCENTRATIEVERLOOP VAN EEN IDEEAAL GEMENGDE TANK, IN DIMENSIELOZE EENHEDEN C_t/C_0 EN θ



Formule 4/figuur 2.3 heeft een aantal beperkingen:

- Er wordt geen rekening gehouden met vertraging door mengtijd.
- Er wordt geen rekening gehouden met dood volume.
- Er wordt geen rekening gehouden met kortsluitstromen.
- Er wordt slechts één stromingskarakter beschreven.

Om deze redenen kan worden afgeweken van het standaard CSTR-model. Hiervoor zijn verschillende uitbreidingen op het CSTR-model ontwikkeld, die in het vervolg van deze paragraaf worden toegelicht. In tabel 2.2 is een overzicht van alle benaderingsformules opgenomen die in deze handleiding behandeld worden.

MENGTIJD

Het mengsysteem heeft enige tijd nodig om de tracer op te mengen met het slib in de gistingtank, meestal enkele uren. In paragraaf 2.3.1 staat een benaderingsformule (formule 2) opgenomen voor de mengtijd. Naast de mengtijd kan de tracer in de aflat ook later worden gedetecteerd door:

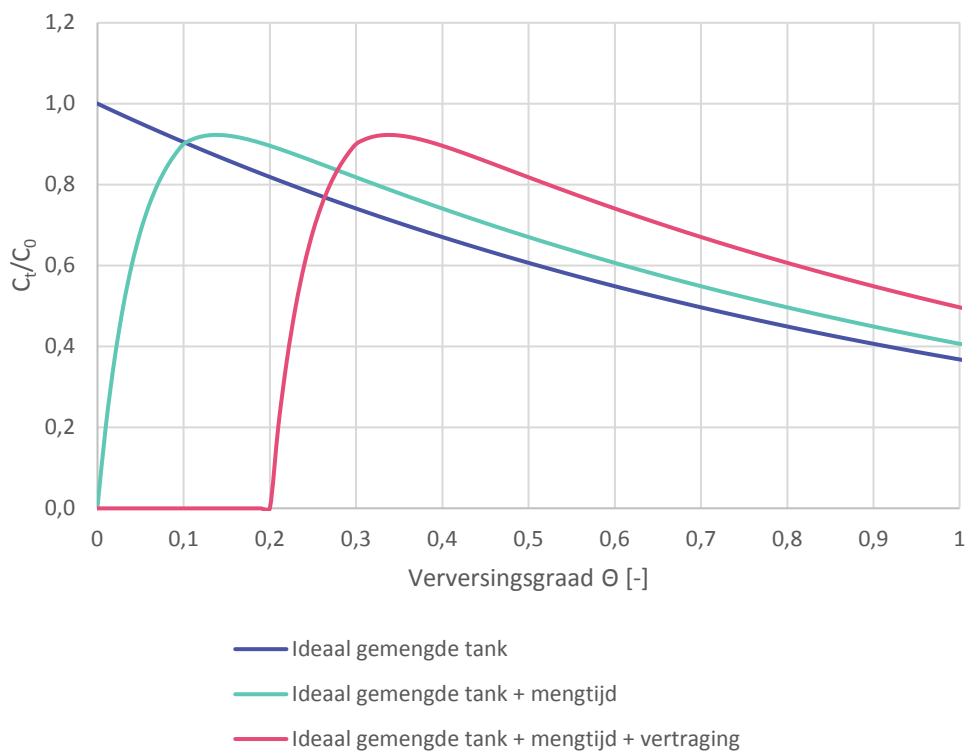
- De lengte van het leidingwerk waarin het tracer materiaal is gedoseerd.
- De duur waarin de tracer in de tank is gedoseerd.

De hiervoor genoemde vertragingen zijn bij een verblijftijdsspreidingstijd vaak niet exact te bepalen. Een verblijftijdsspreidingstest is daarom minder accuraat dan een mengproef in het bepalen van de exacte mengtijd². Deze vertraging is in de 'rekentool tracertesten' meegenomen. Figuur 2.4 geeft een weergave van een ideaal gemengde tank in combinatie met een vertraging als gevolg voor de mengtijd. In dit voorbeeld is een verversingsgraad aangehouden van 0,1 voor $T_{0,9}$ en voor de vertragingstijd 0 en 0,2.

2 Als het belangrijk is om zowel de mengtijd te bepalen als kortsluitstromen te detecteren dan kan gekozen worden om eerst een mengproef uit te voeren en vervolgens extra tracer materiaal in te brengen om kortsluitstromen te detecteren (2 doseringsmomenten van tracer materiaal).

FIGUUR 2.4

CONCENTRATIEVERLOOP IN AFVOER VAN EEN IDEAAL GEMENGD TANK MET EEN FICTIEF EFFECT VAN MENGTIJD EN EEN VERTRAGINGSTIJD MEEGENOMEN



EFFECTIEF VOLUME

Het CSTR-model gaat ervan uit dat de gehele gisting inhoud doorstroomt wordt. Er zijn echter verschillende redenen waardoor het effectief volume kleiner is dan het totaal volume van de tank:

- Ophoping van bijvoorbeeld zand/struviet dat tijdens het gistingproces bezinkt naar de bodem van de gistingstank. Het volume dat het bezinksel inneemt is dan dood volume.
- Menging bereikt niet het hele volume: het mengsysteem mengt slechts een deel van de inhoud van de tank, het overige deel staat vrijwel stil en wordt nauwelijks doorstroomd.

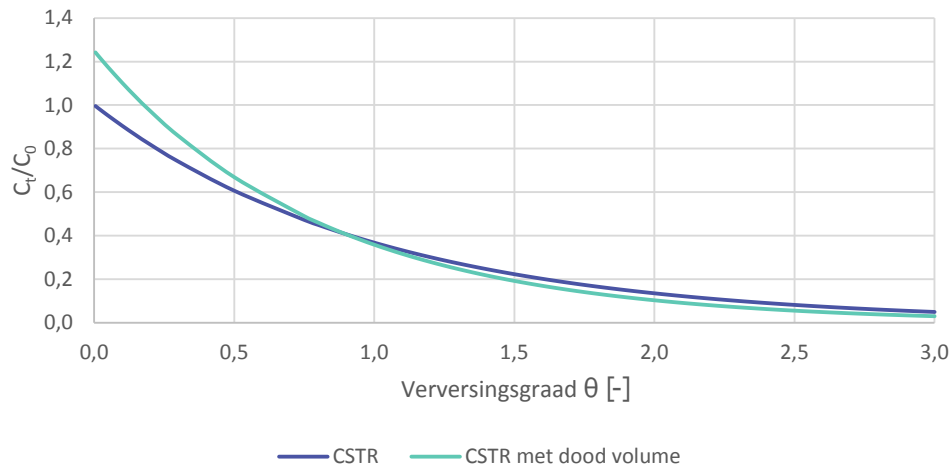
Doordat er dood volume aanwezig is, is het effectief volume kleiner. Dit heeft de volgende effecten op het tracer materiaal:

- De beginconcentratie ligt hoger ten opzichte van het verwachte beginconcentratie.
- De gisting wordt sneller ververst waardoor de tracer dus sneller uitspoelt.

Beide effecten zijn grafisch weergegeven in figuur 2.5.

FIGUUR 2.5

EFFECT DOOD VOLUME OP CONCENTRATIEVERLOOP IN EEN IDEAAAL GEMENGDE TANK (CSTR)



De formule die bij dit model hoort, is als volgt:

$$C_t = C_0 * \frac{e^{-\frac{\theta}{b}}}{b} \quad (5)$$

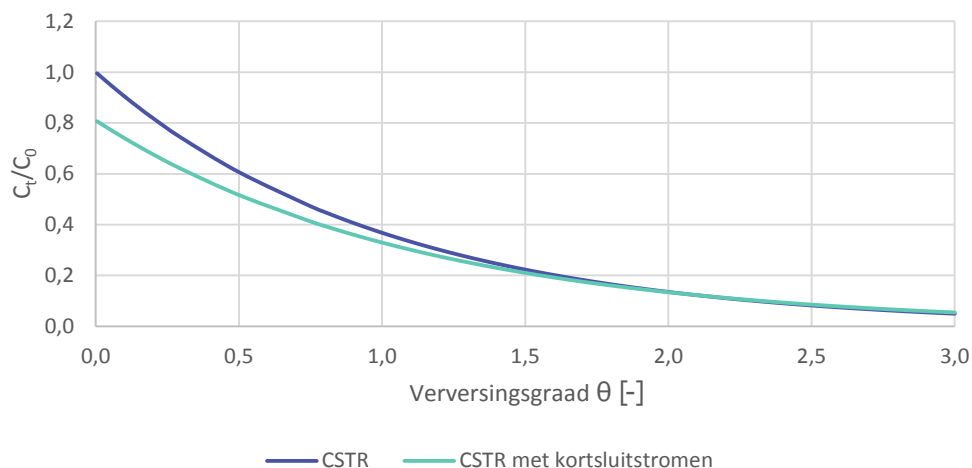
b is het percentage effectief volume ten opzichte van het totale volume.

KORTSLUITSTROMEN

Uit het verloop van de gemeten concentraties kan een kortsluitstroom herkend worden aan een piek in de concentratie aan het begin van de meetperiode. Als deze piek niet bemonsterd is (doordat bijvoorbeeld op dag 1 de eerste monsternamen plaatsvindt), is het niet terugvinden van al het tracer materiaal in de monsters een indicatie voor een kortsluitstroom. Met een simpele aanpassing op het CSTR-model kan een kortsluitstroom gemodelleerd worden, zie figuur 2.6 en formule 6. Dit model is goed toepasbaar als er geen piekconcentraties zijn gemeten. Voor een model dat ook de piek simuleert, wordt naar onderstaande theorie over parallel geschakelde CSTR-systemen verwezen.

FIGUUR 2.6

EFFECT KORTSLUITSTROOM OP CONCENTRATIEVERLOOP IN EEN IDEAAAL GEMENGDE TANK (CSTR)



De formule waarmee een kortsluitstroom gemodelleerd kan worden (zonder detectie van de piek) is:

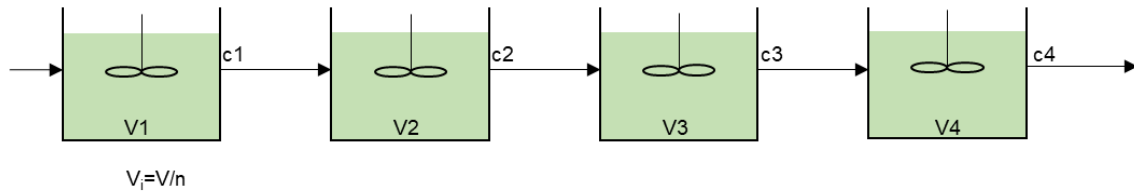
$$C_t = C_0 * d^2 e^{-d\theta} \quad (6)$$

d is hierbij het percentage van het slibdebiet dat in de gisting wordt opgemengd.

TANKS IN SERIE

Zoals in het begin van deze paragraaf benoemd is, ligt het stromingskarakter in de praktijk tussen een ideaal gemengd systeem en een propstroom in. Afwijkend van een ideaal gemengde tank is dat het tracer materiaal niet direct uitspoelt. Als reactoren in serie geschakeld staan, ontstaat ook een vertraging van de uiteindelijke geloosde concentratie van de laatste reactor. Immers spoelt eerst een deel van de eerste tank uit naar de tweede tank en vervolgens naar de 3^e tank enzovoorts. Een schematische weergave van het tanks in serie model staat in navolgend figuur opgenomen. Hierin geldt dat n het aantal in serie geschakelde tanks (volume is voor iedere tank gelijk).

FIGUUR 2.7 SCHEMATISCHE WEERGAVE TANKS IN SERIE



Des te meer tanks in serie geschakeld staan des te langer het duurt voordat het tracer materiaal uitspoelt. Ook de snelheid waarmee het tracer materiaal in de afloop toe-/afneemt wordt over de tijd steeds scherper. Een oneindig aantal in serie geschakelde CSTR-tanks representeert het model voor een ideale propstroomreactor (alles komt exact bij verversingsgraad één uit de tank). De formule behorend bij CSTR-tanks in series is:

$$C_t = C_0 * \frac{(n^n \theta^{n-1}) e^{-n\theta}}{\Gamma(n)} \quad (7)$$

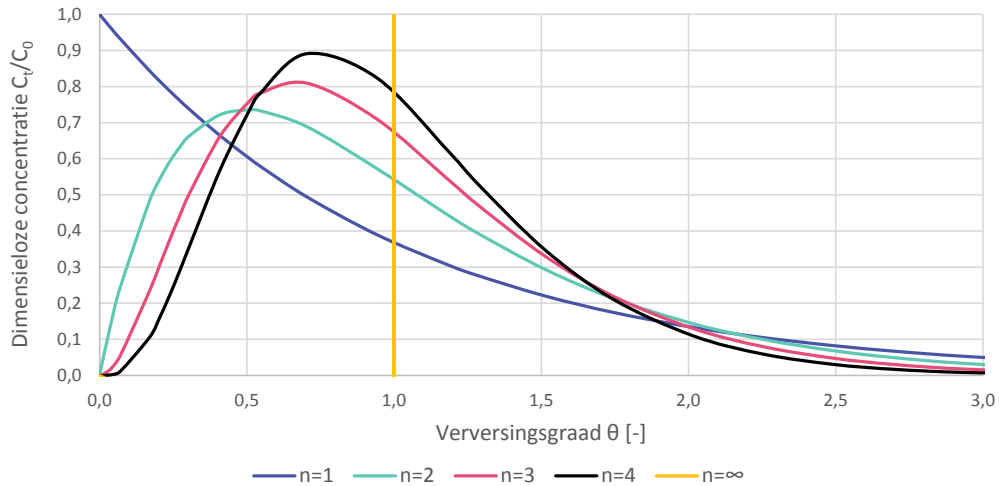
$\Gamma(n)$ is de statistische gammafunctie en is als een aparte functie in te zetten binnen Excel en zorgt ervoor dat de berekende concentratie wordt genormaliseerd. De statistische gammafunctie is een verdelingsmethode³ waarbij de plek van de piek en scheef-/steilheid van de verdeling flexibel is. Dit komt goed overeen met wanneer een piekconcentratie in de praktijk gemeten wordt en de snelheid waarmee de concentratie toe-/afneemt. Hiermee kan het concentratieverloop vanuit de gisting dus goed worden beschreven en om die reden wordt deze statistische gammafunctie gebruikt bij de tanks in serie. De parameter die in de gammafunctie wordt gebruikt is enkel het aantal tanks dat in serie geschakeld is.

Het berekende concentratieverloop bij 1, 2, 3, 4 en oneindig veel verschillende tanks in serie staat in figuur 2.8 weergegeven.

3 Bij een normaalverdeling zijn echter waarden boven en onder het gemiddelde even waarschijnlijk en daarmee kan het concentratieverloop niet goed worden beschreven.

FIGUUR 2.8

CONCENTRATIEVERLOOP BIJ IN SERIE SCHAKELING VAN TANKS. 1 IS GELIJK AAN HET MODEL VOOR EEN IDEAAAL GEMENGDE TANK, ∞ AAN DAT VOOR EEN PROPSTROOM



Het tanks in serie model kan verder verfijnd worden; op dezelfde wijze als het model voor de ideaal gemengde tank. Dit kan door het percentage effectief volume en/of het percentage debiet dat niet via een kortsluitstroom stroomt mee te nemen. De volgende formules beschrijven deze extra opties: respectievelijk toevoeging dood volume en toevoeging kortsluitstroom. In het overzicht in tabel 2.2 staat ook de combinatie opgenomen die hier logischerwijze uit voort vloeit.

$$C_t = C_0 * \frac{(n^n \theta^{n-1}) e^{-\frac{n\theta}{b}}}{b^n * \Gamma(n)} \quad (8)$$

$$C_t = C_0 * \frac{((d^2 n)^n \theta^{n-1}) e^{-dn\theta}}{\Gamma(n)} \quad (9)$$

PARALLELE SCHAKELING VAN TANKS VOOR KORTSLUITSTROMEN

Een andere uitbreiding op het stromingskarakter van een ideaal gemengd systeem is het parallel schakelen van twee of meer CSTR-systemen. Dit is zinvol wanneer een deel van de inhoud van de tank sneller wordt verversd dan een ander deel. Dit is het geval bij kortsluitstromen. Om de totale concentratie in de afloop te berekenen wordt de tank opgedeeld in meerdere volumes. De volumes worden gescheiden op basis van verversingsgraad. Ieder volume heeft dus een andere verblijftijd. Voor ieder volume wordt individueel de tracervracht in de afvoer bepaald. De totale eindconcentratie is de som hiervan, gedeeld door het totale slibdebiet:

$$C_t = \frac{\sum_i C_{i,0} e^{-\theta_i} * Q_i}{Q_t} \quad (10)$$

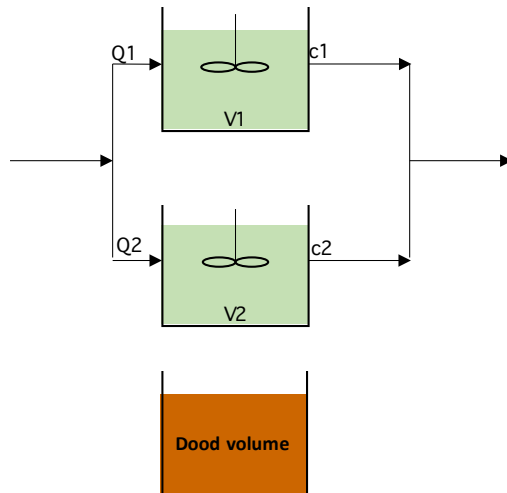
Hierbij is $C_{i,0}$ de beginconcentratie in volume V_i , en zijn θ_i en Q_i respectievelijk de bijbehorende verversingsgraad en het bijbehorend slibdebiet. Om het effectief en dode volume met de voorgaande functie te bepalen, moet een extra term worden toegevoegd zoals in formule (4). De formule wordt dan:

$$C_t = \frac{\sum_i \frac{C_{i,0} e^{-\frac{\theta_i}{b}}}{b} * Q_i}{Q_t} \quad (11)$$

In deze handleiding wordt alleen $i=2$ meegenomen. Hierbij is een van de twee volumes het volume van de kortsluitstromen, het andere dat van het goed gemengde deel. In welke mate sprake is van een kortsluitstroom is te bepalen met een verhoudingsgetal $(Q_1/Q_t)/(V_1/V_t)$. Als deze verhouding 1 is, is er geen kortsluitstroom aanwezig. Immers is de verblijftijd in de kortsluitreactor gelijk aan die van de hoofdreactor. Als de waarde hoog is (>5), is er sprake van

een significante kortsluitstroom. Een schematische weergave van twee parallel geschakelde tanks met een dood volume staat in navolgend figuur.

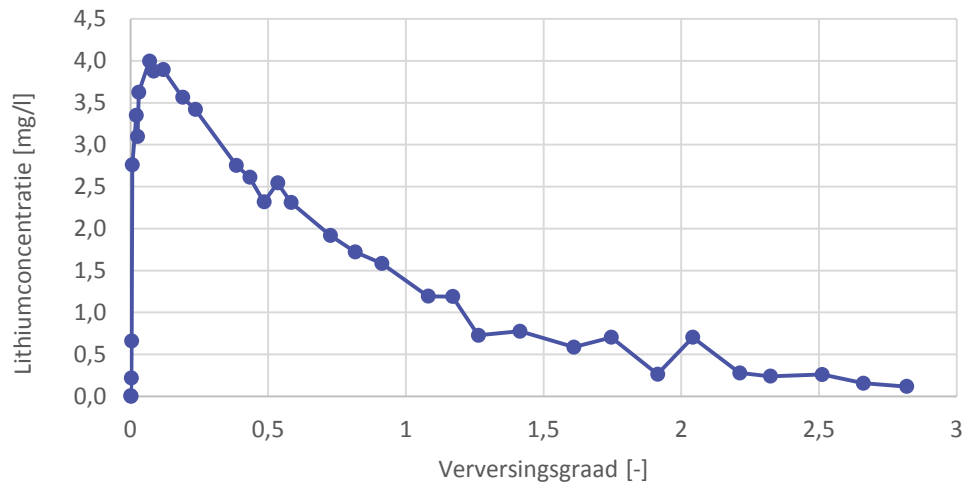
FIGUUR 2.9 SCHEMATISCHE WEERGAVE VAN PARALLEL GESCHAKELDE TANKS MET DOOD VOLUME



2.4.2 UITWERKING

De werking van de gisting kan beoordeeld worden aan de hand van de slibmonsteranalyses en de hoeveelheid aangevoerd slib. Figuur 2.10 geeft een voorbeeld van de uitkomsten van een tracertest.

FIGUUR 2.10 VOORBEELD GRAFISCHE WEERGAVE GEMETEN CONCENTRATIES UITGEZET TEGEN DE VERVERSINGSGRAAD

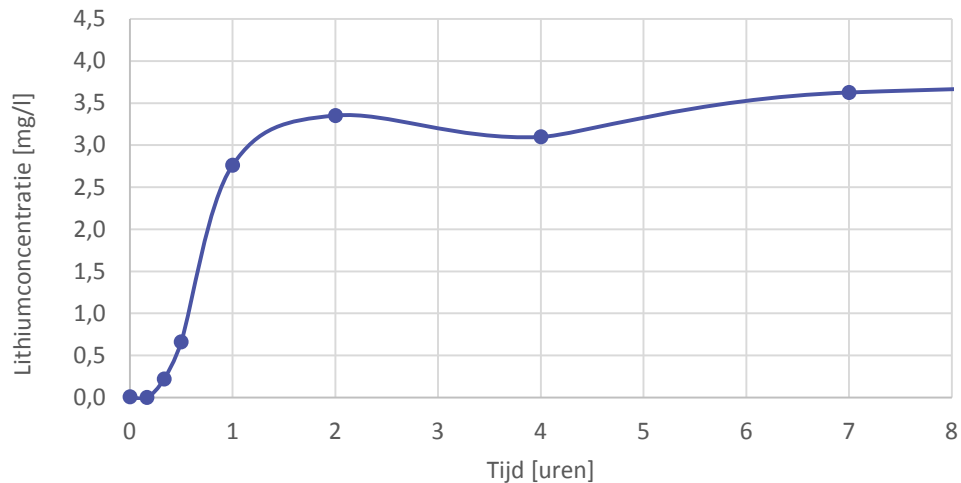


Met de monsters die in de eerste uren zijn genomen, kan informatie worden afgeleid over het functioneren van de menging. Enerzijds kan gekeken worden naar de snelheid waarmee het lithium in de gisting wordt opgemengd, anderzijds of er kortsluitstromen plaatsvinden. De kortsluitstroom kan herkend worden aan piekconcentraties (meestal binnen enkele uren).

Hoe goed de mengtijd afgelezen kan worden hangt af van het aantal metingen op de eerste dag. In onderstaande figuur is alleen dag 1 van figuur 2.10 weergegeven om de mengtijd af te kunnen lezen. Na 1 uur blijkt de tankinhoud al redelijk goed gemengd, na 2 uur is de tankinhoud goed gemengd. Aan het einde van de eerste meetdag neemt de concentratie nog steeds toe. Volledige menging duurt dus langer dan 7 uur.

FIGUUR 2.11

EERSTE DAG VAN FIGUUR 2.10 UITVERGROOT OM DE MENGTIJD AF TE KUNNEN LEZEN



De vorm van het concentratieverloop geeft het stromingsgedrag van de tank weer. Hierbij geldt in het algemeen dat hoe dichter de piekconcentratie bij verversingsgraad nul ligt, hoe meer het stromingsgedrag dat van een ideaal gemengde tank benadert. Des te verder de piekconcentratie van verversingsgraad nul af ligt, hoe meer het stromingsgedrag op een propstroom lijkt.

De metingen kunnen vervolgens geduid worden met de theorie. In de theorieparagraaf zijn hiervoor verschillende modellen beschreven. Deze modellen kunnen worden opgedeeld in CSTR-systemen, CSTR-tanks in serie en parallel geschakelde tanks. In tabel 2.2 staan de formules en bijbehorende variabelen en parameters samengevat. Om de modellen goed met de metingen te kunnen vergelijken dienen ze gekalibreerd te worden. Binnen het meegeleverde model wordt hiervoor de kleinste kwadratenmethode toegepast. Voor een nadere toelichting van de kleinste kwadratenmethode wordt verwezen naar bijlage 3.

Om op een uniforme wijze de tracertesten te kunnen analyseren is een rekentool ontwikkeld en beschikbaar gemaakt. Met de 'rekentool tracertesten' kan data van een mengproef, een verblijftijdsspreidingstest of beiden worden geanalyseerd. Voor alle modelbenaderingen die in dit rapport beschreven staan, is het concentratieverloop in de rekentool zichtbaar. De rekentool geeft daarnaast zelf aan welke modelbenadering het beste overeenkomt met de praktijkgegevens en vergelijkt deze met dat van een ideaal gemengde tank. Voor een nadere toelichting voor het gebruik van de rekentool wordt verwezen naar de handleiding, zie bijlage 6.

TABEL 2.2 HYDRAULISCHE MODELLEN VOOR BEOORDELEN GISTINGSTANK

Hydraulisch model	Functie	Parameters
1. Ideaal gemengde tank		
CSTR (ideaal gemengde tank)	$C_t = C_0 e^{-\theta}$	C_t = berekende concentratie op tijdstip t
CSTR met kortsluitstroom	$C_t = C_0 * d^2 e^{-d\theta}$	C_0 = startconcentratie
CSTR met dode zones	$C_t = C_0 * \frac{e^{-\frac{\theta}{b}}}{b}$	θ = verversingsgraad reactor: debiet (Q) / volume (V)
CSTR met dode zones en kortsluitstromen	$C_t = C_0 * \frac{d^2 e^{-\frac{d\theta}{b}}}{b}$	d = fractie van het debiet dat in de gisting wordt opgemengd 1-d = fractie debiet in kortsluitstroom
2. Meerdere tanks in serie		
CSTR's in serie met ieder gelijk volume	$C_t = C_0 * \frac{(n^n \theta^{n-1}) e^{-n\theta}}{\Gamma(n)}$	b = fractie effectief volume ten opzichte van totaal volume
CSTR's in serie met dood volume	$C_t = C_0 * \frac{n^n \theta^{n-1}}{b^n \Gamma(n)} e^{(-\frac{n}{b}\theta)}$	1-b = fractie dood volume ten opzichte van totaal volume
CSTR's in serie met kortsluitstromen	$C_t = C_0 * \frac{(d^2 n)^n \theta^{n-1}}{\Gamma(n)} e^{(-dn\theta)}$	n = aantal in serie geschakelde tanks Γ = Gamma functie*
CSTR's in serie met ieder gelijk volume, dood volume en kortsluitstroom	$C_t = C_0 * \frac{(d^2 n)^n \theta^{n-1}}{b^n \Gamma(n)} e^{(-\frac{dn}{b}\theta)}$	
3. Parallele schakeling van tanks		
Ideaal gemengde tank	$C_t = \frac{\sum_i C_{i,0} e^{-\theta_i} * Q_i}{Q_t}$	Sommeer over alle parallel geschakelde tanks, waarbij $C_{i,0}$ en θ_i de startconcentratie en verseringsgraad per i-de tank zijn. θ_i is het debiet Q_i naar de betreffende reactor gedeeld door het volume van de reactor V_i .
Met dood volume	$C_t = \frac{\sum_i \frac{C_{i,0} e^{-\frac{\theta_i}{b}}}{b} * Q_i}{Q_t}$	

* gedefinieerd als $\Gamma(n) = \int_0^{\infty} x^{n-1} e^{-x} dx$

2.4.3 MEETAFWIJKING EN ONZEKERHEID

Met name in het begin van de verblijftijdsspreidingstest kunnen de gemeten concentraties fluctueren, doordat het tracer materiaal dan nog niet volledig in de gisting is opgemengd. Wanneer in de modellen het concentratieverloop wordt gebruikt om op te kalibreren, hebben deze afwijkingen relatief veel invloed op de kalibratie en het eindresultaat. Daarom is in deze handleiding gekozen om op tracervrachten in plaats van concentraties te kalibreren. Zo worden de fluctuaties in het begin – wanneer nog weinig vracht is uitgespoeld – minder zwaar meegewogen. Deze methode vindt u terug in de ‘rekentool tracertesten’.

2.5 TRACERMATERIAAL

Bij een tracertest wordt zoals de naam doet vermoeden een tracer materiaal toegevoegd aan de gistingstank. Gedurende de uitvoering van de test wordt de concentratie van de tracer meerdere malen gemeten. Om goede resultaten te kunnen halen is het van belang dat het tracer materiaal:

- Niet reageert met andere stoffen in de gistingstank.
- Niet geadsorbeerd wordt door het slib.
- Niet biologisch afbreekbaar is.
- Niet of nauwelijks aanwezig is en/of qua (achtergrond)concentratie sterk fluctueert.
- Goed detecteerbaar/analyseerbaar is in het uitgegiste slib.
- Geen nadelige gevolgen heeft voor het gistings- en zuiveringsproces (bijvoorbeeld toxisch).

Lithiumchloride is een veelgebruikte stof: het hecht niet aan slib en vormt niet/nauwelijks neerslagen. Chloride is een bekende stof op zuiveringen en heeft geen nadelig effect op het zuiverings- en gistingsproces. Daarnaast is de concentratie lithium in slib over het algemeen laag (20 – 200 µg/l). In de volgende paragraaf wordt nader ingegaan op de eigenschappen en analysemethodes voor lithiumchloride. Omdat lithium veel gebruikt wordt voor accu's is de vraag naar lithium groot en daarmee ook de prijs. Daarom zijn een aantal alternatieven beschreven, maar hiermee is nog geen/onvoldoende ervaring opgedaan. Het verdient de aanbeveling om alternatieve tracers in een vergelijkend onderzoek nader te onderzoeken.

2.5.1 LITHIUMCHLORIDE

Lithiumchloride is in poeder of vloeistof te verkrijgen. Omdat de gistingstanks doorgaans een relatief groot volume hebben en het wenselijk is om significante concentratieverhoging te krijgen is het meest gebruikelijk om lithiumchloride in poedervorm aan te schaffen en op locatie op te lossen. Hierbij dient rekening te worden gehouden met de warmteproductie (exotherme reactie), de oplosbaarheid van lithiumchloride in water en dat een lithiumcarbonaat neerslag gevormd kan worden. Hanteer hierbij de volgende eigenschappen:

- Maximale oplosbaarheid lithiumchloride in water: 569 – 835 kg/m³ (bij 20 °C en pH 7)⁴.
- Oplosbaarheid lithiumcarbonaat in water ~35 kg Li/m³ (bij 37 °C en pH 7)⁵.
- Exotherme reactie bij oplossen in water ($\Delta H_{\text{soln}} = 40 \text{ kJ/mol}$), dit komt neer op 0,22 °C per kg LiCl per m³ water.

In hoofdstuk 6 wordt uitgewerkt hoe deze eigenschappen gebruikt kunnen worden om te bepalen in hoeveel water het lithiumchloride opgelost dient te worden.

Er zijn verschillende analysemethodes waarmee de lithiumconcentratie kan worden bepaald, namelijk:

- Chemische analyse op/door een laboratorium.
- Lithiumsensoren.
- Benchtop NMR.

CHEMISCHE ANALYSE OP/DOOR EEN LABORATORIUM

Chemische analyse van slibmonsters is de standaardmethode en kan worden uitgevoerd door gecertificeerde laboratoria zoals Aqualysis, AL-West, Eurofins, et cetera. Voor het inklaan van de monsters bij een laboratorium dient een matrix van het medium aangegeven te worden. In hoofdlijnen zijn er de volgende matrices: slib/grond, (oppervlakte)water en (3) afvalwater. Afhankelijk van de matrix wordt standaard wel of geen destructie/koningswaterontsluiting

⁴ ECHA-database, Scientific properties lithiumchloride

⁵ Bij een pH van 7, 40 % CO₂ en 37 °C bedraagt de concentratie carbonaat $2,8 \cdot 10^{-5}$ mol/l. De evenwichtsconstante bedraagt $8,15 \cdot 10^{-4}$ mol/l. Hieruit kan worden berekend dat vanaf 37,7 g/l precipitatie op kan treden.

toegepast, dit verschilt per laboratorium. Het toepassen van een destructie/koningswaterontsluiting valt wel aan te raden zodat eventuele precipitaties/gebonden delen alsnog geanalyseerd worden. Aan de hiervoor genoemde 3 laboratoria zijn vragen gesteld ten aanzien van de gebruikte analysemethoden, detectiegrenzen, en de betrouwbaarheid/reproduceerbaarheid. In tabel 2.3 staan de gegevens samengevat.

TABEL 2.3 ANALYSEMETHODE, DETECTIEGRENSEN EN BETROUWBAARHEID OPGEVRAAGD BIJ DRIE GECERTIFICEERDE LABORATORIA

Matrix	Analysemethode	Detectiegrens	Betrouwbaarheid
Slib/grond	ICP-AES / ICP-MS	0,5 – 5 mg/kg ds	13 – 14 %
(Oppervlakte)water	ICP-MS	2 – 3 µg/l	11 – 14 %
Afvalwater	ICP-MS	2 – 6 µg/l	11 – 14 %

De meest gebruikte analysemethode is de ICP-MS. Daarmee kan lithium binnen een concentratiebereik van 0,002 tot 100 mg/l gemeten worden. Schade aan een ICP kan echter ontstaan als de concentraties relatief hoog zijn. Tot 100x detectiegrens is doorgaans geen probleem om onverdund te analyseren. Daarboven is het nodig om het monster te verdunnen. Verstandig is om bij het aanleveren van de monsters een extra melding te plaatsen (bijvoorbeeld ‘verdacht’ of ‘hoge concentraties’) óf zelf de monsters te verdunnen en deze verdunde monsters aan te leveren. Bij mengproeven is het vaak niet nodig om te verdunnen, maar bij verblijftijdspreadingstesten wel.

Aan de laboratoria is ook gevraagd welke analysemethode ze aanraden gezien de bron (afvalwater) en samenstelling van het monster (2-8 % ds en 0,05 tot 4 mg Li/l). De laboratoria spreken voorkeur uit om het monster als afvalwater aan te melden, destructie toe te passen en met een ICP-MS te analyseren. Ook met technieken als AAS of ICP-AES kunnen goede meetresultaten worden behaald. Deze technieken hebben een hogere detectiegrens (en dus ook meetbereik). Het valt sowieso aan te bevelen om alle monsters met dezelfde analysemethode te meten. Dit om eventuele fluctuaties in meettechnieken te voorkomen.

LITHIUMSENSOREN

Tijdens de interviews en de ‘COP optimalisatie slibgistingen’ hebben verschillende partijen aangegeven een proef met lithiumsensoren gedaan te hebben, gelijktijdig met chemische analyse om de resultaten te kunnen vergelijken. Het voordeel van een sensor is dat deze continu de lithiumdosering meet, waardoor het verspreidingspatroon beter geregistreerd kan worden. Een kortsluitstroom wordt bijvoorbeeld niet ‘gemist’ door een gebrek aan voldoende metingen tijdens het voordoen van de kortsluitstroom. Helaas is gebleken dat de huidige beschikbare sensor (Mettler Toledo ISE DX207-Li) te onnauwkeurig en inconsistent waardoor sensor niet toepasbaar is. Om een betrouwbare meting te verkrijgen dient bij iedere (1-2 metingen) de sensor opnieuw te moeten worden gekalibreerd. Deze methode van lithiumdetectie is niet praktisch uitvoerbaar voor een verblijftijdsspreidingstest. Aangezien het toepassen van een sensor wel een sterke meerwaarde heeft, wordt aanbevolen om de ontwikkelingen van de sensoren te blijven volgen en nader onderzoek hiernaar te blijven doen.

BENCHTOP NMR-APPARAAT

Met een Benchtop NMR-apparaat kunnen specifieke isotopen gedetecteerd worden zoals ^1H , ^7Li , ^{27}Al , ^{13}C , ^{19}F , ^{23}Na , ^{29}Si , ^{31}P , ^{59}Co , ^{199}Sn . Net als bij lithiumsensoren is het voordeel van de methode dat er continu gemeten wordt. Deze methode is nog niet toegepast op het detecteren van een tracer in uitgestort slib. In deze handleiding wordt deze methode daarom niet verder behandeld.

2.5.2 INNOVATIES

In deze paragraaf wordt een innovatieve methode besproken voor het uitvoeren van tracertesten. Het betreffen innovaties en zijn nog niet eerder toegepast in een tracertest voor een gisting in Nederland. Het verdient de aanbeveling om de toepasbaarheid van deze innovaties te verkennen.

CHIPS

Bij deze methode zijn RF-chips (soortgelijk als bij huisdieren in de nekplooi) het tracer-materiaal. Ze worden ingebracht in de toevoerleiding van de gisting. Bij de afvoer van de gisting wordt een detectieapparaat geplaatst, dat de individuele chips herkent en registreert op welk moment ze uit de gisting worden afgevoerd. Op basis van het aantal chips die geregistreerd zijn kan eenzelfde soort concentratieverloop worden verkregen als bij het toepassen van lithiumchloride. De chips kunnen niet hergebruikt worden. Deze techniek is door Brightwork reeds toegepast om de spoelsnelheid in continue zandfilters te bepalen. De techniek is nog niet getest op gistingen.

TRACERCO

Tracerco is een bedrijf uit Groot-Brittannië dat gespecialiseerd is in het fabriceren van tracermaterialen die makkelijk te analyseren zijn. Slibmonsters van gistingen zijn in het verleden opgestuurd en getest op welke producten van Tracerco geschikt zijn. De producten T-176A, T-140A, T-140B en T-140C bleken goed terug te vinden en zijn detecteerbaar tot 5 µg/l. De samenstelling en het specifieke materiaal dat gedetecteerd wordt, wordt door de leverancier niet vrijgegeven. Het is daarom ook niet bekend of dit materiaal toxisch is voor het slib. Onderzoek naar de toxiciteit voor de microbiologie (in de water- en sliblijn) is dus nodig voordat dit materiaal bij tracertesten toegepast kan worden.

3

KEUZE VOOR TOE TE PASSEN METHODE

In dit hoofdstuk staan de overwegingen voor het kiezen van een geschikte methode. De overwegingen zijn gebaseerd op basis van beschikbare rapportages en de antwoorden op de vragenlijst. Met deze overwegingen kunnen gebruikers bepalen welke tracertest het meest geschikt is om in hun specifieke situatie de menging van de gisting te testen. In navolgende tabel staat een korte samenvatting van de verschillende methodes. Onder de tabel worden de verschillen nader toegelicht.

TABEL 3.1 SAMENVATTEND OVERZICHT VAN TOEGEPASTE METHODES

	Mengproef	Verblijftijdsspreidingstest
Doorlooptijd	1 d	2 à 3x HVT
Benodigde gegevens voor interpretatie resultaten	Inhoud SGT, hoeveelheid tracer materiaal	Inhoud SGT, hoeveelheid tracer materiaal, toevoerdebiet, hydraulisch model
Mate van inzicht:		
Mengtijd	Betrouwbaar, mits meetduur < mengtijd	Redelijk
Dood volume	Betrouwbaar, mits meetduur < mengtijd	Betrouwbaar
Kortsluitstroom	Niet mogelijk	Redelijk
Inschatting kosten	EUR 3.000,00 – 5.000,00	EUR 15.000,00 – 20.000,00

De mengtijd kan met een mengproef en verblijftijdsspreidingstest bepaald worden. Bij beiden wordt de mengtijd afgelezen uit de gemeten concentraties op de eerste dag. Een voordeel van een verblijftijdsspreidingstest is dat deze qua stroming een realistischer beeld geeft, omdat de stroming overeenkomt met de normale bedrijfsvoering. Het voordeel van een mengproef, is dat er minder onzekerheden zijn, aangezien de analyse niet afhankelijk is van de debietmeting. Daarnaast is bij een mengproef het moment waarop de menging ingaat duidelijker dan bij een verblijftijdsspreidingstest. Bij een mengproef wordt namelijk eerst al het tracer materiaal in de tank ingebracht en daarna pas de menging ingeschakeld. Terwijl bij de verblijftijdsspreidingstest de tracer over een langere tijdsperiode ingebracht (+/-15 minuten) wordt en de tracer ook al direct opgemengd wordt. Daarmee zal het langer duren voordat tracer materiaal volledig is opgemengd in de tank.

Het is echter mogelijk dat de menging langer duurt dan ~8 uur (met name bij gasinblazing met relatief weinig gaslansen). Een mengproef is bij deze lange mengtijden niet geschikt.

Een dood volume kan gedetecteerd worden met zowel een mengproef als een verblijftijdsspreidingstest. In een mengproef zorgt een dood volume ervoor, dat de eindconcentratie lithium hoger is dan verwacht op basis van het totale volume en de hoeveelheid gedoseerd lithium. In een verblijftijdsspreidingstest spoelt de tracer sneller uit dan verwacht op basis van het totale volume. Het dood volume kan met verschillende hydraulische modellen bepaald worden. Een aantal zijn opgenomen in deze handreiking. Beide methodes zijn nauwkeurig, mits in het geval van de mengproef de mengtijd korter is dan de meetduur. In het geval van

een verblijftijdsspreidingstest hangt de onnauwkeurigheid af van de nauwkeurigheid van de debietmeter.

Een kortsluitstroom kan alleen bepaald worden met een verblijftijdsspreidingstest, omdat de gisting gevoed moet worden. Hoe goed deze gedetecteerd kan worden hangt af van het aantal monsters dat genomen is ten tijde van het uitspoelen van de tracer in de kortsluitstroom. Als deze piek waargenomen wordt is de kortsluitstroom redelijk te bepalen. Wanneer er geen monsters van de piekconcentraties zijn, dan is dit af te leiden van een lagere concentratie. In de 'rekentool tracertesten' kunnen beide opties worden gekwantificeerd.

Op basis van het voorgaande kan worden geconcludeerd worden dat een mengproefvoldoende inzicht geeft in de mate van vervuiling en het functioneren van de menging. De kosten voor deze proef zijn relatief beperkt omdat de lithiumconcentratie slechts beperkt hoeft te worden verhoogd.

Als men ook geïnteresseerd is in het stromingsgedrag van de tank en het bepalen van kortsluitstromen dan is een verblijftijdsspreidingstest noodzakelijk.

4

MEETPROTOCOL EN PLAN VAN AANPAK MENGPROEF

4.1 VOORBEREIDING EN MATERIALEN

Bij de voorbereiding van een mengproef horen:

- Vaststellen van doseerpunt tracer materiaal (zie paragraaf 4.2).
- Vaststellen monsternamepunt gistingtank (mogelijkheden verschillen per locatie).
- Bespreken van datum voor uitvoering van de mengproef.
- Verzamelen en aankopen van benodigde materialen (zie navolgende opsomming).

Ook is het van belang om een aantal randvoorwaarden te stellen waarbij de mengproef doorgang kan hebben óf juist afgelast moet worden. Mocht de mengproef door derden worden uitgevoerd dan dient dit in samenspraak te gebeuren met het waterschap.

Voorafgaand aan de uitvoering van de test is het van belang dat alle benodigde materialen aanwezig zijn op locatie. Neem de volgende materialen mee voor de test:

- Tracer (hoeveelheid op basis van volume gisting, achtergrondconcentratie en analysemethode) – inclusief material safety datasheet (MSDS).
- IBC-container met Geka koppeling voor aanmaak tracervloeistof.
- Mixer (elektrisch of handmatig).
- Vat-pomp voor doseren tracervloeistof.
- Slangen met bevestigingsmateriaal (Geka) voor doseren tracervloeistof.
- Monsternameschema.
- Monsterhouders (aantal stuks op basis van monsternameschema).
- Monstername emmer, -trechter en scheplepel.
- Sticker materiaal en stift.
- Mond-/stofmasker.

De achtergrondconcentratie varieert tussen 20 en 200 µg Li/l. De concentratie nadat de tracer gemengd is, moet significant hoger liggen dan de achtergrondconcentratie. Kies de tracerhoeveelheid dus zo, dat dit het geval is. In de praktijk wordt een toename van 150 à 200 µg/L aangehouden. Deze concentraties vallen binnen het detectiebereik van de analysemethodes genoemd in tabel 2.3.

4.2 METHODE

De keuze van het doseerpunt en het monsternamepunt hangt af van de mogelijkheden die beschikbaar zijn op locatie. Sommige gistingstanks hebben verschillende doseer-/monsternamepunten in de tank, bij anderen kan dit alleen vanuit de toevoer-, afvoer- en/of recirculatieleiding. Met de volgende zaken moet in ieder geval rekening gehouden worden:

- Het doseren en monsters nemen moet veilig kunnen plaatsvinden.
- Het monstername punt mag niet op of vlak naar het doseerpunt van de tracer zitten, maar op een plek waarbij je pas na volledige menging van de tank de eindconcentratie van de tracer verwacht.
- Indien mogelijk moet het doseerpunt gelijk zijn aan waar het onvergiste slib in de tank wordt gebracht. Daarmee komt de mengproef het best overeen met de normale bedrijfsvoering en de verspreiding van het onvergiste slib.
- Monstername het liefst van boven of midden uit de tank. Dit om te voorkomen dat er monsters uit een dode zone worden genomen.

Tijdens de mengproef dienen de toe- en afvoerpomp van de gistingstank (na inbrengen en schoonspoelen van de toevoerleiding) uit te worden geschakeld en dient de menging normaal (continu) te functioneren. Indien de waterlijn voorbezinktank(s) heeft, is het gewenst de mengproef alleen bij droogweer uit te voeren of het slib af te voeren naar een andere gisting (op dezelfde rwzi of elders). Dit om verstoppingen en uitspoelen van primair slib bij en vanuit de voorbezinktank(s) te voorkomen.

Alvorens de tracer te doseren kan een aantal monsters (minimaal 2) worden afgenomen om:

- Kalibratie van de analysemethode, door een bekende hoeveelheid lithium aan de monsters toe te voegen.
- Nulmeting van de achtergrondconcentratie lithium in het slib.

Na dosering wordt de concentratie van het tracermateriaal gedurende de tijd gemeten in steekmonsters. Laat de monsters bij een gecertificeerd laboratorium analyseren.

4.3 UITVOERING

Om werkzaamheden op een rwzi uit te mogen voeren, dient voorafgaand aan de uitvoering een werkvergunning (met daarin benoemd de benodigde veiligheidsvoorzieningen zoals LEL-meting et cetera) afgegeven te zijn door een bevoegd medewerker.

Tijdens de meetdag dienen de volgende stappen achtereenvolgens doorlopen te worden:

1. Steekmonsters nemen voor kalibratie en achtergrondconcentratie (conform monsternameschema).
2. Voorbereiden toevoerlijn. Leegdraaien slibtoevoer, homogenisatiepomp stoppen, mengers op handbedrijf en afvoerpomp stoppen.
3. Aanmaken van de tracervloeistof.
4. IBC-container via Geka koppeling en bijhorende leidingen verbinden aan gekozen doseerpunt tracermateriaal.
5. Voorafgaand aan inbrengen tracervloeistof afschakelen van afvoerpomp (indien van toepassing) gistingstank en afschakelen mengsysteem.
6. Inbrengen van tracervloeistof in de gistingstank.
7. Indien van toepassing toevoerleiding volledig doorspoelen met gefilterd effluent (+/- 15 minuten).
8. Uitschakelen van de toevoerpomp gistingstank.

9. Inschakelen mengsysteem conform normale bedrijfsvoering.
10. Bemonstering uitvoeren conform monsternameschema.
11. Eind van de meetdag toe- en afvoerpompen inschakelen en overige onderdelen gisting (alles op normaal bedrijf).
12. Slibmonsters gekoeld bewaren.

Een nadere toelichting bij de stappen is hierna gegeven.

Tips uit de interviews:

- Voorafgaand aan de meetdag een test uitvoeren om te bepalen of de gekozen doseerlocatie geschikt is. Hiervoor een IBC-container die gevuld is met (bedrijfs)water aansluiten op het doseerpunt en leeglaten draaien door de toevoerpomp. Hiermee kan voorkomen worden dat met een 'volle' IBC met het waardevolle lithiumchloride verplaatst moet worden. Zie ook toelichting paragraaf 4.3.2.
- Overwegen om voorliggende onderdelen in de sliblijn zoals indikkers af te schakelen of het toevoerdebiet ervan te verminderen.
- Maak de aanmaakoplossing voor het tracer materiaal de dag van tevoren op locatie aan (zie ook punt 1). Dit scheelt tijd op de meetdag.
- Neem de monsters in duplo voor het geval een heranalyse van het monster nodig is.

4.3.1 MONSTERNAMESCHEMA EN UITVOEREN VAN MONSTERNAME

Voor het nemen van het steekmonster dient circa 10 liter slib opgevangen te worden in een monstername emmer. Meng de inhoud van de emmer vervolgens goed en schenk 0,5 liter met trechter en scheplepel over in de monsterhouder voor een steekmonster. Neem de monsters conform het monsternameschema.

In onderstaande overzicht staat als representatief voorbeeld een schema voor een mengproef. Het is bij het opstellen van het monsternameschema van belang om binnen de periode waarin volledige menging zou moeten optreden (vaak 1 à 2 uur volgens de leverancier van de mengsystemen) veel monsters te nemen. Dat wil zeggen iedere 10 à 15 minuten. Daarna kan de frequentie worden afgebouwd naar 30 à 60 minuten tussen iedere monstername.

Het monsternameschema voor de mengproef staat hierna opgenomen:

1. Voorafgaand aan dosering 2 monsters
2. Na 10 minuten eerste monster (bijvoorbeeld start mengproef 9:00 1^{ste} monster 9:10).
3. Vervolgens elke 10 minuten 1 monster (totaal 6x; bijvoorbeeld 9:20 tot en met 10:10).
4. Daarna elke 20 minuten 1 monster (totaal 5x; bijvoorbeeld 10:30 tot en met 11:50).
5. Elke 30 minuten 1 monster (totaal 6x; bijvoorbeeld 12:20 tot en met 14:50).
6. Laatste monster na 1 uur (totaal 1x; bijvoorbeeld 15:50).

4.3.2 TESTPROEF DOSEERPUNT

Voer voorafgaand aan de tracerdosering een testproef uit. Hiermee kan getest worden of de pompen in staat zijn om de inhoud van de IBC-container te verpompen. Zo kunnen ook – zonder verspilling van tracer materiaal – vroegtijdig problemen geconstateerd worden en kan een passende oplossing worden gezocht.

De IBC-container kan worden voorzien van een Geka-koppeling waaraan een slang kan worden bevestigd. Het uiteinde van de slang kan vervolgens in/boven de trechter van het doseerpunt worden gehangen óf gekoppeld worden aan een (toevoer- of recirculatie) pomp van de gisting.

Door verder open- of dichtdraaien van de afsluiter van de IBC-container kan het uitstromende debiet worden aangepast.

Aan de hand van de testproef kan ook bepaald worden of uitbedrijf nemen van voorliggende onderdelen zoals indikkers noodzakelijk is tijdens de dosering van water (en uiteindelijk de tracer).

4.3.3 AANMAKEN OPLOSSING TRACER

Los de hoeveelheid ingekocht lithiumchloride op in de berekende hoeveelheid benodigd water. Doe dit door eerst het water aan de IBC toe te voegen, en voeg daarna al roerend langzaam lithiumchloride toe tot een goed opgelost mengsel overblijft.

Voor het omgaan met lithiumchloride dient qua veiligheid rekening gehouden te worden met het volgende:

- Omgeving: zorg voor goede ventilatie – bij voorkeur in de buitenlucht lithiumchloride aan IBC toevoegen.
- Persoonlijke beschermingsmiddelen:
 - Ademhaling: Mond-/stofmasker toepassen (nodig bij aanmaak tracervloeistof).
 - Ogen: Veiligheidsbril met zijschermen.
 - Handen: PVC-handschoenen (of ander plasticmateriaal).
 - Huid/lichaam: Gebruikelijke veiligheidsmaatregelen tijdens het gebruik van het product geeft voldoende bescherming (geen aanvullende bescherming nodig).

Aanbevolen wordt om na het aanmaken van de lithiumchloride oplossing de kleding uit te trekken en in de was te doen. Dit om contactmomenten met het lithiumchloride te verminderen en eventuele huidirritaties te beperken.

4.3.4 DOSEREN TRACER

Een slang kan via een Geka-koppeling aan de IBC-container bevestigd worden en aan een (toevoer- of recirculatie) pomp van de gisting. Breng de tracervloeistof in bij het doseerpunt door de afsluiter van IBC-container en de pomp (vaak een doorspuitvoorziening) te openen. Door verder open/dichtdraaien van de afsluiten van de IBC kan het uitstromende debiet worden aangepast. Spoel de toevoerleiding daarna met (bedrijfs-)water schoon. Doorgaans is 15 minuten doorspoelen voldoende, maar hangt uiteraard af van de lengte van het leidingwerk. Wanneer de tracer in de recirculatieleiding wordt ingebracht spoelt de leiding vanzelf schoon wanneer de recirculatiepomp in bedrijf is.

5

MEETPROTOCOL EN PLAN VAN AANPAK VERBLIJFTIJDSSPREIDINGSTEST

5.1 VOORBEREIDING EN MATERIALEN

Bij de voorbereiding van een verblijftijdsspreidingstest horen:

- Vaststellen van doseerpunt tracer materiaal (zie paragraaf 5.2).
- Vaststellen monsternamepunt gistingtank (mogelijkheden verschillen per locatie).
- Bespreken van datum voor uitvoering van de verblijftijdsspreidingstest.
- Bespreken monsternameprotocol en personele beschikbaarheid.
- Verzamelen en aankopen van benodigde materialen (zie navolgende opsomming).

Ook is het van belang om een aantal randvoorwaarden te stellen waarbij de verblijftijdsspreidingstest doorgang kan hebben (zoals stabiele bedrijfsvoering) óf juist afgelast moet worden (zoals storingen voedingspomp(en), mengers et cetera). Mocht de verblijftijdsspreidingstest door derden worden uitgevoerd, dan dient dit in samenspraak te gebeuren met het waterschap. Aanbevolen wordt om tijdens de eerste meetdag met minimaal 2 personen op locatie aanwezig te zijn. Dit aangezien er relatief veel werkzaamheden plaatsvinden en mogelijk ook soms gelijktijdig plaatsvinden (zoals schoonspoelen IBC en monstername). Mocht de verblijftijdsspreidingstest door derden worden uitgevoerd dan is tenminste één persoon van waterschap op locatie aanwezig. De personele beschikbaarheid en planning voor de monstername dient vooraf met elkaar (intern waterschap en/of met externe partij) besproken te worden. De monsternamefrequentie na dag 1 neemt sterk af en kan door één persoon worden uitgevoerd (waterschap of extern).

Voorafgaand aan de uitvoering van de test is het van belang dat alle benodigde materialen aanwezig zijn op locatie. Neem de volgende materialen mee voor de test:

- Tracer (hoeveelheid op basis van volume gisting, achtergrondconcentratie en analysemethode) – inclusief material safety datasheet (MSDS).
- IBC-container met Geka koppeling voor aanmaak tracervloeistof.
- Mixer (elektrisch of handmatig).
- Vat-pomp voor doseren tracervloeistof.
- Slangen met bevestigingsmateriaal (Geka) voor doseren tracervloeistof.
- Monsternameschema.
- Monsterhouders (aantal stuks op basis van monsternameschema).
- Monstername emmer, -trechter en scheplepel.
- Stickermateriaal en stift.
- Mond-/stofmasker.

De hoeveelheid benodigd tracer materiaal hangt af van het volume van de gisting, de achtergrondconcentratie en de analysemethode. De verwachte te meten concentraties dienen binnen de gehele meetperiode boven de achtergrondconcentratie te liggen. In reeds uitgevoerde tracertesten blijkt deze te variëren tussen 20 en 200 µg Li/l. Na driemaal de HVT is de concentratie bij een ideaal gemengde tank nog maar 5 % van de beginconcentratie. Aanbevolen wordt om de concentratie te verhogen naar ordegrrootte:

- 1 mg Li/l bij achtergrondconcentratie van <100 µg Li/l.
- 3 à 4 mg Li/l bij achtergrondconcentraties > 100 µg Li/l.

Als de achtergrondconcentratie niet bekend is, wordt aanbevolen om de concentratie te verhogen naar 3 à 4 mg Li/l is. Bij deze dosering valt het hele concentratieverloop binnen het detectiebereik van de analysemethoden (zie tabel 2.3) en wordt voorkomen dat fluctuaties in de achtergrondconcentratie de meting significant beïnvloeden.

5.2 METHODE

Het tracer materiaal dient pulsgewijs te worden toegevoegd aan het slib, bij voorkeur in de toevoer. De metingen worden tijdens de normale bedrijfsvoering uitgevoerd, ofwel de gisting wordt continu met slib gevoed. De metingen duren 2 à 3 maal de hydraulische verblijftijd, oftewel tot het moment dat het grootste aandeel van de tracer teruggevonden is (85 % à 95 %).

Laat de monsters door een gecertificeerd lab analyseren. Neem voldoende monsters per keer (of duplo), zodat heranalyse van een monster mogelijk is. Een heranalyse is bijvoorbeeld aan te raden bij een afwijkende concentratie (hoog/laag) ten opzichte van het concentratieverloop.

Rapporteer het toevoerdebiet van de gistingtank(s) tijdens het uitvoeren van de proef. Aan de hand van de gemeten concentraties en debietgegevens kan bepaald worden hoeveel lithiumvracht de gisting uit is gekomen. Deze data zijn nodig voor de analyse.

Tips uit de interviews:

- Laat de monsters volgens dezelfde analysemethode analyseren.
- Neem de monsters in duplo voor het geval er bij de analyse iets misgaat.

5.3 UITVOERING

Om werkzaamheden op een rwzi uit te mogen voeren dient voorafgaand aan de uitvoering een werkvergunning afgegeven te zijn door een bevoegd medewerker. Ook wordt aanbevolen om een testproef uit te voeren om te bepalen of de pompen in staat zijn om de inhoud van de IBC-container te verpompen (voor nadere toelichting zie ook paragraaf 4.3.2).

Tijdens de meetdag dienen de volgende stappen achtereenvolgens doorlopen te worden:

1. Steekmonsters nemen voor kalibratie en achtergrondconcentratie (conform monsternameschema).
2. IBC-container via Geka-koppeling en bijhorende leidingen verbinden aan toevoerpomp gistingtank.
3. Aanmaken van de tracervloeistof in IBC-container.
4. Inbrengen van tracervloeistof in de gistingstank volgens pulsgewijze dosering.
5. Schoonspoelen IBC-container met gefilterd effluent en inbrengen van spoelwater in de gistingstank.

6. Bemonstering uitvoeren conform monsternameschema.
7. Slibmonsters gekoeld bewaren.

5.3.1 AANMAKEN OPLOSSING TRACER

Los de hoeveelheid ingekocht lithiumchloride op in de berekende hoeveelheid benodigd water. Doe dit door eerst het water aan de IBC toe te voegen, en voeg daarna al roerend langzaam lithiumchloride toe tot een goed opgelost mengsel overblijft.

Voor het omgaan met lithiumchloride dient qua veiligheid rekening gehouden te worden met:

- Omgeving: zorg voor goede ventilatie – bij voorkeur in de buitenlucht lithiumchloride aan IBC toevoegen.
- Persoonlijke beschermingsmiddelen:
 - Ademhaling: Mond-/stofmasker dragen (nodig tijdens aanmaak tracervloeistof).
 - Ogen: Veiligheidsbril met zijschermen.
 - Handen: PVC-handschoenen (of ander plasticmateriaal).
 - Huid/lichaam: Gebruikelijke veiligheidsmaatregelen tijdens het gebruik van het product geeft voldoende bescherming (geen aanvullende bescherming nodig).

Aanbevolen wordt om na het aanmaken van de lithiumchloride oplossing de kleding uit te trekken en in de was te doen. Dit om contactmomenten met het lithiumchloride te verminderen en eventuele huidirritaties te beperken.

5.3.2 MONSTERNAMESHEMA EN UITVOEREN VAN MONSTERNAME

Voor het nemen van het steekmonster dient circa 10 liter slib opgevangen te worden in een monsternameschema emmer. Meng de inhoud van de emmer vervolgens goed en schenk 0,5 liter met trechter en scheplepel over in de monsterhouder voor een steekmonster. Neem de monsters conform het monsternameschema.

Het monsterschema is gebaseerd op verschillende monsternameschema's van reeds uitgevoerde verblijftijdsspreidingstesten. Ze hadden overwegend de volgende overeenkomsten:

- 7 à 8 monsters op dag 1.
- 5 à 7 monsters in week 1 en 2 (exclusief dag 1)⁶.
- 1 à 2 monsters per week vanaf week 3⁷.

Om het concentratieverloop goed te kunnen monitoren zijn aan het begin van de test meer monsters nodig dan aan het einde. De spreiding is in het begin namelijk groter. Daarnaast kunnen kortsluitstromen beter vastgesteld worden met een hoge bemonsteringsfrequentie in het begin. Tot slot is een hoge meetfrequentie op de eerste dag nodig om de meettijd te bepalen. Wegens het overslaan van weekenddagen verdient het daarom de voorkeur om op maandag met de tracertest te beginnen.

- 6 Bij één partij verschilde het aantal monsters in week 2, daar werden nog maar 2 monsters genomen in plaats van een monster per (werk)dag.
- 7 Bij één partij verschilde het aantal monsters vanaf week 3. Daarbij werden 6 à 7 monsters per week genomen. Dit is in principe niet nodig, omdat het concentratieverloop dan weinig fluctuaties meer heeft en er dan geen kortsluitstromen meer verwacht worden. Het kan wel extra zekerheid geven, zeker wanneer propstroomgedrag verwacht wordt.

Een verblijftijdsspreidingstest duurt in totaal meestal 2 à 3 keer de hydraulische verblijftijd. De test kan eerder gestopt worden als uit tussentijdse analyse blijkt dat vrijwel al het tracer materiaal al teruggevonden is in de afvoer van de gisting. Als op het einde van de test nog hoge concentraties lithium gemeten worden, kan ervoor gekozen worden om de proef te verlengen.

Het monsternameschema voor een verblijftijdsspreidingstest staat hierna opgenomen:

- Gedurende de dag van bemonstering vooraf als nulmeting, na 20 minuten, 40 minuten, 1 uur, 2 uur, 4 uur, 6 uur en indien mogelijk 8 uur⁸
- Drie bemonsteringen op dag 2
- Twee bemonsteringen tussen dag 3 en dag 7
- Vijf bemonsteringen tussen dag 7 en dag 14
- Vanaf dag 15 bemonstering 1 à 2 maal per week tot 2 à 3 maal HVT of na terugvinden vrijwel al het tracer materiaal.

Een uitgewerkt voorbeeld van een monsternameschema staat in bijlage 5. Vul na iedere bemonstering het monsternameschema in.

De monsters dienen gekoeld bewaard te worden op het terrein van de gisting. Laat de monsters analyseren door een gecertificeerd lab.

8 Indien ook de mengtijd bepaald moet worden, dient voor dag 1 een bemonsteringsschema zoals dat van een mengproef aangehouden te worden, zodat de bepaling voldoende nauwkeurig is (zie paragraaf 4.3.1).

6

VOORBEELD RESULTAATUITWERKING TRACERTEST

6.1 INLEIDING

Ter verduidelijking van de verschillende tracer-testmethoden zijn in dit hoofdstuk twee voorbeelden opgenomen: een van een mengproef en één van een verblijftijdsspreidingstest. Deze voorbeelden dienen ter verheldering; uiteraard worden hiermee niet alle mogelijk uitkomsten afgedekt. In bijbehorende rekentool is getracht om alle belangrijke effecten: mengtijd, dood volume, kortsluitstromen en CSTR/PFR-stromingsgedrag mee te nemen. Maar afwijkingen van wat binnen deze handleiding behandeld is, zijn mogelijk. Ook kunnen in de praktijk zaken plaatsvinden die met de hydraulische modellen niet modelmatig zijn door te rekenen. Bijvoorbeeld wijzing in bedrijfsvoering menger óf een storing aan menger.

6.2 MENGPROEF

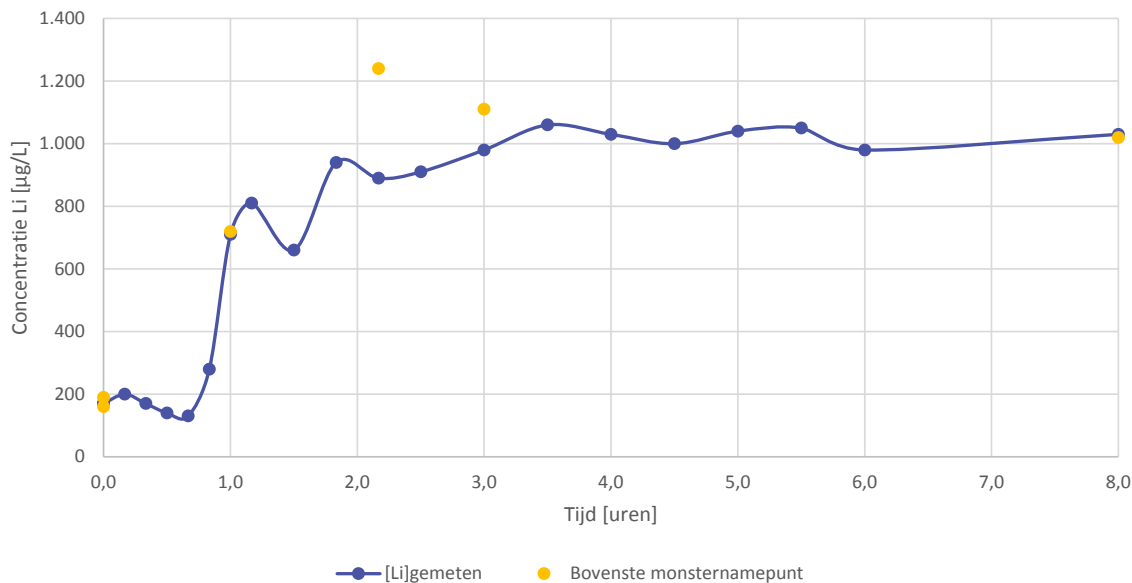
Bij de gisting op rwzi Tiel is onderzocht of er voldoende menging plaatsvindt en of er kortsluitstromen aanwezig zijn. Om de menging te controleren is een mengproef uitgevoerd en een verblijftijdsspreidingstest is uitgevoerd om de kortsluitstromen te bepalen. De mengproef wordt hier toegelicht als voorbeeld en welke resultaten daaruit afgeleid kunnen worden.

De gisting had ten tijde van de proef een inhoud van 4.030 m³, waaraan lithiumchloride als tracer is toegevoegd. Om na volledige opmenging 1 mg/l aan lithium te hebben, moet 4 kg lithium in de tank worden opgelost. Dan is 24,4 kg lithiumchloride nodig. Er zijn zakken van 25 kg aangeschaft, dus in dit geval kan 1 zak van 25 kg gedoseerd worden om ongeveer 1 mg/l als eindconcentratie te krijgen. Om de opwarming te beperken is het lithiumchloride opgelost in 0,5 m³ water⁹.

De monsters zijn volgens het monsternameschema in bijlage 4. De meeste monsters zijn uit een monsternamepunt onder in de tank genomen, vlak bij de afvoer van de gisting. Er zijn ook een aantal monsters uit het monsternamepunt boven in de gisting genomen. De gemeten concentraties staan in navolgend figuur.

⁹ Er komt 40 kJ/mol energie vrij. In een zak van 25 kg lithiumchloride zit 590 mol lithium. Hier zit dus 23.590 kJ in. Voor het opwarmen van water is 4,2 kJ per liter per graad Celsius nodig. Om de opwarming tot 11 °C te beperken is circa 0,5 m³ water nodig. De temperatuurverhoging levert geen extra risico's op.

FIGUUR 6.1 GEMETEN CONCENTRATIEVERLOOP TIJDENS DE MENGPROEF OP GISTING TIEL. TER CONTROLE ZIJN 5 EXTRA MONSTERS UIT HET BOVENSTE MONSTERNAMPUNT GENOMEN

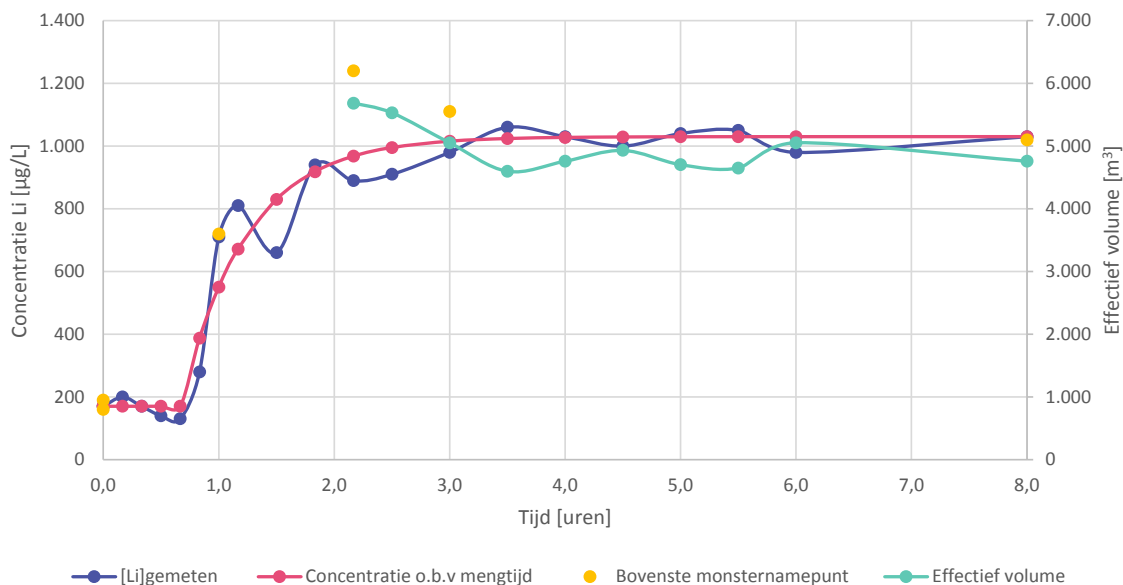


Uit deze resultaten valt af te leiden dat na een uur het tracer materiaal het monsternamepunt bereikt en een deel van de gisting is opgemengd. Pas na 3 uur begint stabilisatie van de lithiumconcentratie op te treden. Dit betekent dat de menging redelijk functioneert: een deel van de inhoud is binnen een uur gemengd, een ander deel is minder goed doorstroomd en doet er circa 3 uur over om te mengen.

De gemeten achtergrondconcentratie was 0,17 à 0,19 mg/l. De gemeten eindconcentratie onder in de tank is ongeveer 1,03 mg/l. Zonder dood volume had de eindconcentratie 1,17 à 1,19 mg/l moeten zijn. In de monsters genomen boven in de tank worden hogere concentraties gemeten. Dit duidt op dat de tank nog niet homogeen opgemengd is en dus de aanwezigheid van slecht gemengde zones. De uitkomsten van de rekentool behorend bij deze handleiding voor de mengproef op de gisting van Tiel zijn in onderstaande tabel en figuur weergegeven.

Parameter	Omschrijving	Eenheid	Waarde
V_{tank}	Tankvolume	m^3	4.030
C_i	Achtergrondconcentratie	$\mu\text{g/L}$	170
[LiCl]	Lithiumchloridedosering	kg	25
[Li]	Lithiumdosering	kg	4,1
C_0	Eindconcentratie	$\mu\text{g/L}$	1186
	Mengtijd (excl. vertraging)	h	1,32
	Vertraging mengtijd	h	0,56
	KKM (kleinste kwadraat)	$(\mu\text{g/L})^2$	108789
t_m	Mengtijd	h	1,88
$V_{\text{effectief}}$	Effectief volume	m^3	4973

FIGUUR 6.2 RESULTATEN MENGPROEF EN BEREKEND EFFECTIEF VOLUME



De achtergrondconcentratie was ongeveer 170 µg/l. Na een half uur begint de concentratie bij het monsternamepunt snel toe te nemen. Na 2 uur is deze ongeveer 900 µg/l. De eindconcentratie is dan nog niet bereikt, maar het merendeel van de menging heeft dan reeds plaats gevonden. De berekende mengtijd is 1,9 uur. Na 3 uur wordt de maximale concentratie bereikt en is de tracer gemengd met het slib. De menging is echter niet homogeen: er zijn zones met relatief hoge en relatief lage concentraties. De concentratie bij het bovenste monsternamepunt lijkt hoger te liggen dan bij het andere monsternamepunt, waar de concentratie lager is dan verwacht. De menging veroorzaakt dus een stroming in de tank met propstroomgedrag. Dit is ook te zien aan het berekende volume van 4.973 m³, dat ligt bijna 1.000 m³ hoger dan het werkelijke volume.

6.3 VERBLIJFTIJDSPREIDINGSTEST

In de gisting op rwzi Deventer zijn problemen geweest waardoor minder slib doorgezet kon worden. Een mogelijke oorzaak hiervan was een slechte doorstroming ten gevolge van blijvende afzettingen (zoals zand). Aangezien het leeg zetten en schoonmaken veel tijd en hoge kosten vergt, is eerst met een verblijftijdsspreidingstest bepaald of er sprake was van een dood volume.

Het ging om twee gistingstanks van ieder 2.100 m³. Er zijn vier zakken lithiumchloride van 25 kg gedoseerd. Dit komt neer op 8,2 kg lithium per tank. De beginconcentratie was dus 3,9 mg Li/l. Per tank is één IBC gebruikt. Deze is eerst met 0,5 m³ water gevuld. Vervolgens is lithiumchloride al mengend langzaam toegevoegd¹⁰. De oplossing is binnen 15 minuten de gistingstanks ingepompt via de toevoerpompen.

De monsters zijn vanuit de overloop van de gistingstanks genomen met een bemonsteringsstok waaraan een monsternamepot bevestigd was. Deze werd per monstername tweemaal omgespoeld met het overstortende uitgesteid slib alvorens het monster te nemen. Het volgende schema is gehanteerd:

10 De watertemperatuur is in theorie $50 \text{ [kg LiCl]} \cdot 1 \text{ [m}^3] \cdot 0,22 \text{ [}^\circ\text{C/kg LiCl/m}^3] = 11 \text{ [}^\circ\text{C]}$ toegenomen. De temperatuurverhoging was niet duidelijk merkbaar.

- Gedurende de dag van dosering wordt er na 0, 10 minuten, 20 minuten, 30 minuten, 1 uur, 2 uur, 4 uur, 6 uur, en indien mogelijk 8 uur bemonsterd (eindtijd 1ste bemonsteringsdag circa 16:00 uur).
- Drie bemonsteringen tussen 24 uur en 48 uur.
- Eén bemonstering per dag tussen dag 2 en dag 11.
- Eén bemonstering per 2 dagen vanaf dag 11 tot circa 25 dagen.
- Vanaf dag 25 tot en met dag 60 wordt elke week tweemaal bemonsterd.
- In het weekend worden geen monsters genomen.

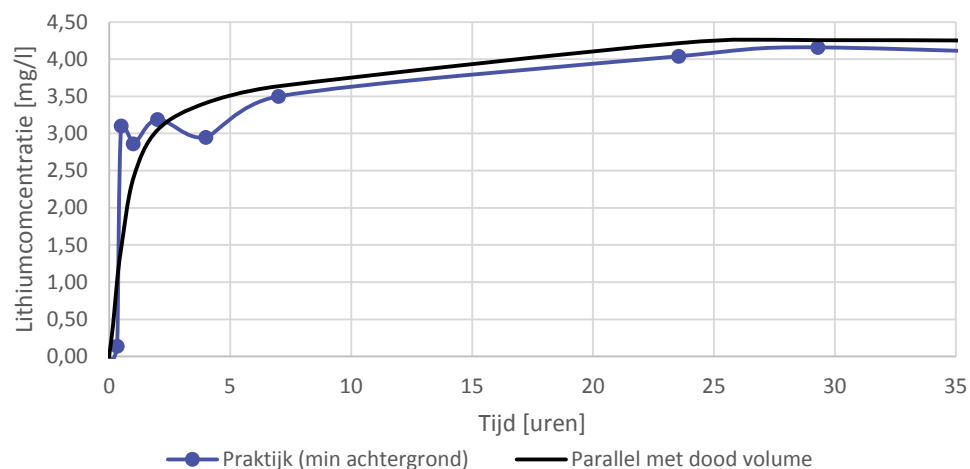
De startdatum van de tracertest was maandag 10 februari 2020 en de laatste bemonstering was op 10 april 2020 (60 dagen verblijftijd en een verversingsgraad van 3). De gemiddelde verblijftijd van het slib in was circa 21-22 dagen.

De menging is gekalibreerd met een mengtijd van 2,2 uur, zie figuur 6.3. Dat betekent dat al vrij snel een groot gedeelte van de tank gemengd is. Het duurt een dag voor de maximale concentratie bereikt is en dus de hele inhoud gemengd is. De menging functioneert goed, omdat een groot gedeelte van de inhoud al snel opgemengd is.

Let op: deze bepaling van de mengtijd is onnauwkeurig, door het beperkte aantal monsters op de eerste dag volgens het bemonsteringsschema van een verblijftijdsspreidingstest. Voor een betere bepaling van de mengtijd is een monsternameschema nodig conform opgesteld voor de mengproef (zie paragraaf 4.3.1).

FIGUUR 6.3

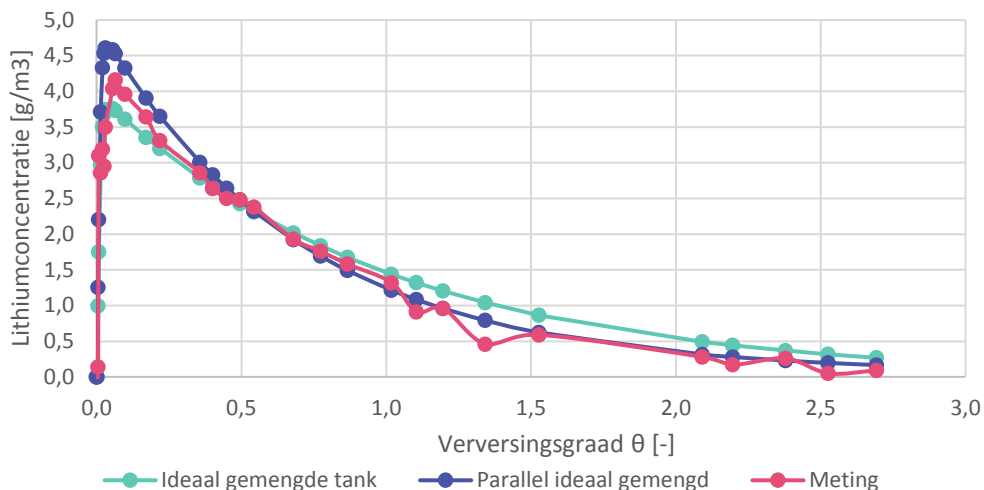
KALIBRATIE MENGTIJD OP BASIS VAN EERSTE METINGEN VERBLIJFTIJDSSPREIDINGSTEST DEVENTER (GISTINGTANK 1)



De metingen voor gistingtank 1 zijn in figuur 6.4 weergegeven, samen met het standaard CSTR-model en het model dat de beste kalibratie opleverde.

FIGUUR 6.4

GEMETEN CONCENTRATIES MET MODELLEN VOOR IDEAAL GEMENGDE TANK EN EEN PARALLEL GESCHAKELDE TANK MET DOOD VOLUME



Het concentratieverloop volgt het concentratieverloop van een ideaal gemengde tank redelijk goed. In het algemeen functioneert de menging dus goed en komt het stromingsgedrag overeen met dat van een ideaal gemengd systeem. De piekconcentratie is wel wat hoger dan verwacht, dit duidt op een dood volume óf een kleine kortsluitstroom. Het model van parallel geschakelde tanks blijkt goed overeen te komen met de data. Er is dus geen vervuiling aanwezig. Via het verhoudingsgetal $(Q_1/Q_2)/(V_1/V_2)$ kan worden bepaald hoe significant de kortsluitstroom is. Dat verhoudingsgetal is 3 en daarmee is de kortsluitstroom dus ook beperkt. Slechts een klein van het toevoerslib heeft een kortere verblijftijd. Dat is ook te zien aan de kleine verschillen in het berekende concentratieverloop voor de ideaal gemengde tank en de parallel geschakelde tanks.

BIJLAGE 1

VRAGENLIJST

De uitvoerende partijen (waterschappen en adviesbureaus) zijn geïnterviewd en een vragenlijst is nadien ook ingevuld. Omdat de frequentie van uitvoeren van tracer testen zeer laag is, worden in Nederland ook slechts enkele tracer testen per jaar uitgevoerd. Het aantal geïnterviewde personen is daarmee ook beperkt. De vragenlijst is verstuurd aan 2 waterschappen en 3 adviesbureaus. De ingevulde vragenlijsten van Waterschap Brabantse Delta, Witteveen+Bos en RHDHV zijn op het eind in een samenvattende tabel opgenomen. De andere geïnterviewden hebben alleen mondeling antwoord gegeven (Waternet en TAUW).

VRAGENLIJST STOWA HANDREIKING TRACERTESTEN

Deze vragenlijst is het uitgangspunt voor een discussie met adviesbureaus en waterschappen over het uitvoeren van een tracer test. Met een tracer test bedoelen we een test waarbij een tracer materiaal aan een slibgistingstank wordt gedoseerd om het functioneren van de menging in kaart te brengen.

TYPE TRACERTESTEN

1. Welk type tracer testen kent en hanteert u?
2. Met welk doel past u een tracer test toe en welk type test kiest u dan?

BESLISBOOM

Vanuit de COP-slibgisting blijkt dat in Nederland een mengproef en verblijftijdsspreidingstest worden toegepast. Doelstelling van deze testen zijn verschillend. Voor het STOWA-rapport 'handreiking tracer testen' maken we een beslisboom. Aan de hand van het uiteindelijke doel van de meting en de mate van nauwkeurigheid kun je dan bepalen welke tracer test wordt toegepast. Onderstaande tabel een voorstel voor te hanteren criteria. Zijn jullie het met deze invulling van de tabel eens en/of moeten er wijzigingen of andere zaken worden toegevoegd?

Omschrijving	Mengproef	Verblijftijdsspreidingstest
Doorlooptijd	< 1 dag	2 à 3 maal HVT
Voeding aan/uit	Uit	Aan
Mengtijd bepalen	Betrouwbaar, mits mengtijd < 1 dag	Redelijk
Kortsluitstromen bepalen	Nee	Matig
Dood volume bepalen	Redelijk	Betrouwbaar

BEMONSTERING

3. Welke bemonsteringsfrequentie hanteert u (per type tracer test)?
4. Op welke locatie(s) neemt u de monsters (toevoer, recirculatieleiding, afvoer, overstort, et cetera)?
5. Welke doorlooptijd stelt u voor en waarop baseert u deze doorlooptijd: bijvoorbeeld op basis van de hydraulische verblijftijd of de terug te vinden hoeveelheid tracerstof?

METHODE

6. Welk(e) type(n) tracermateriaal gebruikt u?
7. Welk type aanmaakwater gebruikt u (kraanwater, bedrijfswater, et cetera)?
8. Tot welke concentratie lost u het tracermateriaal op in de doseeroplossing?
9. Zijn er specifieke aandachtspunten bij het doseren van de tracerstof die u hanteert, zoals het voor- en/of naspoelen van het leidingwerk?
10. Wat is de na te streven beginconcentratie van het tracermateriaal in de gistingstank?
11. Op welk punt brengt u de tracer in?
12. Welke analysemethode gebruikt u om de lithiumconcentratie te bepalen (vloeibaar/vast/...)?
13. Is een kalibratie benodigd voor de analysemethode en zo ja welke?

GEGEVENSVALIDATIE (VERBLIJFTIJDSPREIDINGSTEST)

14. Welke modellen past u toe om de mengtijd/dood volume/kortsluitstromen te bepalen?
De standaardmodellen die we terug hebben gezien bij de COP-slibgisting zijn:
 - Standaard CSTR.
 - Standaard PFR.
 - CSTR + kortsluitstroom.
 - PFR + kortsluitstroom.
15. Hoe bepaalt u welk model u het best kunt toepassen?
16. Hoe zorgt u ervoor dat het voorspelde concentratieverloop overeenkomt met de gemeten concentraties in de praktijk? Bijvoorbeeld kleinste kwadraten methode en op basis van de tracerconcentratie of op basis van de uiteindelijk geloosde vracht?

	Waterschap Brabantse Delta	Witteveen & Bos	Royal HaskoningDHV
Type tracer testen			
1	Welk type tracer testen kent en hanteert u?	Tracertest tbv verblijftijdsspreiding en tracertest voor bepaling nuttige inhoud	De meest recent uitgevoerde testen zijn testen met lithiumchloride
2	Met welk doel past u een tracertest toe en welk type test kiest u dan?	Bepalen nuttige inhoud, mengproef	Met een tracertest kan inzicht worden verkregen in: menging in reactor, actieve volume reactor, mate van kortsluitstroming en de inhomogeniteit van het te vergisten materiaal
Bestisboom			
Zijn jullie het met deze invulling van de tabel eens en/of moeten er wijzigingen of andere zaken worden toegevoegd?			
Nee, bij dood volume bepalen is mengproef betrouwbaarder i.r.t. verblijftijdsspreidingstest (i.v.m. afwijking debietmeter)			
Bemonstering			
3	Welke bemonsteringsfrequentie hanteert u (per type tracertest)?	Van 0 t/m 2 uur iedere 15 minuten Vanaf 2 t/m 4 uur per half uur Daarna nog 1 monster 1 uur later (totaal 6 uur)	Aan het begin wordt een meer frequente bemonstering toegepast (elk uur, om de 2 uur op de eerste dag), daarna neemt frequentie af naar 1-2 monsters per dag tot enkele monsters per week na ongeveer de eerste week. Op deze manier is alle parameters inzicht te krijgen met de uitvoering van 1 tracertest.
4	Op welke locatie(s) neemt u de monsters (toevoer, recirculatieleiding, afvoer, overstort, etc.)?	Bovenuit de tank met een aparte monsternametevoorziening (op 1 meter onder het vloeistofniveau)	Is vaak wel locatie-specifiek, wat is praktisch uitvoerbaar, maar zo dicht mogelijk bij de overstort is het streven.
5	Welke doortlooptijd stelt u voor en waarop baseert u deze doortlooptijd: bijvoorbeeld op basis van de hydraulische verblijftijd of de terug te vinden hoeveelheid tracerstof?	Wij hanteren 6 uur	Voor de doortlooptijd gaan wij uit van ongeveer 2x maal de verblijftijd en daarnaast houd je ook rekening met de minimale concentratie die nog door het lab kan worden gemeten

	Waterschap Brabantse Delta	Witteveen & Bos	Royal HaskoningDHV
Methode			
6	Welk(e) type(n) tracer materiaal gebruikt u?	Lithium Chloride	Lithium Chloride
7	Welk type aanmaakwater gebruikt u (kraanwater, bedrijfswater, etc.)?	Kraanwater	Onbekend
8	Tot welke concentratie lost u het tracer materiaal op in de doseeroplossing?	Ca. 8 kg LiCl in ruim 10 liter water	Bij toepassing van lithiumchloride dien je rekening te houden met de precipitatie tot lithiumcarbonaat. Om dit te voorkomen dien je de lithiumchloride oplossing voldoende te verdunnen. Verder hangt de te doseren concentratie af van de verwachte eindconcentratie en of die nog meetbaar is (detectiegrens).
9	Zijn er specifieke aandachtspunten bij het doseren van de tracerstof die u hanteert, zoals het voor- en/of naspoelen van het leidingwerk?	Dosering heeft plaatsgevonden met een slangpomp. Slangen goed naspoelen	Belangrijk is een inschatting te maken van de tijd die het kost voordat de tracer in de gistingstank aanwezig is en je een eerste monster kan nemen. Uit praktische overwegingen kan het doseerpunt wat verder weg zitten van de gisting.
10	Wat is de na te streven beginconcentratie van het tracer materiaal in de gistingstank?	> 150 µg/l	Hangt sterk af van het volume van de gisting, het verwachte verloop in concentratie, het precipiteren met carbonaat (bij lithium) en de meetgrenzen van het lab.
11	Op welk punt brengt u de tracer in?	Bovenin de tank op 1 meter onder vloeiwater niveau (nieuweveer) of in recirculatiestroom (Bath)	Hangt af van de locatie. Voorafgaand aan de test brengen wij altijd een bezoek aan de locatie en stellen dan met de technoloog en bedrijfsvoerder vast wat een goede en praktische plek is om de tracer te doseren en passen daar het verdere meetprotocol op aan.
12	Welke analysemethode gebruikt u om de lithiumconcentratie te bepalen (vloeibaar/vast/...)?	Monsters worden geanalyseerd door Aquon.	Onbekend. Lithiumconcentraties zijn te meten door de labs waar de waterschappen meewerken.
13	Is een kalibratie benodigd voor de analysemethode en zo ja welke	0-meting in kraanwater en bekende hoeveelheid oplossen in slibwater.	Zie vorige antwoord.

	Waterschap Brabantse Delta	Witteveen & Bos	Royal HaskoningDHV
Gegevensvalidatie (verblijftijdspreidingstest)			
14	Welke modellen past u toe om de mengtijd/dood volume/kortsluitstromen te bepalen? De standaardmodellen die we terug hebben gezien bij de COP-slibgisting zijn:	CSTR Toe te passen model afhankelijk van reactorconfiguratie, kortsluitstroom is een onderzoeksvraag niet echt een model, valt te zien door hoge piek kort na injectie tracer.	CSTR-kortsluitstroom
15	Hoe bepaalt u welk model u het best kunt toepassen	CSTR is meest gebruikelijk	Locatiespecifiek
16	Hoe zorgt u ervoor dat het voorspelde concentratieverloop overeenkomt met de gemeten concentraties in de praktijk? Bijvoorbeeld kleinste kwadraten methode en op basis van de tracerconcentratie of op basis van de uiteindelijk geloofde vracht?	Kalibreren o.b.v. concentratieverloop, corrigeren voor aan slib gebonden lithium +water fracties Door te berekenen hoeveel gram of kilo tracer je moet doseren om een relevante uitslag in de concentratiecurve te krijgen. Tracerconcentratie dus. Dat komt redelijk goed uit mits er geen grote kortsluitstroom is waarin je veel tracer kwijtraakt.	Op basis van de vergelijking tussen de gemeten concentraties in het effluent van de gisting en de voorspelde berekende concentraties leiden wij via diverse berekeningen de mengtijd, het actieve volume, fractie kortsluitstroming en de mate van inhomogeniteit van het ingaande slib af.

BIJLAGE 2

DUUR VERBLIJFTIJDSSPREIDINGSTEST

In reeds uitgevoerde verblijftijdsspreidingstesten varieert de duur van de test tussen 1,4 en 3,0¹¹ maal de hydraulische verblijftijd (HVT). Tijdens de interviews kwam de vraag naar boven hoelang een verblijftijdsspreidingstest minimaal moet duren om betrouwbare resultaten te krijgen. De volgende punten helpen om hier een indicatie van te maken:

- Indien de reactor zich als een propstroom blijkt te gedragen, wordt de tracer na 1 HVT in de afvoer verwacht.
- Indien de reactor zich als een ideaal gemengde tank gedraagt, is na 1 HVT ruim 60 % van het tracer materiaal teruggevonden, na 2 HVT 86 % en na 3 HVT 95 %.
- Het is onwenselijk om de test nogmaals uit te moeten voeren, wanneer achteraf blijkt dat de meetperiode te kort was om conclusies te kunnen trekken. De meeste kosten zitten namelijk in de aanschaf van het tracer materiaal en niet in de analyses.

Met drie reeds uitgevoerde tracertesten is onderzocht in hoeverre de resultaten wijzigen als de duur van tracertest wordt verkort. Dit staat samengevat in onderstaande tabellen. Er is iedere keer gekeken naar het effect van het verlagen op het berekende effectief volume. Dit laat een divers beeld zien:

- In Deventer neemt de afwijking langzaam toe naarmate de HVT afneemt. Onder verversingsgraad 1 begint de afwijking significant te worden (> 5 %).
- Tiel is een voorbeeld waarbij korter meten een groot effect op de uitkomst zou hebben. Al bij het verlagen naar tweemaal HVT wordt een significant verschil gezien.
- Bij Amsterdam-West heeft verlagen geen effect; de metingen volgen vrijwel continue het hetzelfde hydraulische model (zeer kleine afwijking per meting).

TABEL B 1 DEVENTER VERLAGEN DUUR TRACERTEST EN EFFECT OP BEREKEND EFFECTIEF VOLUME

Duur van tracertest (x maal de HVT)	Afwijking
2,82	0 %
2,51	0 %
1,91	1 %
1,41	4 %
1,08	5 %
0,73	8 %
0,48	8 %

TABEL B 2 TIEL VERLAGEN DUUR TRACERTEST EN EFFECT OP BEREKEND EFFECTIEF VOLUME

Duur van tracertest (x maal de HVT)	Afwijking
2,48	0
1,99	10%
1,36	14%
0,97	37%
0,48025	76%

11 Bij een tracertest op rwzi Emmen is de verblijftijdsspreidingstest verlengd van 3 naar 3,8 HVT, omdat bij verversingsgraad 2 nog hoge concentraties werden teruggevonden. Vooraf werd dus maximaal 3 maal de HVT aangehouden.

TABEL B 3

AMSTERDAM WEST VERLAGEN DUUR TRACERTEST EN EFFECT OP BEREKEND EFFECTIEF VOLUME

Duur van tracertest (x maal de HVT)	Afwijking
2,23	0 %
1,91	0 %
1,47	0 %
1,00	0 %
0,49	0 %
0,21	0 %

Vanuit deze exercitie blijkt dat het vooraf slecht te bepalen is hoelang een tracertest moet worden uitgevoerd om betrouwbare meetresultaten te krijgen. Het is in enkele gevallen mogelijk om met een zeer korte verblijftijd al een betrouwbaar resultaat te krijgen. Het valt echter niet aan te bevelen om de hoeveelheid tracer materiaal die gedoseerd moet worden hierop af te stemmen. Mocht namelijk het stromingsgedrag afwijken (propstroomgedrag) of als de concentratie fluctueren dan kan de verblijftijdsspreidingstest niet verlengd worden. Met opnieuw uitvoeren van de verblijftijdsspreidingstest als gevolg.

Veiligheidshalve wordt aangeraden om minimaal tweemaal en bij voorkeur driemaal de HVT te monitoren. Optioneel kunnen tussentijds de monsters direct geanalyseerd worden om vast te stellen in welke mate de concentraties fluctueren en de hoeveelheid tracer materiaal dat teruggevonden is. Op basis van de hiervoor genoemde voorbeelden kan het volgende worden geconcludeerd. Mochten in de periode van 1 tot 2 maal de HVT de fluctuaties:

- Beperkt zijn dan is de afwijking op het berekend effectief volume ook beperkt (0-5 %).
- Groot zijn dan is de afwijking op het berekend effectief volume ook groot (10-40 %).

In welke mate het berekend effectief volume wijzigt, kan met het model worden berekend gedurende de tracertest. Op voorhand kan geen uitsluitel gegeven worden of er fluctuaties op treden. Ga daarom bij het bepalen van de benodigde hoeveelheid tracer uit van drie maal de HVT, zodat wanneer deze meetperiode nodig blijkt, fluctuaties in de meetconcentratie geen effect op de uitwerking van de meetresultaten hebben.

BIJLAGE 3

KLEINSTE KWADRATEN METHODE

Bij een verblijftijdsspreidingstest moeten de hydraulische modellen zo goed mogelijk gekalibreerd worden aan de gemeten concentraties en de geloosde vracht. Dit kan door de som van de verschillen per tijdstap tussen de metingen en de berekende waarden uit het model zo klein mogelijk te maken, door parameters in de hydraulische modellen (zoals het percentage effectief volume en percentage kortsluitstromen) te variëren. De Solver-functie uit Excel kan gebruikt worden om dit proces te automatiseren. In formulevorm dient de volgende vergelijking geminimaliseerd te worden per model, waarbij $C_{i,m}$ de gemeten concentratie op tijdstip i is, en $C_{i,b}$ de berekende concentratie op dat tijdstip :

$$\sum_i (C_{i,m} - C_{i,b})^2$$

Aan de hand van de hydraulische rekenmodellen en de analyseresultaten van alle monsters na dag 1 van de berekening, kan het werkelijk benutte volume en de (gemiddelde) verblijftijd bepaald worden. In het model behorende bij deze handreiking worden alle modellen gebruikt om de tracerconcentratie te modelleren. Per model worden de parameters zoals het effectief volume gevarieerd totdat het model zo goed mogelijk overeenkomt met de praktijkwaarden. Het model waarbij de voorspelling het beste overeenkomt met de gemeten waarden wordt uitgelicht in de resultaten. De betreffende parameterwaarden worden hierbij weergegeven. De handleiding voor de tool is opgenomen in bijlage 6.

BIJLAGE 4

VOLLEDIG BEMONSTERINGSSCHEMA

MENGPROEF

Nr.	Tijd	Lithiumconcentratie
1	Achtergrond	
2	Achtergrond	
-	Aanzetten menging	
3	09:10	
4	09:20	
5	09:30	
6	09:40	
7	09:50	
8	10:00	
9	10:10	
10	10:30	
11	10:50	
12	11:10	
13	11:30	
14	11:50	
15	12:20	
16	12:50	
17	13:20	
18	13:50	
19	14:20	
20	14:50	
21	15:50	

BIJLAGE 5

VOLLEDIG BEMONSTERINGSSCHEMA

VERBLIJFTIJDSSPREIDINGSTEST

Dit bemonsteringsschema is gebaseerd op een verblijftijd van 20 dagen, dan bevat een meetperiode van 59 dagen ongeveer driemaal de hydraulische verblijftijd. De tracer wordt in dit geval om 09:00 gedoseerd.

Dag na doseren	Dag	Monstermoment		Concentratie Lithium	Totale toevoer naar gistingtank	Totaal lithium	Verblijftijd
(d)		dd-mm-jjjj	uu:mm	mg/l	m ³	gram	dag
Achtergrond	maandag		<09:00		-	-	-
Achtergrond	maandag		<09:00				
Tracer toevoegen	maandag		09:00				
0,01	maandag		09:20				
0,03	maandag		09:40				
0,04	maandag		10:00				
0,08	maandag		11:00				
0,17	maandag		13:00				
0,25	maandag		15:00				
0,33	maandag		17:00				
1,00	dinsdag		09:00				
1,17	dinsdag		13:00				
1,33	dinsdag		17:00				
2,0	woensdag		09:00				
3,0	donderdag		09:00				
4,0	vrijdag		09:00				
7,0	maandag		09:00				
8,0	dinsdag		09:00				
9,0	woensdag		09:00				
10,0	donderdag		09:00				
11,0	vrijdag		09:00				
15,0	dinsdag		09:00				
18,0	vrijdag		09:00				
31,0	dinsdag		09:00				
34,0	vrijdag		09:00				
38,0	dinsdag		09:00				
41,0	vrijdag		09:00				
45,0	dinsdag		09:00				
48,0	vrijdag		09:00				
52,0	dinsdag		09:00				
55,0	vrijdag		09:00				
59,0	dinsdag		09:00				

BIJLAGE 6

HANDLEIDING 'REKENTOOL TRACERTESTEN'

De rekentool is opgenomen in het Excelbestand 'Rekentool Tracertesten'. Met deze rekentool kan data van een mengproef, een verblijftijdsspreidingstest of beiden worden geanalyseerd.

VOORBLAD

U opent de tool op het voorblad. Daar treft u een korte toelichting van de rekentool aan. U hoeft alleen de cellen met blauwe tekst in te vullen, de zwarte waarden worden berekend. Op het voorblad vult u de algemene projectinformatie in, en om welke proef/proeven het gaat. Alleen de relevante tabbladen blijven zichtbaar. Met de knoppen 'Mengproef' en 'Verblijftijdsspreidingstest' navigeert u naar het bijbehorende invultabblad.

Mengproef

De mengproef is in één tabblad opgenomen: zowel de invoer als resultaten vindt u hier. U dient de volgende data in te vullen:

- Het volume van de tank dat gevuld is met slib ten tijde van de proef (cel F7).
- De achtergrondconcentratie Lithium in µg/L (cel F8).
- De lithiumchloridedosering in kilogrammen (cel F9).
- De verwachte mengtijd c.q. vereiste mengtijd vanuit vraagspecificatie in uren (cel F17).
- De tijden waarop de monsters zijn genomen (kolom I vanaf rij 4).
- De gemeten lithiumconcentratie per tijd/monsters (kolom K vanaf rij 4).

Voor het volume van de tank dient het vulniveau aangehouden te worden van de gistingtank. Wanneer u alle data heeft ingevuld klikt u op de knop 'Bereken & Resultaten'. Wilt u de metingen aanpassen dan klikt u op de knop 'Invullen data', dan worden de verborgen regels weer zichtbaar.

De mengtijd wordt berekend door formule 2 (zie pagina 10) aan de metingen te kalibreren. Hierbij wordt rekening gehouden met een mogelijk vertraging. De totale berekende mengtijd wordt in cel F16 weergegeven. Dit is de tijd waarop de menging voor 90 % voltooid is. Vanaf dit moment wordt het effectief volume van de gisting berekend waarin menging optreedt. De kalibratie en het berekende effectief volume worden met de metingen in een grafiek weergegeven. Onder de grafiek vindt u een conclusie op basis van het berekende effectief volume en de vergelijking tussen de verwachte en berekende mengtijd. In cel F18 kunt u het gemiddelde effectief volume terugvinden.

VERBLIJFTIJDSSPREIDINGSTEST

De analyse van de verblijftijdsspreidingstest is verdeeld over drie tabbladen: 'Invoer VST', 'Model VST' en 'Resultaten VST'. Op het tabblad 'Invoer VST' vult u alle data in. De knop 'Start berekening' rekt alle modellen door en brengt u automatisch naar het resultatentabblad. Daar worden de meest relevante resultaten getoond. Voor een overzicht van alle modellen kunt u het tabblad 'Model VST' openen.

U dient de volgende data in te vullen:

- Het volume van de tank dat gevuld is met slib ten tijde van de proef (cel F7).
- De achtergrondconcentratie Lithium (cel F8).
- De lithiumchloridedosering in kilogrammen (cel F9).
- Rekenen vanaf rij, zie onderstaande toelichting (cel F12).
- De datumtijden waarop de monsters zijn genomen (kolom I vanaf rij 8).
- De gemeten slibafvoer (cumulatief) per tijd/monsters (kolom K vanaf rij 8).
- De gemeten lithiumconcentratie per tijd/monsters (kolom L vanaf rij 8).

Neem bij het bepalen van het volume van de tank mee, dat alleen het volume tot aan het slibniveau meetelt voor de menging.

Met rekenen vanaf rij kunt u aangeven vanaf welke meting het model gaat rekenen. Dit kan bijvoorbeeld gebruikt worden als er meerdere nulmetingen hebben plaatsgevonden. U kunt ervoor kiezen om een of meerdere metingen niet mee te nemen. In kolom Q staat per meting aangegeven of deze wordt meegenomen, op basis van wat u in cel F12 heeft ingevuld.

Op het tabblad 'Model VST' worden de volgende modellen doorgerekend:

- Ideaal gemengde tank.
- Kortsluitstromen.
- Dood volume.
- Dood volume + kortsluitstromen.
- Parallel ideaal gemengd.
- Parallel dood volume.
- Tanks in serie.
- Tanks in serie met kortsluitstromen.
- Tanks in serie met dood volume.
- Tanks in serie met kortsluitstromen en dood volume.

Per model varieert de rekentool één of meerdere parameters om de modeluitkomsten te kalibreren aan de metingen. Bij de ideaal gemengde tank wordt alleen de mengtijd gevarieerd. Bij kortsluitstromen het percentage tankinhoud dat een kortsluitstroom is. Bij dood volume het percentage tankinhoud dat ideaal gemengd is. Bij de combinatie dood volume en kortsluitstromen worden beiden eerdergenoemde percentages gevarieerd.

Bij een parallel ideaal gemengde tank wordt zowel het percentage tankinhoud met kortsluitstroom als het percentage debiet dat via de kortsluitstroom de tank uit stroomt gevarieerd. Bij een parallel gemengde tank met dood volume wordt daarbovenop nog de fractie ideaal gemengd volume gevarieerd.

Bij tanks in serie wordt naast eventueel het percentage dood volume en/of kortsluitstromen gevarieerd, en het 'aantal tanks'. Mengtijd wordt bij dit 'propstroommodel' niet meegenomen.

Op het tabbladen 'Resultaten VST' komt u automatisch terecht na het berekenen. Hier wordt de gemeten data, het model van de ideaal gemengde tank en het model dat de data het beste verklaart gepresenteerd. Dit laatste model kan ook dat van een ideaal gemengde tank zijn. Voor dit model wordt vervolgens aangegeven wat onder andere het effectief volume, dood volume en aandeel kortsluitstromen zijn.