

Taak 3.1 – P-terugwinning van LFD via struviet kristallisatie

Doelstelling

Het doel van taak 3.1 was het evalueren van de toepasbaarheid van struvietkristallisatie voor het terugwinnen van fosfaat uit de vloeibare fractie van digestaat (LFD). De optimale omstandigheden werden bepaald aan de hand van labo testen met enerzijds synthetische fosfaatoplossing en anderzijds digestaat. De efficiëntie van fosfaatterugwinning werd bepaald en de samenstelling van de teruggewonnen producten werd geanalyseerd met behulp van *X-ray diffraction* (XRD) en *scanning electron microscopy-energy dispersive X-ray spectroscopy* (SEM-EDX).

Opzet/Parameters

In eerste instantie werden batchtesten (set-1) uitgevoerd met LFD afkomstig van de SELEDA-biogasinstallatie in Babaeski, Turkije. Magnesiumchloride ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) werd gebruikt als Mg-bron en een molaire Mg:P-verhouding van 2 werd toegepast, dit op basis van voorlopige bevindingen. Na het toevoegen van de Mg-bron werden de kolven gedurende 1 uur geroerd met een shaker en werd er met tussenpozen monsters genomen voor pH- en fosfaatanalyse.

Na de batchtesten werd een tweede set experimenten (set-2) uitgevoerd met een opstroom reactor met een totaal volume van 4,5 L en een actief volume van 3,5 L (Figuur 1) met de LFD verkregen uit SELEDA en dezelfde Mg:P molaire verhouding. De LFD werd gerecirculeerd met behulp van een slangenpomp met een opvoersnelheid van 20 cm/min gedurende 24 uur. Tijdens het experiment werden op gezette tijden monsters genomen en werden de fosfaatconcentratie en pH gecontroleerd.

Een bijkomend batch-experiment (set-3) werd uitgevoerd met de LFD uit de anaerobe vergister op laboratoriumschaal die in taak 2.2 werd geopereerd. Dezelfde opstelling als in Figuur 1 werd gebruikt. Deze experimenten werden uitgevoerd met en zonder pH-correctie, waarbij de molaire Mg:P-verhouding op 1 werd ingesteld.

Na de voltooiing van de laboratoriumschaal-batchexperimenten werd een opstroomreactor op pilotschaal geïnstalleerd nabij de biogasinstallatie van SELEDA in Babaeski, Turkije. SELEDA is een van de bedrijven in de gebruikersgroep van het BioDEN-project. In elk experiment werkte de proefreactor gedurende 6-8 uur, met een continue toevoer van LFD met een snelheid van 160-180 L/u. De opwaartse stroomsnelheid werd aangepast tot 1800-2000 L/u met behulp van interne recirculatie. Figuur 2 illustreert een schematische voorstelling van de proefopstelling.

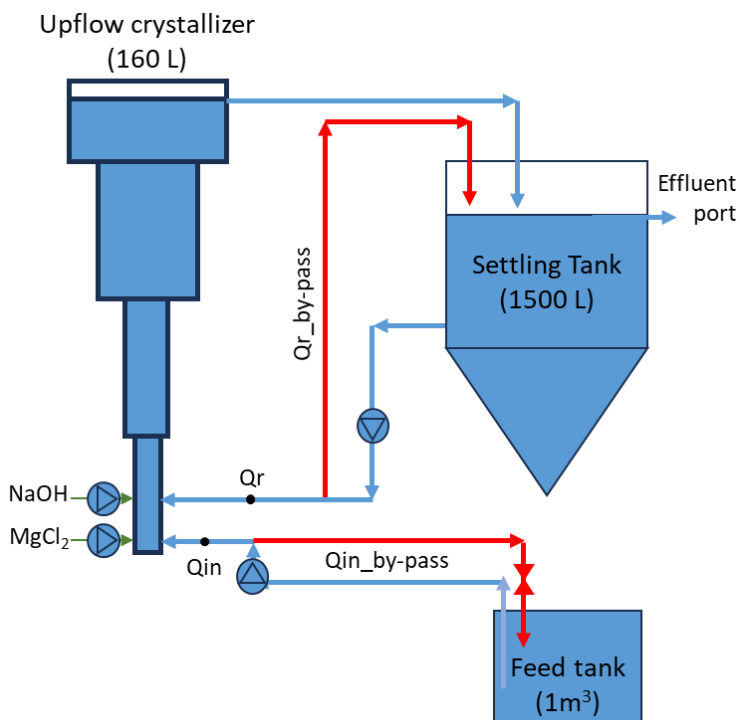


Figuur 1: Laboschaal opstroom-reactor.



Een bioraffinagebenadering om digestaat te benutten als belangrijke grondstof in de energie – nutriënten nexus

BioDEN



Figuur 2: Pilootschaal opstroom reactor en struviet kristallisatie systeem.

Resultaten

De resultaten van de batch-struviettesten, uitgevoerd zonder pH-aanpassing en met de molaire Mg:P-verhouding ingesteld op 2, met de LFD uit de biogasinstallatie van SELEDA, worden weergegeven in Tabel 1. Vanwege de lage fosfaatconcentratie in SELEDAs LFD en de beperkingen van continu geroerde batchtests, bleef de fosfaatverwijdering onder de 70% in 60 minuten.

Tabel 1: Resultaten van de batch testen uitgevoerd met LFD van de SELEDA installatie (set-1).

Tijd, minuten	Test -1 (geen pH aanpassing)			Test-2 (geen pH aanpassing)		
	mgP/L	% P verwijdering	pH	mgP/L	% P verwijdering	pH
0	64	0%	7,9	64	0%	7,9
30	23	64%	8,6	29	54%	8,6
60	20	69%	8,8	22	65%	8,7

In de 2e reeks experimenten, uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden als de batch-testen maar met continue recirculatie in een opstroomreactor, was de struvietvorming succesvoller door het opstroomeffect. Dit leidde tot een hogere fosforverwijdering in vergelijking met de batch-testen (Tabel 2). De fosfaatverwijdering bedroeg meer dan 70% in 120 minuten.

Tabel 2: Resultaten van de batch opstroomreactor testen uitgevoerd met LFD van de Seleda installatie (set-2).

Tijd, minuten	Test-3 (geen pH aanpassing)			Test-4 (geen pH aanpassing)		
	mgP/L	% P verwijdering	pH	mgP/L	% P verwijdering	pH
0	63,7	0%	7,9	63,7	0%	7,9
30	25,8	59%	8,1	16,2	75%	7,9
60	22,0	65%	8,1	16,1	75%	8,0
120	19,4	70%	8,3	15,2	76%	8,1
240	19,4	70%	8,4	15,2	76%	8,3
1440	18,1	72%	9,0	14,1	78%	8,9

In de derde reeks experimenten werd het volledige digestaat uit een vergister op laboratoriumschaal, gevoed met kippenmest, gebruikt onder dezelfde omstandigheden. Het hogere fosfaatgehalte van dit digestaat leidde tot een hogere fosfaatverwijderingsefficiëntie (Tabel 3). Zonder pH-aanpassing steeg de pH tot 9,1 door het recirculatie-effect, wat resulteerde in 80% fosfaatverwijdering. Door de pH aan te passen tot 9,4 werd een verwijderingsefficiëntie van 86% bereikt.

Tabel 3: Resultaten van de batch opstroom reactor testen met digestaat van de laboschaal vergister (set-3).

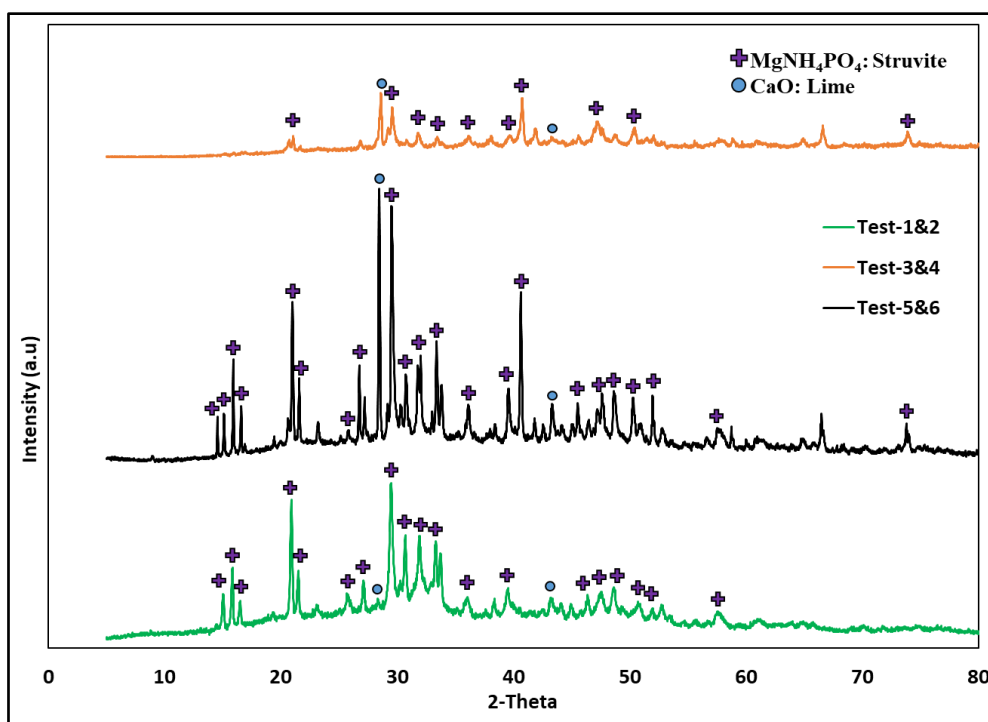
Tijd, minuten	Test - 5 (geen pH aanpassing)			Test - 6 (pH aangepast tot 9.4)		
	mgP/L	% P verwijdering	pH	mgP/L	% P verwijdering	pH
0	230	0%	8.6	230	0%	9.4
30	48	79%	8.8	39	83%	9.4
60	47	79%	8.9	38	83%	9.4
120	45	80%	9.1	33	86%	9.4

Tot slot werd het opstroom struvietsysteem op pilotschaal continue gevoed met SELEDAs LFD met een debiet van 160-180 L/u. Er werden drie opeenvolgende experimenten uitgevoerd waarbij de pH op 9,1-9,2 werd gehouden door naar behoefte NaOH te doseren. De verkregen resultaten worden weergegeven in Tabel 4. Na 350 minuten continue toevoer van LFD en toevoeging van MgCl₂ met een Mg:P molaire verhouding van 2, daalde de PO₄-P concentratie tot onder 14 mg/l met een verwijderingsefficiëntie van 82%. De behaalde efficiëntie werd toegeschreven aan de opwaartse stroomsnelheid (160-180 L/u) die werd geleverd door de interne recirculatie en het boven 9 houden van de pH.

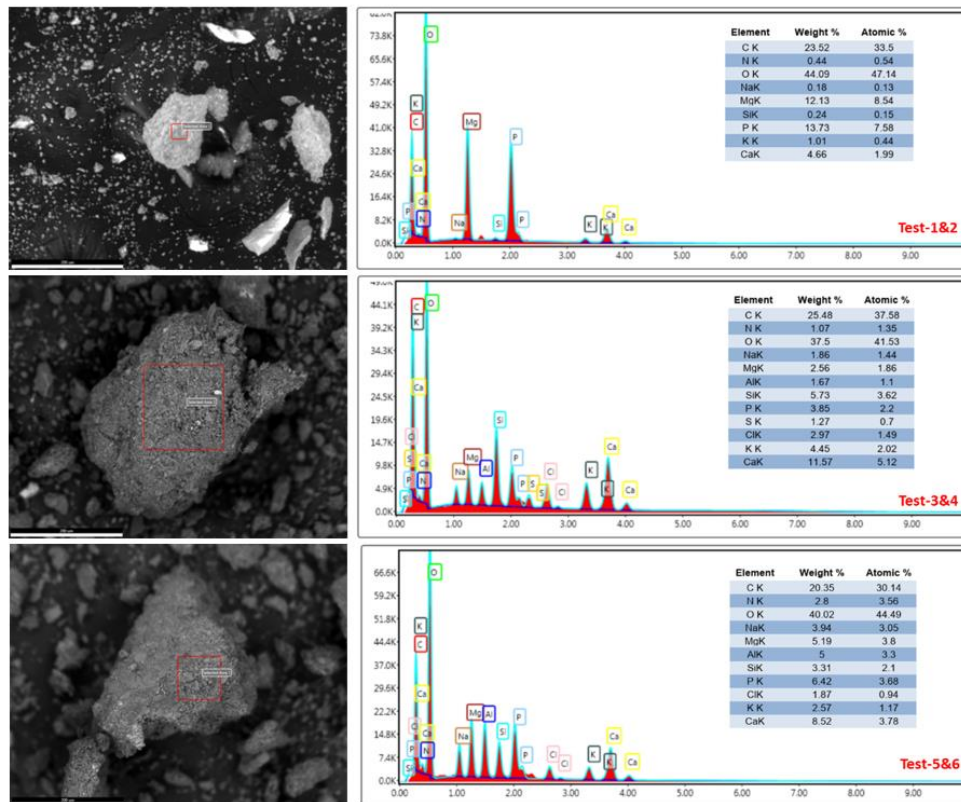
Tabel 4: Resultaten van de continue pilotschaal testen uitgevoerd met LFD van Seleda.

Tijd, minuten	Test - 7 (pH aangepast tot 9.1-9.2)	
	mgP/L	% P verwijdering
0	76.1 ± 4.1	-
10	44.1 ± 13.7	42.0%
20	33.4 ± 8.4	56.1%
30	20.8 ± 2.6	72.7%
40	15.6 ± 3.2	79.5%
50	27.8 ± 2.7	63,5%
110	17.7 ± 9.7	76,7%
170	15.7 ± 7.6	79,4%
230	14.9 ± 5.6	80,4%
290	17.6 ± 6.9	76,9%
350	13.7 ± 3.9	82,0%

Na elk experiment werden de chemische precipitaten bemonsterd, gedroogd en geanalyseerd met XRD en SEM-EDX. De analyses toonden aan dat de overheersende component van de precipitaten $MgNH_4PO_4$ (Struviet) is, zoals geïllustreerd in Figuur 3. De SEM-EDX-analyses van de kristallen (Figuur 4) komen overeen met de XRD-bevindingen en tonen de aanwezigheid van Mg en P, wat de conclusie van struvietvorming ondersteunt.



Figuur 3: Resultaten van de XRD analyse.



Figuur 4: Resultaten van de SEM-EDX analyse.

Conclusie/Opmmerkingen

- Iets meer dan 80% van het fosfaat werd verwijderd uit de vloeibare fractie van digestaat (LFD) via struvietkristallisatie in een continu gevoede opstroomreactor op pilotschaal.
- De belangrijkste parameters die de P-verwijdering beïnvloeden waren pH, Mg:P molaire verhouding, opvoersnelheid, reactortype en continue voedingsregime.
- Hoewel veel publicaties in de literatuur het tegendeel beweren, vormde de substantiële hoeveelheid deeltjes en oplosbare organische stoffen in LFD geen significante belemmering voor de struvietvorming.

Contact: Barış ÇALLI baris.calli@marmara.edu.tr (EN)

Meer informatie over het project: check de [projectwebsite](#)

Projectpartners: Biogas-E, KU Leuven, Ghent University, Marmara University, VCM, OSTIM

Met de steun van: