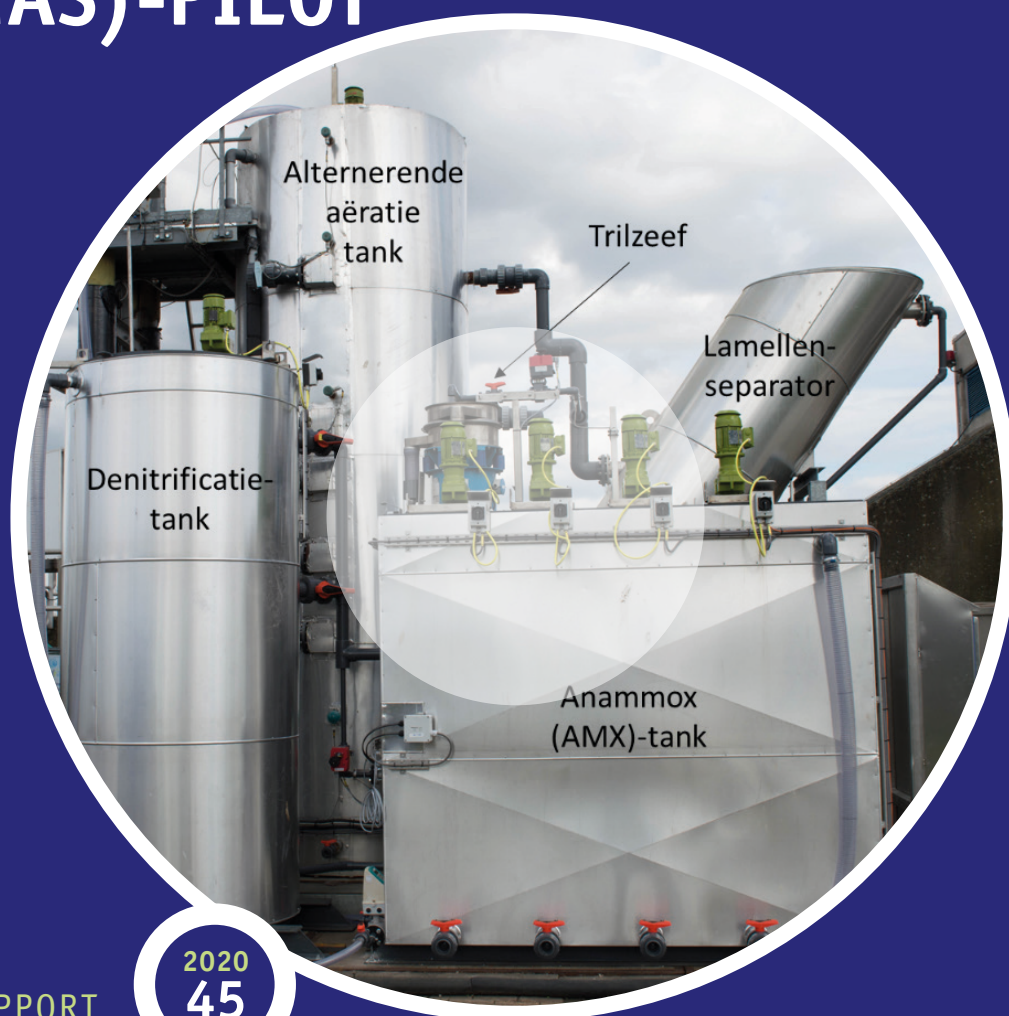


# KOOLSTOF- EN ENERGIEZUINIGE STIKSTOFVERWIJDERING MET DE MAINSTREAM SHORTCUT (MAS)-PILOT



KOOLSTOF- EN ENERGIEZUINIGE STIKSTOFVERWIJDERING  
MET DE MAINSTREAM SHORTCUT (MAS)-PILOT

**RAPPORT**

2020

**45**

ISBN 978.90.5773.912.5



[stowa@stowa.nl](mailto:stowa@stowa.nl) [www.stowa.nl](http://www.stowa.nl)

TEL 033 460 32 00

Stationsplein 89 3818 LE Amersfoort

POSTBUS 2180 3800 CD AMERSFOORT

Publicaties van de STOWA kunt u bestellen op [www.stowa.nl](http://www.stowa.nl)

# COLOFON

UITGAVE Stichting Toegepast Onderzoek Waterbeheer  
Postbus 2180  
3800 CD Amersfoort

## PROJECTUITVOERING

Michiel Van Tendeloo, Universiteit Antwerpen  
Nathalie Carlier, Colsen  
Bert Bundervoet, Colsen  
Joop Colsen, Colsen  
Alje Haan, Colsen  
Isabel Dekker, Colsen  
Boris Colsen, Colsen  
Siegfried E. Vlaeminck, Universiteit Antwerpen  
Willy Verstraete, Avecom  
Hans Mollen, Waterschap Brabantse Delta  
Bart Joosse, Waterschap Brabantse Delta  
Etteke Wypkema, Waterschap Brabantse Delta

## BEGELEIDINGSCOMMISSIE

Cora Uijterlinde, STOWA  
Harm Baten, Hoogheemraadschap van Rijnland  
Merle De Kreuk, TU Delft  
Stefan Geilvoet, Waterschap Hollandse Delta  
Rene Lambregts, Waterschap Brabantse Delta  
Maaïke Hoekstra, Hoogheemraadschap Hollands Noorderkwartier

DRUK Kruyt Grafisch Adviesbureau bv  
STOWA STOWA 2020-45  
ISBN 978.90.5773.912.5

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

## **STIKSTOFVERWIJDERING MET DE MAINSTREAM SHORTCUT (MAS) IS NOG NIET KLAAR VOOR TOEPASSING OP RWZI'S.**

De potentie van stikstofverwijdering met Mainstream Shortcut (MAS) is met een pilot getest op de RWZI Nieuwveer (Breda). De doelstelling, een lage behoefte aan organisch materiaal voor de verwijdering van stikstof tegen een laag energiegebruik met een aantoonbare bijdrage van anammox. Ondanks de grote stappen die gemaakt zijn, is de lozingseis van 10 mg N/l nog niet bereikt en dient de technologie verder te worden geoptimaliseerd.

De Nederlandse waterschappen willen waar mogelijk, hun rioolwaterzuiveringen (RWZI) omvormen tot energiefabrieken: een RWZI die rioolwater energiepositief zuivert. Om dit te verwezenlijken wordt gefocust op de maximale afscheiding van organisch materiaal (koolstofverbindingen) uit het afvalwater, dat vervolgens met een anaerobe vergisting kan worden omgezet tot biogas. Stikstofverwijdering limiteert echter deze energieproductie omdat de conventioneel gebruikte nitrificatie/denitrificatie veel organische koolstof vereist om nitraat om te zetten naar stikstofgas ( $N_2$ ). De MAS-technologie kan hiervoor de oplossing bieden door gebruik te maken van zogenoemde *shortcut*-verwijderingspaden via nitriet als alternatief op conventionele stikstofverwijdering via nitraat. Het gevolg hiervan is dat de vereiste zuurstof en organische koolstofvraag drastisch verlaagd worden, wat noodzakelijk is voor de transitie naar een energiepositieve RWZI.

De MAS-pilot is gebouwd volgens een uniek reactordesign, bestaande uit o.a. een denitrificatietank, een alternerende beluchtingstank, een anammox kweekreactor en een trilzeef. Deze configuratie is gedurende 1 jaar en 8 maanden getest en geoptimaliseerd op de RWZI Nieuwveer bij temperaturen van 12-24°C. Een innovatief beluchtingsregime is in de alternerende beluchtingstank toegepast en in combinatie met een korte verblijftijd voor de uitspoeling van het vlokkig slib konden ongewenste nitrietoxiderende bacteriën worden onderdrukt. Dankzij de trilzeef en de anammox kweekreactor was de verblijftijd van het granulaire slib voldoende hoog om anammox activiteit in de pilot te behouden. Tot slot werd met de MAS-pilot op een koolstofzuinige manier stikstof verwijderd, met een gemiddelde CZV/N verwijderingsratio van 2,4±1,3. Dit is aanzienlijk lager dan de huidig toegepaste technologie. Ondanks deze beloftevolle resultaten werd de lozingseis van 10 mg N/l nog niet bereikt.

Deze hoofdstroom anammoxtechnologie is met deze resultaten vooralsnog niet marktklaar voor de Nederlandse waterschappen. De verwachting is echter dat in de nabije toekomst de efficiëntie van het proces zodanig verbeterd kan worden dat de techniek commercieel kan worden toegepast.

Dit onderzoek werd mede gefinancierd door de Rijksdienst voor Ondernemend Nederland (RVO) en de provincie Zeeland.

Joost Buntsma  
Directeur STOWA

# SAMENVATTING

## INLEIDING

Rioolwater bevat meer potentiële energie (als chemische zuurstofvraag, CZV) dan nodig om het te zuiveren met een actiefslibstelsysteem. Bijgevolg zouden RWZI's theoretisch gezien energie kunnen produceren mits die energie efficiënt geoogst en gebruikt wordt (Verstraete & Vlaeminck, 2011). Voor de transitie naar een energieproducerende zuivering is het bijgevolg belangrijk om het afvangen van organisch materiaal (rijk in CZV) in de primaire trap te maximaliseren, en vervolgens te valoriseren tot bruikbare elektriciteit en warmte met anaerobe vergisting. Deze CZV is echter ook nodig om stikstof te verwijderen via de conventionele route (nitrificatie/denitrificatie, N/DN) en er kan bijgevolg niet te veel organische stof worden weggevangen. Hierdoor is het met de huidige stand der techniek nog niet mogelijk om een energiefabriek te ontwikkelen die geen gebruik maakt van extern aangevoerd slib.

Alternatieven voor de conventionele stikstofverwijdering zijn de zogenoemde *shortcut*-stikstofverwijderingsroutes, nitritatie/denitritatie (Nit/DN<sub>it</sub>) en partiële nitritatie/anammox (PN/A), waarbij de stap tot nitraat overbodig is en de N<sub>2</sub>-productie over nitriet gebeurt. In de eerste stap (nitritatie) wordt telkens ammonium door aerobe ammoniumoxiderende bacteriën (AerAOB) autotroof geoxideerd tot nitriet en vervolgens heterotroof verwijderd via denitritatie voor Nit/DN<sub>it</sub>. Voor PN/A vindt die eerste stap maar gedeeltelijk plaats en wordt het geproduceerde nitriet en residueel ammonium gezamenlijk omgezet tot stikstofgas door anoxische ammoniumoxiderende (anammox-)bacteriën (AnAOB). In vergelijking met conventionele N/DN heeft Nit/DN<sub>it</sub> respectievelijk een 40% en 25% lagere CZV- en beluchtingsvraag terwijl dit voor PN/A zelfs respectievelijk 100% en 60% lager is (Van Hulle et al., 2010). De uitgespaarde CZV kan gevaloriseerd worden als energie (biogas). De combinatie van een verhoogde energierecuperatie en verlaagde energievraag maken van de *shortcut*-routes via Nit/DN<sub>it</sub> en in het bijzonder PN/A cruciale technologieën om energiepositieve RWZI's te bereiken.

Implementatie van Nit/DN<sub>it</sub> en PN/A in een RWZI is ten dele gelijkaardig omdat voor beiden nitraatproductie moet vermeden worden door 'ongewenste' nitrietoxiderende bacteriën (NOB). Voor PN/A moeten bovendien anammox bacteriën (AMX) aanwezig en actief zijn, een uitdaging met betrekking tot de trage groei van AMX ten opzichte van overige aanwezige organismen. Omdat PN/A meer grondstoffenefficiënt is, werd voornamelijk hierop gefocust tijdens dit onderzoek.

PN/A wordt reeds veelvuldig toegepast in de zijstroom (sliblijn) van een RWZI, met reeds in 2014 wereldwijd meer dan 100 gerapporteerde full-scale installaties (Lackner et al., 2014). De implementatie van hoofdstroom (waterlijn) PN/A is echter niet vanzelfsprekend vanwege de sterk verschillende condities zoals lagere temperatuur en influentconcentratie, relatief hoge CZV/N-ratio en sterke fluctuaties in de voorgaande parameters. Daarom vereist dit nog verdere R&D (Agrawal et al., 2018).

## DOELSTELLINGEN

Het *Mainstream Shortcut* (MAS-project) beoogde om op een efficiënte en robuuste manier *shortcut*-stikstofverwijdering via Nit/DN<sub>it</sub> en PN/A toe te passen in de hoofdstroom van een RWZI en zo op een koolstof- en energiezuinige manier stikstof te verwijderen. Om algemeen toepasbaar te zijn op een RWZI in Nederland moet hierbij een stikstofeffluent kwaliteit van

$\leq 10$  mg N/L worden behaald bij een relevante belasting  $\geq 120$  mg N/L/d. Om deze doelen te bereiken werd er meer specifiek gefocust op:

- Het vermijden van ongewenste NOB-activiteit m.b.v. onderdrukking en uitspoeling
- Expressie en behoud van AMX-activiteit
- Het behalen van een differentiële slibretentietijdcontrole om voldoende AMX-retentie te verkrijgen maar gelijktijdig NOB uit te spoelen

## MATERIAAL EN METHODEN

De MAS-technologie werd getest en geoptimaliseerd in een  $13 \text{ m}^3$  pilotreactor op RWZI Nieuwveer (Breda) en was gedurende 1 jaar en 8 maanden operationeel bij een temperatuursrange van  $12\text{-}24^\circ\text{C}$ . Het influent bestond uit CZV-arm A-trap effluent waaraan extra ammoniumbicarbonaat werd toegevoegd om de verdunning van de huidige effluentrecirculatie gedeeltelijk of zelfs volledig ongedaan te maken. Dit omdat na implementatie van de MAS-technologie deze recirculatie overbodig zou worden.

De pilot was een gecompartmenteerd systeem bestaande uit twee anoxische tanks (één voor denitrificatie, DN, en één voor anammox, AMX), een alternerende aërietank (AAT), een trilzeef en een lamellenseparator. Het influent werd gevoed aan de denitrificatietank met als doel om de instromende CZV maximaal te benutten door residueel nitraat (afkomstig uit de AAT en slibretour) te verwijderen.

Vanuit de denitrificatietank werd de AAT gevoed. Hier werd volgens een slim beluchtingsalgoritme periodiek belucht op basis van meerdere parameters en bij verschillende opgeloste zuurstof (DO) setpoints om gunstige condities voor zowel de aerobe AOB als anoxische AMX te creëren, en tegelijkertijd NOB-activiteit te onderdrukken. In de AMX-tank werd getracht om optimale condities te creëren voor herstel en aangroei van AMX. De reactor werd initieel gevoed vanuit de denitrificatietank en nadien vanuit de AAT. Tevens werd ammoniumbicarbonaat en natriumnitriet gedoseerd ( $22\pm 5\%$  van de totale belasting). Deze dosering stelde de zijstroomdosering voor afkomstig van centraat behandeld met partiële nitritatie, aan een stikstofvracht die verhoudingsgewijs gebaseerd was op de huidige zijstroombehandeling van RWZI Nieuwveer.

Met de lamellenseparator werd de waterverblijftijd (HRT) losgekoppeld van de slibverblijftijd (SRT). En met een trilzeef werden de SRT's van de verschillende slibfracties van elkaar ontkoppeld. Om de NOB niet enkel te onderdrukken maar ook fysiek uit de reactor te verwijderen, werden vlokken selectief gespuid met de trilzeef (gevoed vanuit de AAT), omdat hier de aerobe bacteriën preferentieel groeien vanwege de goede zuurstofdiffusie. De AMX bevinden zich voornamelijk in de korrelfractie, vanwege de anoxische kern.

## RESULTATEN EN DISCUSSIE

Het onderzoek werd opgesplitst in vier opeenvolgende periodes op basis van de totale stikstofconcentratie (TN) in het influent, met een gemiddelde TN-concentratie van  $21\pm 3$  tot  $41\pm 5$  mg N/L. De ratio biologisch afbreekbare fractie van CZV (bCZV) t.o.v. de TN-concentratie in het influent (g bCZV/g N) was met een gemiddelde van  $1,6\pm 0,4$  tot  $2,8\pm 0,9$  onvoldoende om volledige N-verwijdering via N/DN te verkrijgen ( $\geq 4/1$ ). Het behalen van *shortcut*-verwijdering via Nit/DNit en voornamelijk PN/A was bijgevolg essentieel om een voldoende hoge verwijderingsefficiëntie te verkrijgen.

Selectieve onderdrukking van ongewenste NOB werd gerealiseerd door de combinatie van een innovatief alternerend beluchtingsregime en een korte vlok-SRT van gemiddeld  $15 \pm 12$  dagen. Het afwisselen van beluchte en onbeluchte periodes bij een hoog DO-setpoint bleek hierbij het meest effectief: een daling van de relatieve nitraatproductie tot minder dan 20% en de accumulatie van nitriet toonden aan dat NOB selectief onderdrukt werden t.o.v. de AOB. Fysieke uitspoeling van NOB werd na het verkorten van de vlok-SRT vastgesteld, met een potentiële AOB/NOB-activiteitsverhouding die steeg van 1,5 naar boven de 4. Het instandhouden van beide strategieën bleek essentieel om een goede microbiële balans te behouden met een beperkte NOB-activiteit.

De differentiële SRT-controle was succesvol, voornamelijk door de goede selectiviteit van de trilzeef: de retentie van granulair slib was 18 tot 24 keer groter dan vlokkig slib, met een granulair slibverlies van slechts 3 à 4%. De resulterende SRT bedroeg gemiddeld  $104 \pm 91$  en  $260 \pm 537$  dagen voor respectievelijk de middelgrote en grote granulen, wat 7 tot 17 keer groter was dan de gemiddelde SRT van de vlokken. Bovendien werd elke periode, met uitzondering van Periode 2 vanwege technische problemen, de beoogde minimale granulaire SRT van 70 dagen bij  $15^\circ\text{C}$  behaald. Uitspoeling via het effluent bleek de voornaamste invloedsfactor te zijn op de granulaire SRT en was verantwoordelijk voor een relatief verlies van  $83 \pm 22\%$  en  $88 \pm 15\%$  van respectievelijk de middelgrote en grote granulen. Om deze SRT verder te verhogen moet bijgevolg gefocust worden op het verder inperken van slibuitspoeling via het effluent.

De granulen, afkomstig van enkele entingen vanuit een zijstroombehandeling, werden in de MAS-pilot in stand gehouden dankzij de hoge granulaire SRT. Ook de potentiële activiteit van AMX werd behouden met bijvoorbeeld een hoge potentiële activiteit in Periode 3 van 120 en 135 mg  $\text{NH}_4^+\text{-N/g VSS/d}$  ( $18\text{-}24^\circ\text{C}$ ) voor respectievelijk de middelgrote en grote granulen, gemeten 80 dagen na de laatste enting. Er was telkens wel een initieel verlies van onbenutte AMX-activiteit en ingroei van heterotrofe bacteriën in de granulen. Dit is te verwachten aangezien de hoofdstroomcondities afwijken van de zijstroomcondities. Expressie van AMX-activiteit kon in de AMX-tank met zekerheid worden vastgesteld en bleef gedurende lange tijd zonder bijenting aanwezig. Tijdens de zomerperiode werd in het eerste compartiment een hoge activiteit gemeten van gemiddeld  $81 \pm 40$  mg  $\text{NH}_4^+\text{-N/g VSS/d}$  ( $18\text{-}24^\circ\text{C}$ ).

Met de MAS-pilot werd op een koolstofzuinige manier stikstof verwijderd, met een gemiddelde verwijderde CZV/N-verhouding van  $2,4 \pm 1,3$  die aanzienlijk lager dan die van de huidige B-trap in Nieuwveer (6,7). Op basis van een massabalans per tank kon worden afgeleid dat het MAS-proces een hybride was van PN/A, Nit/DN<sub>it</sub> en N/DN, met een grote bijdrage van *shortcut*-stikstofverwijdering. Naast de reeds aangetoonde AMX-activiteit in de AMX-tank zijn er, dankzij een massabalans, sterke aanwijzingen dat AMX ook actief was in de alternerende aëratietank, weliswaar in beperktere mate.

De effluentkwaliteit van het systeem is nu het voornaamste aandachtspunt. Tijdens de zomerperiode (Periode 3) werd een gemiddelde TN-effluentconcentratie van  $15,2 \pm 1,8$  mg N/L bereikt bij een volumetrische belasting die 10-15% hoger was dan de B-trap op Nieuwveer. De gemiddelde verwijderingsefficiëntie van  $56 \pm 5\%$  was hierbij onvoldoende om de beoogde lozingseis van 10 mg N/L te behalen. Verdere optimalisatie of eventueel gedeeltelijk behoud van de effluentrecirculatie kunnen voldoende zijn om de lozingseis te behalen. De opgestelde energiebalans toonde bijvoorbeeld aan dat zelfs wanneer 5 mg  $\text{NO}_3\text{-N/L}$  extra via conventionele nitrificatie/denitrificatie verwijderd wordt om de effluentlozingseis te halen, bijvoorbeeld door een

deel van het effluent te recirculeren naar de A-trap, de algemene energiebalans nog steeds positief zou zijn door de algemeen verlaagde CZV/N verwijderingsratio.

### **CONCLUSIES EN TOEKOMSPERSPECTIEVEN**

Met het MAS-pilotonderzoek werden verschillende beloftevolle resultaten behaald. Aangetoond werd dat selectieve NOB-onderdrukking en -uitspoeling werden bereikt door de combinatie van het innovatieve beluchtingsregime en de strikte SRT-controle van de vlokken. Door het ontkoppelen van de vlok- van de korrel-SRT met de trilzeef werd bovendien een hoge granulaire SRT gewaarborgd waardoor AMX-activiteit in de pilot behouden werd. De AMX-tank had hierbij ook een aantoonbare meerwaarde met een goede AMX-expressie tot gevolg. De MAS-pilot slaagde er tot slot in op een koolstofarme wijze stikstof te verwijderen, met een CZV/N-ratio die bijna driemaal lager was dan de conventionele B-trap, waardoor meer energierecuperatie in de sliblijn mogelijk wordt.

Ondanks de grote stappen die werden gezet in de ontwikkeling van deze hoofdstroom *shortcut*-technologie werd de lozingseis van 10 mg N/L nog niet bereikt. Hiervoor is voornamelijk een verhoogde AMX-activiteit in de AAT nodig, om zo de NOB verder te onderdrukken. Het waarborgen van het beluchtingsregime en kritieke, vlokkige SRT blijven hierbij essentieel. Daarnaast zal in de toekomst ook verder gefocust worden op de optimalisatie van de *shortcut*-stikstofverwijdering via denitrificatie. Het gedeeltelijk behouden van de effluentrecirculatie zou voldoende moeten zijn om het surplus aan nitraat in het effluent te verwijderen en zo toepasbaar te zijn in een RWZI, met behoud van een verbeterde energiebalans ten opzichte van de huidige techniek.



# 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.*

# SUMMARY IN ENGLISH

## INTRODUCTION

Sewage contains more potential energy (as chemical oxygen demand, COD) than needed to be treated with an activated sludge system. Consequently, sewage treatment plants (STPs) could theoretically produce energy if this energy is efficiently harvested and utilized (Verstraete & Vlaeminck, 2011). For the transition to an energy producing STP, it is therefore important to maximize the capture of organic matter (rich in COD) in the primary stage, and subsequently valorise it into usable electricity and heat with anaerobic digestion. However, due to increasingly stringent nitrogen requirements, this COD is also required to remove nitrogen through the conventional route (nitrification/denitrification, N/DN) and consequently not too much organic matter may be captured. As a result, the current state of the art does not yet allow for the development of an energy-positive plant that does not rely on externally delivered sludge.

Alternatives to conventional nitrogen removal are the so-called *shortcut* nitrogen removal pathways, nitritation/denitritation (Nit/DN<sub>it</sub>) and partial nitritation/anammox (PN/A), in which the step to nitrate is skipped. The first step (nitritation) in each pathway involves autotrophic oxidation of ammonium to nitrite by aerobic ammonium-oxidizing bacteria (AOB) and subsequent heterotrophic removal via denitritation for Nit/DN<sub>it</sub>. For PN/A, this first step only needs to take place partially and the produced nitrite and residual ammonium are jointly converted to nitrogen gas by anoxic ammonium oxidizing bacteria (AMX). Compared to conventional N/DN, Nit/DN<sub>it</sub> has a 40% and 25% lower COD and aeration demand, respectively, while for PN/A this is even 100% and 60% lower (Van Hulle et al., 2010). The unused COD can be valorised to biogas. The combination of increased energy recovery and reduced energy demand make the *shortcut* pathways Nit/DN<sub>it</sub> and in particular PN/A crucial technologies to achieve energy positive STPs.

Implementation of Nit/DN<sub>it</sub> and PN/A in an STP is similar since nitrate production by undesirable nitrite-oxidizing bacteria (NOB) must be avoided for both pathways while maintaining sufficient AOB activity. In addition to PN/A, AMX must be present and active. Since PN/A is more resource-efficient, this was the focus during this study. PN/A is already widely implemented in the side stream (sludge line) of an STP, with over 100 full-scale installations reported worldwide in 2014 (Lackner et al., 2014). However, the implementation of mainstream (waterline) PN/A is not self-evident due to the widely varying conditions (lower temperature and influent concentration, relatively high COD/N ratio and strong fluctuations) and requires additional research (Agrawal et al., 2018).

## OBJECTIVES

The The Mainstream *Shortcut* (MAS) project aimed to efficiently and robustly apply *shortcut* nitrogen removal via Nit/DN<sub>it</sub> and in particular PN/A in the main stream of an STP and thus remove nitrogen in a carbon efficient way. To be generally applicable at STPs in the Netherlands, a nitrogen effluent quality of  $\leq 10$  mg N/L had to be achieved at a relevant load  $\geq 120$  mg N/L/d. To achieve these goals, there was a more specific focus on:

- Avoidance of undesirable NOB activity through suppression and physical sludge wasting
- Expression and preservation of AMX activity because of their low growth rates
- Achieving differential sludge retention time control to obtain sufficient AMX retention but simultaneously wash out NOB

## MATERIALS AND METHODS

The MAS technology was tested and optimized in a 13 m<sup>3</sup> pilot reactor at STP Nieuwveer (Breda) and was operated for 1 year and 8 months at a temperature range of 12-24°C. The influent consisted of COD-lean A-stage effluent to which extra ammonium bicarbonate was added to partially or even completely undo the dilution of the currently applied effluent recirculation. This was done as this recirculation would become redundant after implementing MAS technology.

The pilot was a compartmentalized system consisting of 2 anoxic tanks (one for denitrification, DN and one for anammox, AMX), an alternated aerated tank (AAT), a vibrating screen, and a lamella separator. The influent was fed to the denitrification tank to maximize the removal of influent COD together with residual nitrate, originating from the aerobic tank and sludge return.

The AAT was fed from the denitrification tank. Here, using a clever aeration algorithm, aeration was periodically performed based on multiple parameters and at different dissolved oxygen (DO) setpoints to create favourable conditions for both aerobic AOB and anoxic AMX, while suppressing NOB activity.

In the AMX-tank, optimal conditions for recovery and growth of AMX were created. The reactor was initially fed from the denitrification tank which shifted to the AAT afterwards. Extra ammonium bicarbonate and sodium nitrite were dosed (22±5% of the total load). This dosage represented the side stream dosage derived from centrate, based on the nitrogen load proportionally currently processed in the side stream treatment of STP Nieuwveer.

Using the lamella separator, the water residence time (HRT) was decoupled from the sludge residence time (SRT). A vibrating screen, fed from the AAT, was used to decouple the SRTs of the different sludge fractions from each other. To not only suppress but also physically remove the NOB from the reactor, flocs were selectively wasted using this vibrating screen, as aerobic bacteria tend to grow there due to the good oxygen diffusion. The AMX on the other hand mainly occur in the granule fraction because of the presence of an anoxic core.

## RESULTS AND DISCUSSION

The study was split into four consecutive periods based on the total nitrogen (TN) concentration in the influent, with average TN concentrations ranging from 21±3 to 41±5 mg N/L. The ratio of the biological degradable fraction of chemical oxygen demand (bCOD) to the TN concentration in the influent (g bCOD/g N), with an average of 1.6±0.4 to 2.8±0.9, was insufficient to achieve full N removal via N/DN ( $\geq 4/1$ ). Consequently, achieving *shortcut* removal via Nit/DNit and mainly PN/A was essential to obtain a sufficiently high removal efficiency.

Selective suppression of unwanted NOB was achieved by the combination of the innovative aeration regime and short floc SRT of 15±12 days. Alternating aerated and non-aerated periods at a high DO setpoint proved most effective in this regard: a decrease in relative nitrate production to values lower than 20% and accumulation of nitrite showed that NOB were selectively suppressed relative to the AOB. Physical removal of NOB was observed after shortening the flocculent SRT, with a potential AOB/NOB activity ratio increasing from 1.5 to 4.0 and above. Maintaining both strategies appeared essential to maintain a good microbial balance with limited NOB activity.

Differential SRT control was successful, mainly due to good selectivity of the vibrating screen: retention of granular sludge was 18 to 24 times more effective than flocculent sludge, with granular sludge loss of only 3 to 4%. The resulting SRT averaged  $104 \pm 91$  and  $260 \pm 537$  days for the medium and large granules, respectively, which was 7 to 17 times greater than the average SRT of the flocs. Moreover, the targeted minimum granular SRT of 70 days at  $15^\circ\text{C}$  was achieved in every period, except for Period 2 due to technical difficulties. Losses via effluent were found to be the main influencing factor on the granular SRT and were responsible for a relative loss of  $83 \pm 22\%$  and  $88 \pm 15\%$  of the medium and large granules, respectively. Consequently, to further increase the SRT, the focus should be on further reducing sludge losses via the effluent.

The granules, originating from some inoculations from a sidestream treatment unit, were maintained in the MAS pilot due to the high granular SRT. The potential activity of AMX was also maintained with, for example, high potential activity in Period 3 of  $120$  and  $135$  mg  $\text{NH}_4^+\text{-N/g VSS/d}$  ( $18\text{-}24^\circ\text{C}$ ) for the medium and large granules, respectively, measured 80 days after the last inoculation. In each case however, there was an initial loss of unutilized AMX activity and enrichment of heterotrophic bacteria into the granules. This was expected since the mainstream conditions are different from the side stream conditions. Expression of AMX activity could be determined with certainty in the AMX tank and remained present for a long time without inoculation. During the summer period, high activity was measured in the first compartment, averaging  $81 \pm 40$  mg  $\text{NH}_4^+\text{-N/g VSS/d}$  ( $18\text{-}24^\circ\text{C}$ ).

The MAS pilot removed nitrogen in a carbon-efficient manner, with an average removed COD/N ratio of  $2.4 \pm 1.3$  that was significantly lower than that of the B-stage in STP Nieuwveer (6,7). Based on a mass balance per tank, it could be deduced that in addition to PN/A, Nit/DNit and conventional N/DN were also active with a considerable contribution of *shortcut* nitrogen removal pathways. In addition to the already demonstrated AMX activity in the second anoxic tank, thanks to a mass balance, there were strong indications that AMX were also active in the aerobic tank, albeit to a limited extent.

The performance of the system remains the main concern. During the summer period (Period 3), an average TN effluent concentration of  $15.2 \pm 1.8$  mg N/L was achieved at a volumetric load that was 10-15% higher than the B stage at Nieuwveer. The average removal efficiency of  $56 \pm 5\%$  was hereby insufficient to achieve the targeted discharge requirement of 10 mg N/L. Further optimization or possibly partial retention of the effluent recirculation may be sufficient to achieve the discharge requirement. For example, the prepared energy balance showed that even if an additional 5 mg  $\text{NO}_3\text{-N/L}$  is removed via conventional nitrification/denitrification to meet the effluent discharge requirement, for example by recirculating part of the effluent to the A-stage, the overall energy balance would still be positive due to the generally reduced COD/N removal ratio.

## CONCLUSIONS AND OUTLOOK

Several promising results were achieved with the MAS pilot study. It was shown that selective NOB suppression and wash-out were achieved by the combination of the innovative aeration regime and the strict, flocculent SRT control. Moreover, by decoupling the flocculent and granular SRT with the vibrating screen, a high granular SRT was ensured which maintained AMX activity in the pilot. The AMX tank had a demonstrated added value in this process, resulting in good AMX expression. Finally, the MAS pilot succeeded in removing nitrogen in a low-carbon manner, with a COD/N ratio that was almost three times lower than the conventional B-stage, allowing for more energy recovery in the sludge line.

Despite the great strides made in the development of this mainstream AMX technology, the discharge requirement of 10 mg N/L was not yet achieved. This mainly requires increased AMX activity in the aerobic tank to further suppress NOB. Ensuring the aeration regime and critical, flocculent SRT remain essential here. In addition, increased nitrogen removal via denitrification *shortcut* is also desired. Partially retaining the effluent recirculation should be sufficient to remove the excess nitrate in the effluent and thus be applicable in a STP, while maintaining an improved energy balance compared to the current technique.

# DE STOWA IN BRIEF

The Foundation for Applied Water Research (in short, STOWA) is a research platform for Dutch water controllers. STOWA participants are all ground and surface water managers in rural and urban areas, managers of domestic wastewater treatment installations and dam inspectors.

The water controllers avail themselves of STOWA's facilities for the realisation of all kinds of applied technological, scientific, administrative legal and social scientific research activities that may be of communal importance. Research programmes are developed based on requirement reports generated by the institute's participants. Research suggestions proposed by third parties such as knowledge institutes and consultants, are more than welcome. After having received such suggestions STOWA then consults its participants in order to verify the need for such proposed research.

STOWA does not conduct any research itself, instead it commissions specialised bodies to do the required research. All the studies are supervised by supervisory boards composed of staff from the various participating organisations and, where necessary, experts are brought in.

The money required for research, development, information and other services is raised by the various participating parties. At the moment, this amounts to an annual budget of some 6,5 million euro.

For telephone contact number is: +31 (0)33 - 460 32 00.

The postal address is: STOWA, P.O. Box 2180, 3800 CD Amersfoort.

E-mail: [stowa@stowa.nl](mailto:stowa@stowa.nl).

Website: [www.stowa.nl](http://www.stowa.nl).

# KOOLSTOF- EN ENERGIEZUINIGE STIKSTOFVERWIJDERING MET DE MAINSTREAM SHORTCUT (MAS)-PILOT

## INHOUD

	TEN GELEIDE	
	SAMENVATTING	
	DE STOWA IN HET KORT	
	SUMMARY IN ENGLISH	
	DE STOWA IN BRIEF	
<b>1</b>	<b>INLEIDING</b>	<b>1</b>
1.1	Achtergrond	1
1.1.1	De energiefabriek	1
1.1.2	Conventionele stikstofverwijdering en <i>shortcut</i> alternatieven	1
1.1.3	Huidige stand onderzoek	3
1.1.4	Strategieën voor hoofdstroom partiële nitritatie/anammox	4
1.2	RWZI Nieuwveer	5
1.3	UNAS/MAS project	7
1.4	Projectopzet en doelstellingen	7
<b>2</b>	<b>MATERIAAL EN METHODEN</b>	<b>9</b>
2.1	MAS (Mainstream Shortcut)	9
2.1.1	Voeding	9
2.1.2	Denitrificatietank (DN-tank) of 1 <sup>ste</sup> anoxische tank	10
2.1.3	Alternerende aëratietank (AAT)	10
2.1.4	AMX-tank of 2 <sup>de</sup> anoxische tank	11
2.1.5	Scheidingstechnieken	11
2.1.6	Temperatuur	12
2.1.7	Inoculatie pilot	12
2.2	Opvolging MAS-pilot	12
2.2.1	Online sensoren	12
2.2.2	Labanalyses	13

<b>3</b>	<b>RESULTATEN EN DISCUSSIE</b>	<b>15</b>
<b>3.1</b>	<b>Inleiding</b>	<b>15</b>
	3.1.1 Periodering project	15
<b>3.2</b>	<b>Influentkarakteristieken</b>	<b>16</b>
	3.2.1 Influentstikstofkwaliteit en hoofdstroomdosering	16
	3.2.2 Temperatuursverloop	16
	3.2.3 Overzicht	17
<b>3.3</b>	<b>Selectieve NOB-onderdrukking</b>	<b>17</b>
	3.3.1 NOB-onderdrukking en beluchting	18
	3.3.2 NOB-onderdrukking en SRT	20
	3.3.3 Relatieve nitraatproductie tijdens Periode 2 en Periode 3	22
	3.3.4 Discussie	23
	3.3.5 Tussentijdse conclusie	24
<b>3.4</b>	<b>AMX-retentie en -activiteit</b>	<b>24</b>
	3.4.1 SRT-differentiatie	24
	3.4.2 TSS-concentratie	27
	3.4.3 Potentiële AMX-activiteit	28
	3.4.4 AMX-activiteit in de AMX-tank	29
	3.4.5 Discussie	31
	3.4.6 Tussentijdse conclusie	32
<b>3.5</b>	<b>Shortcut-stikstofverwijdering</b>	<b>33</b>
	3.5.1 CZV/N verwijderd algemeen	33
	3.5.2 Verwijdering per compartiment	34
	3.5.3 Discussie	35
	3.5.4 Tussentijdse conclusie	36
<b>3.6</b>	<b>Performantie</b>	<b>36</b>
	3.6.1 Volumetrische omzettingssnelheden en effluentkwaliteit	36
	3.6.2 Schatting benodigd aandeel <i>shortcut</i> -stikstofverwijdering	39
	3.6.3 Tussentijdse conclusie	41
<b>3.7</b>	<b>Algemene discussie</b>	<b>41</b>
	3.7.1 Discussie pilot resultaten	41
	3.7.2 Mogelijke limitaties en beoogde verbeteringen technologie	42
	3.7.3 Energiebalans	44
	3.7.4 N <sub>2</sub> O-emissies	46
<b>3.8</b>	<b>Conclusies en aanbevelingen</b>	<b>46</b>
	3.8.1 Successen	46
	3.8.2 Uitdagingen	47
	3.8.3 Aanbevelingen	47
<b>4</b>	<b>BIBLIOGRAFIE</b>	<b>50</b>
<b>5</b>	<b>BIJLAGE</b>	<b>53</b>



# 1

## INLEIDING

### 1.1 ACHTERGROND

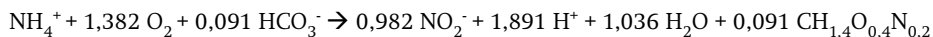
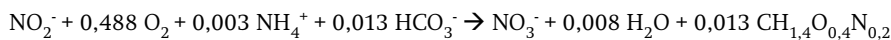
#### 1.1.1 DE ENERGIEFABRIEK

De Nederlandse Waterschappen hebben zich geëngageerd om hun rioolwaterzuiveringen (RWZI) om te vormen naar energiefabrieken: een RWZI die energieneutraal of zelfs energieproducerend afvalwater zuivert. Het doel is om enerzijds de in het afvalwater aanwezige potentiële energie optimaal te benutten en anderzijds het algemene energieverbruik te beperken. Om dit te verwezenlijken wordt gefocust op de maximale afscheiding van organisch materiaal (koolstofverbindingen) uit het afvalwater. Concreet gebeurt dit door gebruik te maken van een tweetraps systeem: in een eerste trap (A-trap) wordt het organische materiaal verzameld door gebruik te maken van geoptimaliseerde technieken zoals bijvoorbeeld chemisch verbeterde primaire bezinking of hoogbelast actief slib, en een tweede trap (B-trap) voor de verdere zuivering van het afvalwater (voornamelijk voor stikstofverwijdering). Het afgescheiden organische materiaal, in de vorm van primair en secundair slib en hierin gevangen extra organisch materiaal, kan vervolgens gevaloriseerd worden als biogas na anaerobe vergisting. Dit biogas kan dan gebruikt worden om te voorzien in de eigen elektriciteit- en warmtebehoefte van de RWZI (Stowa 2005-26, 2010-33). De surplusenergie kan aan het elektriciteitsnet worden geleverd.

Stikstofverwijdering limiteert echter deze energieproductie omdat de conventioneel gebruikte nitrificatie/denitrificatie (N/DN) veel organisch materiaal verbruikt om nitraat om te zetten naar stikstofgas ( $N_2$ ). De overstap naar koolstofzuinige verwijderingsroutes zoals nitritatie/denitritatie (Nit/DN<sub>it</sub>), *shortcut* over nitriet, en partiële nitritatie/anammox (PN/A), *shortcut* over nitriet en gedeeltelijk ammonium, laten een verhoogde koolstof- en bijgevolg energierugwinning toe uit het rioolwater. In vergelijking met conventionele N/DN heeft Nit/DN<sub>it</sub> namelijk een 40% lager organischmateriaalverbruik terwijl dit voor PN/A zelfs 100% lager is. Bovendien is de beluchtingsvraag voor Nit/DN<sub>it</sub> en PN/A respectievelijk 25% en 60% lager, wat het energieverbruik sterk laat dalen (Van Hulle et al., 2010). Deze beloftevolle processen hebben bijgevolg een sleutelrol in dit energieverhaal en worden in het volgende hoofdstuk verder toegelicht.

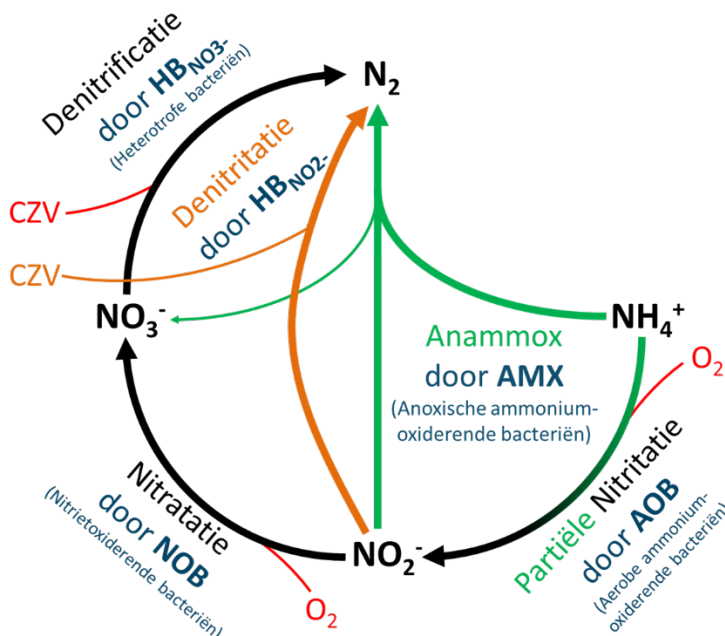
#### 1.1.2 CONVENTIONELE STIKSTOFVERWIJDERING EN *SHORTCUT* ALTERNATIEVEN

Ammonium is de voornaamste stikstofcomponent in rioolwater. De conventionele methode om ammonium te verwijderen is via de nitrificatie van ammonium tot nitraat gevolgd door denitrificatie tot stikstofgas (nitrificatie/denitrificatie of N/DN, Figuur 1). Nitrificatie wordt uitgevoerd door twee types van autotrofe bacteriën: ammoniumoxiderende bacteriën (AOB) oxideren ammonium naar nitriet en nitrietoxiderende bacteriën (NOB) zetten dit nitriet verder om naar nitraat. Voor beide processen is zuurstof nodig (reacties volgens Seuntjens (2018)):

**Nitritatie (door AOB):****Nitratatie (door NOB):**

Het gevormde nitraat wordt samen met organisch materiaal/koolstofverbindingen (=CZV) door heterotrofe bacteriën (HB) omgezet naar stikstofgas onder anoxische condities. Bijgevolg moet er voldoende organisch materiaal aanwezig zijn voor een volledige stikstofverwijdering. Stoichiometrisch is 2,87 g CZV per g nitraat-N vereist voor deze omzetting. Indien ook rekening gehouden wordt met anabolische processen stijgt deze ratio tot 4. Bovendien gaat een deel van de CZV aerobisch verloren in de beluchte delen van de RWZI. Aangenomen dat dit verlies 20% bedraagt (Van Hulle et al., 2010), is een minimale CZV/N-ratio van 4,8 vereist voor de traditionele stikstofverwijdering via N/DN (Tabel 1).

FIGUUR 1 ILLUSTRATIE VAN DE DRIE VOORNAAMSTE STIKSTOFVERWIJDERINGSROUTE: CONVENTIONELE NITRIFICATIE/DENITRIFICATIE (ZWART), EN DE SHORTCUT-ROUTES NITRITATIE/DENITRITATIE (ORANJE) EN PARTIËLE NITRITATIE/ANAMMOX (GROEN)



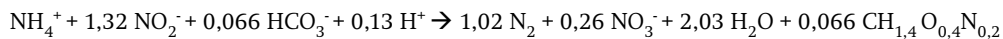
TABEL 1 VEREISTE HOEVEELHEID ORGANISCHE KOOLSTOF (CZV) EN ZUURSTOF ( $\text{O}_2$ ) PER HOEVEELHEID STIKSTOF (N) DIE VERWIJDERD WORDT VIA DE DRIE VERSCHILLENDE STIKSTOFVERWIJDERINGSPADEN, INCLUSIEF ANABOLISME. VOOR DE ORGANISCHEKOOLSTOFVRAAG WERDEN 20% AEROBE VERLIEZEN IN REKENING GEBRACHT (VAN HULLE ET AL., 2010)

	Nitrificatie/Denitrificatie (N/DN)	Nitritatie/Denitrificatie (Nit/DNit)	Partiële Nitritatie/anammox (PN/A)
CZV/N vereiste (g/g)	4,8	2,9	0
$\text{O}_2$ /N vereiste (g/g)	4,3	3,2	1,7

Een alternatief stikstofverwijderingsproces is nitritatie/denitrificatie (Nit/DNit) waarbij ammonium slechts tot nitriet wordt geoxideerd door AOB en dit nitriet vervolgens wordt gereduceerd tot stikstofgas door HB (Figuur 1). Nitraat wordt bijgevolg vermeden in dit proces, waardoor het omschreven wordt als een *shortcut*-proces. Het voordeel van Nit/DNit is dat 25% minder beluchting en 40% minder organische koolstof is vereist t.o.v. N/DN (Tabel 1). De vereiste minimale CZV/N-ratio is slechts 2,9 inclusief de aerobe CZV-behoefte.

Het is bovendien mogelijk om ammonium te verwijderen in afwezigheid van een organische koolstofbron, namelijk via de anoxische ammoniumoxidatieroute (anammox). Anammoxbacteriën (AMX) zetten ammonium en nitriet simultaan om tot stikstofgas. Bij deze reactie wordt een beperkte hoeveelheid nitraat geproduceerd, ongeveer 8-11% van de totale omgezette stikstof (Lotti et al., 2014; Strous et al., 1998). Net zoals in de andere verwijderingsroutes wordt het vereiste nitriet door AOB geproduceerd, waardoor deze totale omzetting partiële nitrificatie/anammox (PN/A) wordt genoemd. PN/A neemt net zoals Nit/DNit een *shortcut* in de stikstofkringloop, waarbij de oxidatie tot nitraat vermeden wordt en minder ammonium wordt geoxideerd (Figuur 1). De anammoxreactie wordt hieronder beschreven (volgens Strous et al. (1998)P):

#### Anammox (door AMX):



Tabel 1 laat zien dat zowel Nit/DNit als PN/A energetisch interessanter zijn dan N/DN, maar dat PN/A veruit het meest interessante stikstofverwijderingsproces is met een besparing van 60% in zuurstofvraag en 100% in koolstofvraag ten opzichte van conventionele N/DN. Deze potentiële reductie in zuurstofvraag verlaagt het energieverbruik terwijl het uitgespaarde organische materiaal in de anaerobe vergister kan worden omgezet tot energie. Dit maakt dat anammoxsystemen het meest energie-efficiënt zijn en toepassing in de RWZI als energiefabriek gewenst is. Residueel organisch materiaal dat niet werd afgevangen in de A-trap, wordt preferentieel verbruikt in Nit/DNit omdat dit per verwijderde gram stikstof minder beluchtingsenergie en organisch materiaal verbruikt in vergelijking met conventionele N/DN.

De implementatie van PN/A en Nit/DNit in de B-trap van een RWZI vereist de onderdrukking van NOB-activiteit, omdat dit de algemene energie- en koolstofefficiëntie verlaagt. Voor PN/A is bovendien de introductie en het behoud van AMX-activiteit vereist. In de volgende hoofdstukken wordt voornamelijk gefocust op de implementatie van PN/A omdat de selectiemechanismen grotendeels overeenkomen met de implementatie van Nit/DNit maar energetisch het meest voordelig is. Beide processen zijn echter gewenst in de uiteindelijk toepassing indien nog residueel organisch materiaal aanwezig is.

#### 1.1.3 HUIDIGE STAND ONDERZOEK

Het PN/A-proces wordt in de praktijk reeds toegepast. In 2014 werden wereldwijd bijvoorbeeld al meer dan 100 werkende, grootschalige installaties gerapporteerd in zowel huishoudelijke als industriële waterzuiveringen (Lackner et al., 2014). De RWZI-installaties zijn allemaal operationeel in de slibverwerkingslijn, of zijstroom, waar slechts 15-20% van de totale stikstofvracht verwijderd wordt (Fux et al., 2003). Om de voordelen van PN/A ook voor de overige 80-85% te benutten is implementatie van PN/A in de waterlijn of hoofdstroom vereist. Omdat de operationele condities tussen de zijstroom en hoofdstroom sterk verschillen (o.a. lagere temperatuur, lagere inkomende stikstofconcentratie en sterkere variaties in influentsamenstelling, -debiet en -temperatuur t.o.v. de zijstroom) zijn de toegepaste strategieën in de zijstroom minder of zelfs niet effectief in de hoofdstroom (Lotti et al., 2015). Daarom is de ontwikkeling van nieuwe technologie essentieel voor de toepassing van hoofdstroom PN/A. Momenteel zijn er geen grootschalige installaties gerapporteerd die werkzaam zijn met PN/A, met uitzondering van RWZI Strass (Oostenrijk) en RWZI Changi (Singapore) die echter uitzonderlijke karakteristieken hebben (Cao et al., 2013; Wett et al., 2013). Het is onduidelijk of deze installaties ook buiten de gerapporteerde beknopte periode volgens het PN/A principe werken.

Door het grote potentieel werd de voorbije jaren veel technologisch onderzoek uitgevoerd met wisselende resultaten. Een algemene succesformule werd nog niet ontdekt en/of gedemonstreerd op pilotschaal ( $>0,5\text{m}^3$ ). Lemaire et al. (2014) behaalden een beloftevolle  $\text{NH}_4^+$ - en totale anorganische stikstof (TIN) verwijderingsefficiëntie tot respectievelijk 80% en 70% bij een constante temperatuur van  $22\pm 2^\circ\text{C}$ . Er werd hierbij een effluentconcentratie van 17 mg TIN/L behaald die echter niet aan de lozingseis voldeed. Langdurige stabiliteit (meer dan 2 maanden) en goede performantie bij temperaturen lager dan  $20^\circ\text{C}$  werden bovendien niet aangetoond. Pedrouso et al. (2018) behaalden bij een temperatuur van 12 tot  $18^\circ\text{C}$  een TIN-verwijderingsefficiëntie van gemiddeld 50% gedurende 90 dagen en een losbare effluentconcentratie kleiner dan 10 mg N/L. De verwijderingssnelheid bedroeg echter 67 mg N/L/d, wat aanzienlijk lager is dan de belasting in een RWZI. Hoekstra et al. (2019) slaagden erin een TN-verwijderingssnelheid van 223 mg N/L/d bij  $23^\circ\text{C}$  te bereiken die daalde tot 97 mg N/L/d bij  $13^\circ\text{C}$ . De TN-verwijderingsefficiëntie bedroeg respectievelijk 55% en 34%. Een verbetering van de performantie tijdens de wintermaanden en het behalen van langdurige stabiliteit bleven de grootste resterende uitdaging in dit onderzoek. Een competitieve verwijderingssnelheid van 130 mg N/L/d bij  $11\text{-}23^\circ\text{C}$  met aantoonbare stabiliteit werd bereikt door Gustavsson et al. (2020), maar ook zij faalden in het behalen van een losbaar effluent ( $\text{TN} \leq 10\text{ mg N/L}$ ). Kamp et al. (2019) tot slot trachtten met het continue voeden van AMX-rijke spui uit de zijstroom PN/A te verkrijgen in de hoofdstroom, maar behaalden een zeer beperkt resultaat: slechts 1% N-omzetting via AMX en een AMX-activiteit die 800 à 900 keer lager was dan in de zijstroom. Verhoogde retentie van AMX in de hoofdstroom en verbeterde NOB-onderdrukking bleven de voornaamste uitdagingen. Ondanks dat reeds vele stappen vooruit werden gezet, blijven er nog veel resterende uitdagingen over om hoofdstroom PN/A te verkrijgen met een goede performantie en langdurige stabiliteit.

#### 1.1.4 STRATEGIEËN VOOR HOOFDSTROOM PARTIËLE NITRITATIE/ANAMMOX

De transitie van N/DN naar PN/A in de hoofdstroom van een conventionele RWZI brengt enkele basisvereisten met zich mee: 1) NOB-activiteit vermijden met behoud van AOB-activiteit en 2) AMX-activiteit verkrijgen en behouden. Hiervoor moet gezocht worden naar een combinatie van operationele strategieën om de gewenste microbiële samenstelling te verkrijgen.

AMX zijn roodkleurige, autotrofe bacteriën die leven onder strikte anoxische condities. Hun activiteit wordt al geremd bij zuurstofconcentraties van kleiner dan  $0,02\text{ mg O}_2/\text{L}$  (Seuntjens et al., 2018). Hun aanwezigheid wordt voornamelijk verwacht in de anoxische kern van granulen of de anoxische laag in een biofilm. De aerobe bacteriën (o.a. AOB) in de buitenmantel van de granulen of biofilm zorgen er voor dat zuurstof niet tot in de kern diffundeert en dat nitriet beschikbaar wordt (Vlaeminck, 2009).

AMX zijn trage groeiers (verdubbelingstijden tussen 11-20 dagen bij  $30^\circ\text{C}$  (Strous et al., 1999; van der Star et al., 2008)) in vergelijking met de nitrificerende bacteriën (bv. AOB: 1,1-1,4 dagen bij  $20\text{-}30^\circ\text{C}$  (Park & Noguera, 2007; Wiesmann, 1994)). Vanwege deze lange verdubbelingstijden is het cruciaal om een voldoende lange slibverblijftijd (SRT) voor AMX te handhaven. Door AMX in granulen te groeien kan deze lange SRT gehandhaafd worden. De onderdrukking van NOB met behoud van AOB-activiteit blijft hierbij belangrijk om voldoende nitriet voor AMX te voorzien. Daarnaast kunnen HB ook verstrend werken omdat zij bijvoorbeeld in competitie kunnen treden met AMX voor nitriet en met AOB voor zuurstof. Om dit complexe probleem op te lossen is een combinatie van verschillende strategieën nodig (Agrawal et al., 2018). De voornaamste strategieën, zoals ze ook in het MAS-onderzoek werden toegepast, worden hieronder kort toegelicht.

Het algemeen principe is om de verdubbelingstijd van de ongewenste bacteriën (NOB en sommige HB) zo hoog mogelijk te maken en die van de essentiële bacteriën (AOB, AMX en eventueel HB) te verkorten door in te spelen op hun metabolisme. Door vervolgens een slibverblijftijd op te leggen die tussen die van de gewenste en ongewenste bacteriën ligt, kunnen NOB zichzelf niet meer in stand houden waardoor ze na verloop van tijd helemaal zijn verdwenen (Agrawal et al., 2018).

Het uit elkaar trekken van de verdubbelingstijden kan door bv. steeds residueel ammonium aanwezig te hebben (Liu et al., 2019): dit bevordert de groeisnelheid van zowel AOB als AMX maar heeft geen effect op NOB. Anderzijds moet de aerobe beschikbaarheid van nitriet voor NOB zoveel mogelijk vermeden worden, waardoor de aanwezigheid van AMX-activiteit als nitrietafnemer cruciaal is. De NOB kunnen t.o.v. de AOB selectief worden onderdrukt door afwisselend te beluchten, aangezien er indicaties zijn voor het bestaan van een zogenoemde 'nitratationele lag' of 'NOB lag': NOB worden minder snel actief na een anoxische periode in vergelijking met de AOB (Gilbert et al., 2014; Kornaros et al., 2010). Omdat AMX groeien in de anoxische kern van de granulen zal zuurstofinhibitie vermeden worden, op voorwaarde dat de zuurstofopname door aerobe bacteriën groot genoeg is om zuurstofdiffusie in de granulen te voorkomen.

Omdat de AMX een ongeveer 10 keer zo lange verdubbelingstijd hebben in vergelijking met de AOB (zie voorheen), is het niet mogelijk om een voor de AOB kritische slibverblijftijd (SRT) op te leggen die tegelijk voldoende lang is voor AMX. Een oplossing hiervoor is om te werken met een hybride systeem, bestaande uit zowel kleine, aerobe vlokken en grotere granulen met anoxische kernen. AMX zullen hierbij uitsluitend groeien in de granulen terwijl de AOB en NOB voornamelijk de aerobe vlokken verkiezen. Door een verschillende SRT op te leggen voor de vlokken en de granulen kan de SRT van beide fracties worden ontkoppeld. De fysieke scheiding kan worden uitgevoerd met bijvoorbeeld een cyclon of zeef.

Tot slot wordt de aanwezigheid van HB die nitraat reduceren getolereerd omdat de AMX ook een beperkte hoeveelheid nitraat produceren. Bovendien zal de voorgeschakelde CZV-verwijdering nooit 100% efficiënt zijn, waardoor nog steeds CZV zal instromen. Denitrificatie en denitrificatie zijn hierbij ideaal om deze CZV te verwijderen, omdat het in tegenstelling tot aerobe heterotrofen geen zuurstof verbruikt waardoor de energievraag niet toeneemt. Denitrificatie heeft hierbij het voordeel dat het per g CZV meer stikstof kan verwijderen (Tabel 1).

## 1.2 RWZI NIEUWVEER

Rioolwaterzuiveringsinstallatie Nieuwveer (Breda, Nederland) is één van de grootste zuiveringen van Waterschap Brabantse Delta en heeft een biologische capaciteit van 485.000 I.E. (136 g TZV/d) en een RWA-capaciteit van 16.500 m<sup>3</sup>/uur. 70% van het instromende afvalwater komt uit Breda en de overige 30% is afkomstig van de omliggende kernen. De waterzuivering maakt gebruik van een gescheiden CZV- en N-verwijdering, de respectievelijke A- en B-trap.

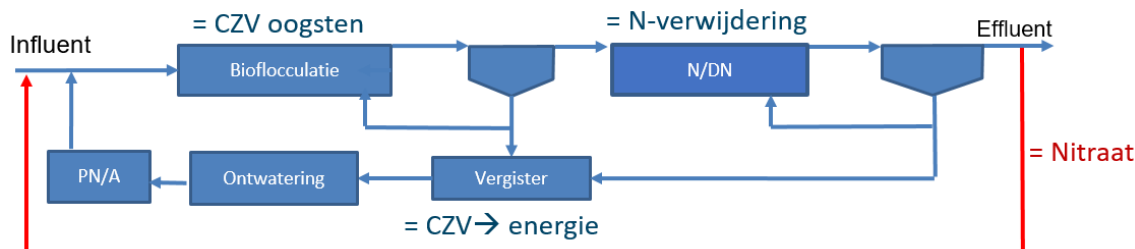
Wanneer het afvalwater de zuivering binnenstroomt, worden eerst de grove delen verwijderd via een screening en wordt zand afgevangen via een zandvanger. Daarna wordt het afvalwater biologisch behandeld. Zoals hierboven vermeld, bestaat de biologische zuivering uit een twee-traps systeem, een A/B-configuratie. De A-trap (3.500 m<sup>3</sup>) is een hoogbelast actiefslibstelsysteem. Het afvalwater wordt in contact gebracht met actief slib en wordt belucht. In deze trap wordt een grote fractie van de organische vervuiling verwijderd. Door de korte verblijftijden in deze

trap (0,6 h – DWA), gebeurt de verwijdering van deze organische vervuiling voornamelijk door adsorptie en immobilisatie. Daarnaast wordt ijzersulfaat gedoseerd om fosfaten uit het afvalwater te verwijderen. Na de A-trap wordt het slib/watermengsel gescheiden in de tussenbezinktanks. Hier bezinkt het slib met de organische vervuilingen. Een deel van het bezonken slib wordt gerecirculeerd naar de A-trap en een deel wordt afgevoerd naar de slibgisting. Dit wordt het primair slib genoemd en heeft een hoog biogaspotentieel door de lage SRT (< 1 d) die aangehouden wordt in de A-trap. Vervolgens stroomt het afvalwater naar de B-trap (28200 m<sup>3</sup>). In de B-trap worden de resterende organische vervuiling en stikstof verwijderd m.b.v. nitrificerend en denitrificerend slib. De hydraulische verblijftijd is 4,6h – DWA. Het effluent van de B-trap gaat naar een nabezinktank. Een deel van het slib wordt gerecirculeerd naar de B-trap en het surplusslib dat hierbij gevormd wordt zal ook worden vergist. Omdat er onvoldoende organische stof beschikbaar is voor een volledige stikstofverwijdering wordt nitraatrijk effluent naar de A-trap gerecirculeerd. Hiervoor wordt het eerste compartiment van de A-trap anoxisch bedreven, waardoor het nitraat met behulp van de instromende organische vracht kan worden gedenitrificeerd tot stikstofgas. Dit betekent echter dat een deel van de ingespoelde CZV verbruikt wordt voor denitrificatie en dat minder organische stof wordt afgevangen in de A-trap en nuttig ingezet via vergisting tot biogas.

Nieuwveer beschikt over een mesofiele vergister (HRT = 23 dagen). Hier wordt A-trap (4.920 ton DS/jaar), B-trap (2.190 ton DS/jaar) en extern slib (1.956 ton DS/jaar) verwerkt. Energie wordt teruggewonnen in de vorm van biogas. Het uitgestig slib wordt gescheiden met zeebandpersen en het gevormde centraat wordt na behandeling in een PN/A-installatie (1.000 m<sup>3</sup>) terug naar de waterlijn gevoerd. De vaste slibfractie wordt afgevoerd.

Het processchema van RWZI Nieuwveer wordt weergegeven in Figuur 3.

**FIGUUR 2** VEREENVOUDIGD PROCESSHEMA VAN RWZI NIEUWVEER. MET DE MAS-PILOT WORDT BEOOGD OM N/DN IN DE B-TRAP (= N-VERWIJDERING) TE VERVANGEN. HIERDOOR ZAL DE EFFLUENTRECIRCULATIE (IN ROOD) OVERBODIG WORDEN WAARDOOR MEER CZV IN DE A-TRAP (BIOFLOCCULATIE) KAN WORDEN AFGEVANGEN



De aanwezigheid van een A- en B-trap maakt van RWZI Nieuwveer een ideale omgeving om de MAS-technologie te testen, omdat het CZV-arme A-trapeffluent het beoogde concept uitgelegd in 1.1.1 benaderd. De momenteel aanwezige effluentrecirculatie van de B-trap naar de A-trap ter verwijdering van gevormd nitraat via denitrificatie m.b.v. CZV aanwezig in het influent wordt met de MAS-technologie overbodig. RWZI Nieuwveer behaalt momenteel zijn beoogde stikstofeffluentkwaliteit van kleiner dan 10 mg TN/L.

### 1.3 UNAS/MAS PROJECT

In 2013 begon Colsen samen met de Universiteit Gent (UGent) en Waterschap Brabantse Delta aan de ontwikkeling van koolstofzuinige stikstofverwijdering via partiële nitritatie/anammox onder koude omstandigheden (hoofdstroom rioolwaterzuivering). Hiervoor werd, na een periode van labschaalonderzoek aan de UGent, een pilotinstallatie gebouwd die de naam UNAS meekreeg. UNAS staat voor 'Upflow New Activated Sludge', vanwege het opstroomprincipe dat werd toegepast. Het opstroomsysteem werd gebruikt om de granulatie van anammoxkorrels te stimuleren. Het proces werd als batch bedrijven. Om een betere slibseparatie te bekomen werd na enkele maanden onderzoek een doorstroomsysteem drijvende aflat toegevoegd. In dit onderzoek werd o.a. de basis gelegd voor de differentiële SRT-controle en het beluchttingsregime ter uitbuiting van de nitratationele lag, waarbij in het vervolgproject (MAS) op werd verder gebouwd. De resultaten van het UNAS waren veelbelovend (Seuntjens et al., 2016): een TN-verwijderingsefficiëntie van  $51 \pm 23\%$  bij een realistische belasting ( $90\text{-}100$  mg N/L/d) en een lage CZV/N-verwijderingsratio van  $3,2 \pm 0,9$  die de aanwezigheid van *shortcut*-verwijderingsroutes (Nit/DNit en PN/A) aantoonde. De performantie was echter nog niet voldoende om de B-trap te vervangen, waardoor het onderzoek werd verdergezet.

In 2015 werd de reactorconfiguratie aangepast, deels om de performantie en de relevantie van het onderzoek te verhogen maar ook om de technische stabiliteit te verbeteren. Er werd omgeschakeld naar een continu systeem met een lamellenseparator voor een betere scheiding van effluent/slib. De reactor werd ook niet meer bedreven als een opstroomreactor maar als een 'continuously stirred tank reactor' (CSTR). Omdat er geen upflow-reactor meer werd gebruikt, werd de naam van de pilot veranderd naar MAS (Mainstream *Shortcut*). Eind 2017 werd de rol van de Universiteit Gent officieel overgenomen door de Universiteit Antwerpen, weliswaar met grotendeels behoud van het betrokken team. Op basis van de resultaten van dit onderzoek werd in 2018 de reactorconfiguratie verder geoptimaliseerd. De voornaamste aanpassingen waren de toevoeging van twee anoxische tanks en het vervangen van de trommelzeef door een trilzeef om de lekverliezen te verkleinen. Dit rapport beschrijft de resultaten die werden bekomen met deze reactorconfiguratie (vanaf april 2018).

Het MAS-project is een samenwerking tussen Colsen, de Universiteit Antwerpen (UA), Waterschap Brabantse Delta en STOWA. Het werd mede gefinancierd door RVO en de provincie Zeeland.

### 1.4 PROJECTOPZET EN DOELSTELLINGEN

Het doel van het MAS-project is om op een koolstof- en energie-efficiënte wijze stikstof te verwijdering in de hoofdstroom van een RWZI. Hiervoor wordt *shortcut*-stikstofverwijdering via nitritatie/denitritatie en in het bijzonder partiële nitritatie/anammox beoogd als alternatief voor conventionele nitrificatie/denitrificatie. NOB zijn in dit concept overbodig en verlagen enkel de efficiëntie, waardoor hun activiteit moet worden vermeden. Bovendien is de aanwezigheid van AMX essentieel voor volledig autotrofe stikstofverwijdering via partiële nitritatie/anammox.

Om algemeen toepasbaar te zijn op een rioolwaterzuivering in Nederland moet er een stikstofeffluent kwaliteit van lager dan  $10$  mg N/L worden behaald bij een competitieve volumetrische belasting van minstens  $120$  mg N/L/d. Daarnaast moet het systeem duurzaam zijn met een aantoonbare verbetering in de energiebalans.

Om bovengenoemde doelen te bereiken werd in het bijzonder gefocust op:

1. Onderdrukking van ongewenste nitraatproductie door nitrietoxiderende bacteriën (NOB)
2. Expressie en behoud van anoxische ammoniumoxiderende bacteriën (AMX)
3. Het behalen van een differentiële slibretentietijdcontrole met de trilzeef om de retentie van voldoende AMX-activiteit te combineren met het uitspoelen van NOB-activiteit
4. Bereiken beoogde performantie bij relevante volumetrische belasting met aantoonbaar energievoordeel



# 2

## MATERIAAL EN METHODEN

### 2.1 MAS (MAINSTREAM SHORTCUT)

De MAS-pilot was een gecompartmenteerd systeem, bestaande uit een:

- Denitrificatietank (DN-tank) of 1<sup>ste</sup> anoxische tank
- Alternierende aëratietank (AAT)
- AMX-tank of 2<sup>de</sup> anoxische tank
- Lamellenseparator
- Trilzeef

Het totale reactorvolume bedroeg 12-13 m<sup>3</sup>. De opstelling is weergegeven in Figuur 3.

FIGUUR 3

FOTO VAN DE MAS-PILOT



#### 2.1.1 VOEDING

De pilot werd gevoed aan een vast influentdebiet en was niet onderhevig aan RWA/DWA-variaties (regen- en droogweeraanvoer). De influentconcentraties (CZV en stikstof) daarentegen varieerden wel, met als gevolg een lagere belasting bij RWA dan bij DWA. Hiervoor werd niet gecorrigeerd. Ook dagvariaties en seizoensinvloeden waren zichtbaar in de belasting.

Voor de pilot werd gestreefd naar een stikstofbelasting die gelijkaardig was aan die van de B-trap (120 mg/L/d). Door gebruik te maken van een AMX-systeem zal minder CZV in de B-trap benodigd zijn om de stikstofeffluenteis van 10 mg/L te halen en wordt de huidige recirculatie overbodig (Figuur 3). In de voorziene full-scale installatie zal bijgevolg de effluent nitraat-recirculatie verdwijnen waardoor het influent van de B-trap minder verdund zou zijn. Om hiervoor te compenseren in de pilot werd ammoniumbicarbonaat gedurende verschillende periodes gedoseerd. Tijdens de periodes dat geen extra ammonium werd gedoseerd, werd het influentdebiet verhoogd. Op deze manier bleef de volumetrische belasting van de pilot-installatie ongeveer gelijk.

### 2.1.2 DENITRIFICATIETANK (DN-TANK) OF 1<sup>STE</sup> ANOXISCHE TANK

*Doel:*

Het streefdoel van deze tank was om de inkomende biologisch afbreekbare fractie van CZV (bCZV) maximaal te benutten voor denitrificatie ter verwijdering van nitraat geproduceerd door AMX, maar ook door NOB indien hun onderdrukking onvoldoende was. Dit is gewenst omdat CZV-verwijdering via nitraat energetisch gunstiger is dan door de toevoeging van lucht (zuurstof).

*Proces:*

De tank ontvangt het influent, wat rechtstreeks werd gepompt uit de tussenbezinktank na de A-trap. Nitraat wordt aangevoerd door een retourstroom uit de AAT en door de slibretour. De tank is uitgerust met een menger om bezinking te voorkomen. Daarnaast kan ammoniumbicarbonaat ( $\text{NH}_4\text{HCO}_3$ ) aan de reactor toegevoegd worden, evenredig aan het influentdebiet, voor een resulterende concentratieverhoging in het influent van 0-18 mg  $\text{NH}_4^+\text{-N/L}$ . De exacte dosering was afhankelijk van de periode en het testdoel. Het grootste deel van het effluent van de tank wordt via het pompcompartiment gevoed aan de AAT. Een kleine stroom wordt gevoed aan de AMX-tank tot 18 augustus 2019. Daarna werd niet meer vanuit denitrificatietank gevoed maar vanuit de alternerende aëratietank aan de AMX-tank.

Het debiet van de retourstroom uit de AAT naar de denitrificatietank werd aangepast op basis van de nitraatconcentratie in de denitrificatietank. Door het aanpassen van de retourstroom wordt de verblijftijd in de denitrificatietank aangepast om zo de denitrificatiecapaciteit optimaal te benutten.

### 2.1.3 ALTERNERENDE AËRATIETANK (AAT)

*Doel:*

Het doel van de AAT was om de zuurstoftoevoer zo te regelen dat de gewenste stikstofverwijdering werd behaald. Enerzijds, moet voldoende zuurstof worden toegevoegd aan de reactor zodat ammoniumoxiderende bacteriën (AOB) ammonium kunnen omzetten naar nitriet. Anderzijds moet oxidatie van nitriet naar nitraat door nitriet oxiderende bacteriën (NOB) vermeden worden. Daarnaast werkt zuurstof inhiberend op de AMX.

*Proces:*

De AAT ontvangt influent van de denitrificatietank en AMX-tank. De reactor bevatte beluchtingsschotels, een menger en tracing voor verwarming. De toevoer van verse lucht gebeurde door middel van een compressor op basis van het zuurstofsetpoint in de tank. Daarnaast is ook een sensor aanwezig om ammonium, nitraat, pH, temperatuur en zwevende stof te meten. De AAT loopt over naar de lamellenseparator.

In de AAT-procestank wisselden beluchte en niet-beluchte periodes elkaar af (tijdgestuurd). Er kon gevarieerd worden met de tijden van beide periodes. Het gebruik van deze intermitterende beluchting heeft een inhiberend effect op NOB vanwege de voorheen besproken nitratische lag. Daarnaast werd de zuurstofconcentratie tijdens de beluchte periode gestuurd op basis van de ammonium- en nitraatconcentratie in de procestank.

#### 2.1.4 AMX-TANK OF 2<sup>DE</sup> ANOXISCHE TANK

*Doel:*

In deze reactor werd getracht zo optimaal mogelijke condities voor AMX te creëren onder hoofdstroomcondities zodat AMX kan herstellen en aangroeien.

*Proces:*

De reactor werd gevoed vanuit de denitrificatietank of de alternerende aëratietank (afhankelijk van de testperiode). Tevens werd ammoniumbicarbonaat en natriumnitriet gedoseerd ( $22 \pm 5\%$  van de totale belasting). Deze dosering bootste de zijstroomdosering afkomstig van centraat na. In een full-scale installatie is het namelijk de bedoeling om het centraat te behandelen in een partiële nitritatiereactor en vervolgens het ammonium/nitriet mengsel dat hier gevormd wordt te doseren aan de AMX-tank. Dit wordt schematische weergegeven in Figuur 4. Deze stroom is warm ( $30-35^\circ\text{C}$ ) waardoor de temperatuur in deze tank  $0,4-0,9^\circ\text{C}$  hoger is dan in de hoofdstroom, afhankelijk van de influenttemperatuur. De gedoseerde ammonium/nitriet verhouding in de MAS-pilot was bepaald op basis van de hoeveelheid ammonium die kan worden geoxideerd zonder verzuring van de reactor te krijgen (dus op basis van de alkaliniteit van het centraat). De reactor is een plug-flow systeem. Het effluent van de reactor wordt gevoed aan de AAT.

#### 2.1.5 SCHEIDINGSTECHNIKEN

##### 2.1.5.1 LAMELLENSEPARATOR

De lamellenseparator werd gevoed via een overloop uit de AAT. In de lamellenseparator vond de scheiding tussen slib en het gezuiverde water plaats. Het bezonken slib werd vanuit de lamellenseparator teruggevoerd naar de denitrificatietank. Door gebruik te maken van de lamellenseparator kon de waterverblijftijd (HRT) worden losgekoppeld van de slibverblijftijd (SRT). Gekozen werd voor een lamellenseparator omdat deze makkelijk in een pilotopstelling te implementeren is. Full-scale zal gebruik worden gemaakt van (bestaande) nabezinkers.

##### 2.1.5.2 TRILZEEF

*Doel:*

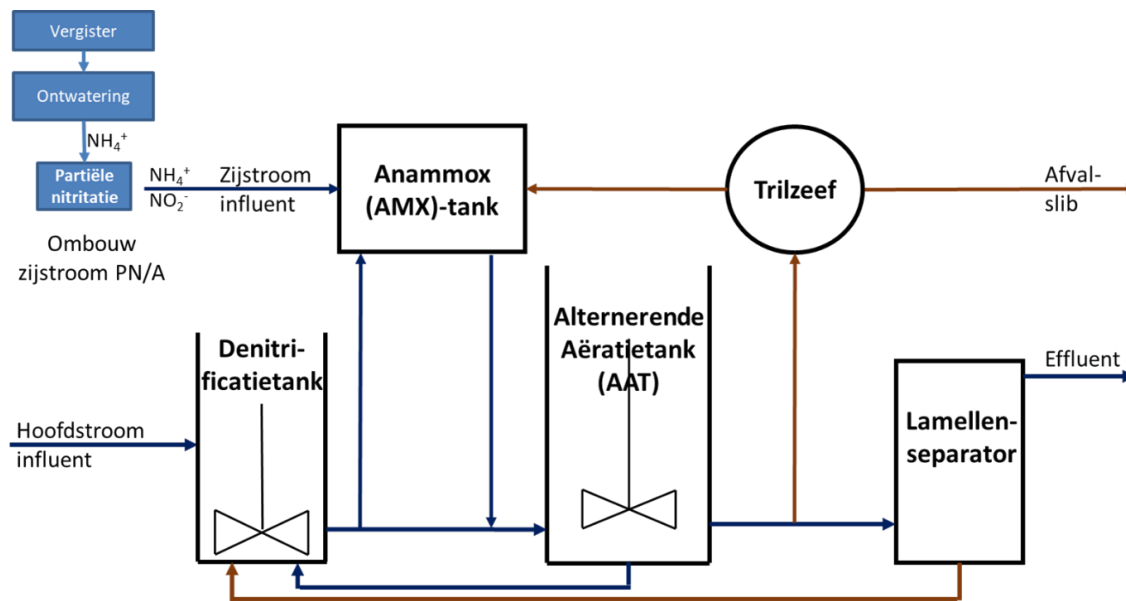
Door gebruik te maken van een trilzeef werd de SRT van de verschillende slibfracties ontkoppeld. De aerobe vlokken werden uit de reactor gespuid met behulp van de trilzeef. Aerobe bacteriën zullen preferentieel in deze vlokken groeien door de goede zuurstofdiffusie. Op deze manier zullen NOB niet enkel onderdrukt worden, maar ook fysiek uit de reactor verwijderd worden. De AMX bevinden zich voornamelijk in de korrelfractie, omdat de kern anoxisch is.

*Proces:*

Een deel van het effluent uit de AAT werd naar de trilzeef gestuurd in plaats van naar de lamellenseparator. Het vlokkige permeaat werd via de terreinriolering afgevoerd en het korrelslib werd teruggebracht naar de AMX-tank. De hoeveelheid spui werd ingesteld op basis van de performantie van de reactor.

Hieronder wordt het gehele proces schematische weergegeven.

FIGUUR 4 SCHEMATISCHE WEERGAVE MAS-PILOT



### 2.1.6 TEMPERATUUR

Bij lagere temperaturen daalt de activiteit van AMX sterk. Om te vermijden dat de activiteit te veel verlaagt, werd verwarming rond de reactoren voorzien. Met behulp van deze verwarming kon de temperatuur van reactoren op 14 à 15°C worden gehouden tijdens de wintermaanden. De verwarming van de reactor was beperkt waardoor de reactor onderhevig was aan temperatuurvariatie in dag/nacht en in de andere seizoenen.

### 2.1.7 INOCULATIE PILOT

Bij de opstart van de MAS-pilot werd geënt met slib uit de zijstroomreactor van RWZI Nieuwveer. In deze 1.000 m<sup>3</sup> tank wordt het rejectiewater, de waterige fractie na anaerobe vergisting, behandeld. Ammonium wordt hierin verwijderd door middel van partiële nitrificatie/anammox bij een temperatuur van 25-35°C. Tijdens de volledige onderzoeksperiode werd af en toe bijgeënt indien de AMX-activiteit te laag werd, bijvoorbeeld door een onvoorziene omstandigheid of technisch probleem. Meestal werd hiervoor ingedikd slib van de zijstroomreactor gebruikt, maar indien dit niet mogelijk was, werd de niet ingedikte reactorinhoud van een zijstroom gebruikt. Een overzicht van alle entingen wordt gegeven in Tabel 4 in Hoofdstuk 3.1.1. In Bijlage 5.2 staan enkele foto's van het MAS-slib weergegeven.

## 2.2 OPVOLGING MAS-PILOT

### 2.2.1 ONLINE SENSOREN

In de pilotinstallatie werden een aantal procesparameters online gemeten en/of gestuurd. In onderstaande tabel wordt een overzicht gegeven van de belangrijkste metingen.

TABEL 2

ONLINE METINGEN PROCESPARAMETERS

Parameter	Meting	Regeling
Influentdebiet	Debietmeter	Uitsturing pomp op basis van setpoint
Slibretour naar DN-tank	Debietmeter	Uitsturing regelklep op basis van setpoint
Retour vanuit AAT naar DN-tank	Debietmeter	Uitsturing regelklep op basis van setpoint
Feed vanuit DN-tank/AAT naar AMX-tank	Debietmeter	Uitsturing regelklep op basis van setpoint
Feed vanuit AAT naar AMX-tank	Debietmeter	Uitsturing regelklep op basis van setpoint
Opgeloste zuurstofgehalte AAT	Sensor	Uitsturing blower
Nitraatconcentratie AAT	Sensor	Bepaalt zuurstofsetpoint
Ammoniumconcentratie AAT	Sensor	Bepaalt zuurstofsetpoint
pH in AAT	Sensor	-
Temperatuur AAT	Sensor	Verwarming wordt gestuurd op basis van temperatuur AAT
Debiet slibspui	Debietmeter	Uitsturing regelklep op basis van setpoint

## 2.2.2 LABANALYSES

### 2.2.2.1 WEKELIJKSE OPVOLGING

De pilotreactor was uitgerust met drie debietsproportionele bemonsteringsinstallaties: influent, effluent en spui van de trilzeef. De monsters werden elke 48-72 h geanalyseerd (3x/week). Bemonstering van het spui vond enkel plaats wanneer de trilzeef was ingeschakeld. Daarnaast werd 3x per week een steekmonster van de denitrificatietank, AMX-tank en de AAT geanalyseerd. Zowel chemische als zwevendestof- en organischezwevendestofanalyses werden uitgevoerd. De chemische analyses werden uitgevoerd met HACH cuvettentesten. De zwevendestofanalyses werden uitgevoerd op het hele monster en op verschillende fracties. Het protocol van deze analyses is te vinden in bijlage 5.3.1. Het analyseschema is hieronder weergegeven.

TABEL 3

ANALYSE SCHEMA REACTOR

Sample	Chemische analyse	Frequentie	Zwevendestofanalyse	Frequentie
Influent	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> -N; NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> -N; NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> -N; CZV en TN	3x/week	TSS totaal	3x/week
			TSS middelgrote granules	3x/week
			TSS grote granules	3x/week
			VSS	1x/week
Effluent	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> -N; NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> -N; NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> -N; CZV en TN	3x/week	TSS totaal	3x/week
			TSS middelgrote granules	3x/week
			TSS grote granules	3x/week
			VSS	1x/week
Spui			TSS totaal	3x/week
			TSS middelgrote granules	3x/week
			TSS grote granules	3x/week
			VSS	1x/week
DN-tank	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> -N	3x/week	TSS totaal	3x/week
			TSS middelgrote granules	3x/week
			TSS grote granules	3x/week
			VSS	1x/week
AMX-tank	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> -N;	3x/week	TSS totaal	3x/week
			TSS middelgrote granules	3x/week
			TSS grote granules	3x/week
			VSS	1x/week
AAT	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> -N; NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> -N; NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> -N;	3x/week	TSS totaal	3x/week
			TSS middelgrote granules	3x/week
			TSS grote granules	3x/week
			VSS	1x/week

#### 2.2.2.2 ANALYSES AMX-TANK

Regelmatige werden monsters genomen van de verschillende compartimenten van de AMX-tank en zijn influent (AAT of denitrificatietank), de samples werden geanalyseerd op  $\text{NH}_4^+\text{-N}$ ,  $\text{NO}_2^-\text{-N}$  en  $\text{NO}_3^-\text{-N}$ . Op deze manier wordt een indicatie verkregen over de anammox- en denitrificatie/denitrificatieactiviteit in deze reactor.

#### 2.2.2.3 ACTIVITEITSTESTEN

Om de maximale AOB-, NOB- en AMX-activiteit te bepalen werden activiteitstesten uitgevoerd. Bij deze testen werd de omzettingcapaciteit van het slib bepaald onder optimale condities, en dit per slibfractie. Het protocol van deze testen is te vinden in bijlage 5.3.2.

#### 2.2.2.4 TN-CORRECTIE

Omdat de TN-metingen met de HACH testen niet altijd betrouwbaar waren, gezien de beperkte hoeveelheid sample die gebruikt kan worden en de heterogeniteit van het effluent, werd voor de verdere berekeningen gewerkt met een gecorrigeerde TN-concentratie, namelijk  $\text{TN}^*$ . Indien de organische N-concentratie, die berekend kan worden als het verschil tussen de gemeten TN-concentratie en de verschillende N-species ( $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{NO}_2^-$  en  $\text{NO}_3^-$ ), kleiner was dan de gemiddelde waarde op RWZI Nieuwveer (2 mg N/L) dan werd de gemeten TN-concentratie gebruikt. Indien dit niet zo was, dan werd de  $\text{TN}^*$ -concentratie gebruikt, wat de som is van de N-species en de maximaal verwachte organische N-concentratie (2 mg /L).

# 3

## RESULTATEN EN DISCUSSIE

### 3.1 INLEIDING

#### 3.1.1 PERIODERING PROJECT

De MAS-pilot was gedurende 1 jaar en 8 maanden operationeel, waarbij het onderzoek werd opgesplitst in vijf verschillende periodes:

- Opstart: april 2018 - juli 2018
- Periode 1: augustus 2018 - december 2018
- Periode 2: februari 2019 - april 2019
- Periode 3: juni 2019 - september 2019
- Periode 4: oktober 2019 – december 2019

Tijdens de opstartperiode werd de apparatuur van de pilot ingeregeld en werden technische problemen van het systeem verholpen. Deze periode wordt verder niet in detail besproken. De andere vier periodes verschillen in procesvoering en voornamelijk in volumetrische stikstofbelasting (zie hoofdstuk 3.2). Periode 1, 2 en 3 zijn van elkaar gescheiden door een periode van stilstand. Door enkele technische problemen kon de pilot niet altijd continu bedreven worden en moest na 1 à 1,5 maanden stilstand soms een gedeeltelijke heropstart worden uitgevoerd. In dit hoofdstuk worden enkel de relevante resultaten besproken.

Na technische problemen of andere calamiteiten werd soms AMX-rijk granulair slib uit de on-site zijstroom PN/A-reactor geënt indien te weinig granulen en/of AMX-activiteit resterend was in de pilot. Dit om het verlies aan onderzoekstijd te verkorten, omdat de natuurlijke aangroei van AMX te lang zou duren (verdubbelingstijd van  $\pm 70$  dagen bij 15°C). Een overzicht van deze entingen wordt gegeven in Tabel 4. Niet elke ent was even succesvol gezien de gemeten toename in granulaire massa soms aanzienlijk lager was dan de verwachte aanrijking. Dit wordt verder besproken in sectie 3.4.2.

TABEL 4

OVERZICHT VAN DE ENTINGEN VAN AMX-RIJK GRANULAIR SLIB UIT DE ON-SITE ZIJSTROOM PN/A-REACTOR. EEN SCHATTING VAN DE TOEGEVOEGDE GRANULAIRE MASSA ALSOOK VAN DE VERWACHTE AANRIJING VAN GRANULEN IN DE PILOT (TOEGEVOEGD/AANWEZIG) WERD GEMAAKT OP BASIS VAN AANGELEVERDE DATA VAN HET WATERSCHAP, AANGEVULD MET BIJKOMENDE ANALYSES. DE DATUM 15/11/2018\* REFEREERT AAN EEN PERIODE VAN 14 DAGEN WAARIN TOTAAL 4 KEER WERD GEËNT. #N/A VERWIJST NAAR EEN VOORGAANDE PERIODE VAN STILSTAND WAARDOOR DE TOTALE GRANULAIRE MASSA IN DE PILOT VOORAF NIET GEMETEN WERD

Datum	Periode	Oorsprong ent	Granulen in ent (kg TSS)	Aanrijking granulen (%)
14/08/2018	1	onderstroom	8.3	240%
15/11/2018*	1	reactor	6.4	137%
30/01/2019	2	reactor	1.4	#N/A
05/06/2029	3	reactor	1.4	#N/A
12/07/2019	3	onderstroom	22.7	904%
18/10/2019	4	onderstroom	8.3	139%

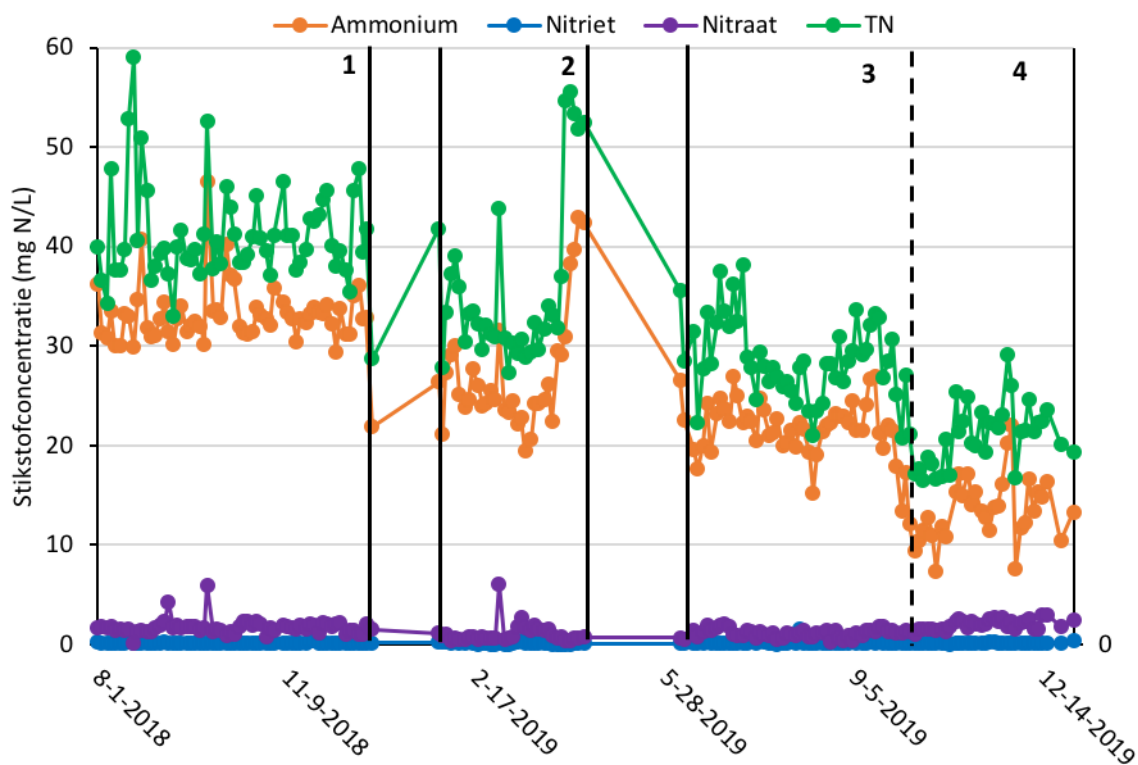
### 3.2 INFLUENTKARAKTERISTIEKEN

#### 3.2.1 INFLUENTSTIKSTOFKWALITEIT EN HOOFDSTROOMDOSERING

In Figuur 5 wordt een overzicht gegeven van de influentstikstofkwaliteit naar de pilot. De verschillende periodes zijn hierop aangeduid.

Tijdens Periode 1 was de volumetrische stikstofbelasting van de pilot hoger dan de B-trap (gemiddeld 168 mg N/L/d t.o.v. 117 mg N/L/d in de B-trap). Deze hoge stikstofbelasting werd bekomen door extra ammonium te doseren op het influent (=hoofdstroom ammoniumdosering). De dosering zorgde voor een toename van de influentammoniumconcentratie met 18 mg  $\text{NH}_4^+\text{-N/L}$ , tot gemiddeld  $32\pm 6$  mg  $\text{NH}_4^+\text{-N/L}$ . Tijdens Periode 2 werd de volumetrische stikstofbelasting verlaagd naar gemiddeld  $135\pm 25$  mg N/l/d door de ammoniumdosering te verlagen van 18 mg N/L naar 9 mg N/L. De gemiddelde ammoniumconcentratie bedroeg in deze periode  $27\pm 6$  mg  $\text{NH}_4^+\text{-N/L}$ . Tijdens Periode 3 bleef de extra ammoniumdosering van 9 mg N/L behouden. De gemiddelde ammoniumconcentratie bedroeg  $21\pm 3$  mg  $\text{NH}_4^+\text{-N/L}$ . Tijdens Periode 4 werd de ammoniumdosering uitgezet. De gemiddelde ammoniumconcentratie bedroeg  $14\pm 3$  mg  $\text{NH}_4^+\text{-N/L}$ . Om de gewenste stikstofbelasting te behouden werd het debiet naar de reactor verhoogd tijdens deze periode.

FIGUUR 5 INFLUENT N-CONCENTRATIE MET EEN AANDUIDING VAN DE VERSCHILLENDE PERIODES (1-4)



#### 3.2.2 TEMPERATUURVERLOOP

Het temperatuurverloop van de on-site B-trap te Nieuwveen (Breda) is weergegeven in Figuur 6. Het temperatuurverloop van de MAS verloopt gelijkaardig gezien deze hetzelfde influent krijgt. In de winter werd de MAS wel extra verwarmd: Indien de influent temperatuur van de B-trap van Nieuwveen lager dan  $15^\circ\text{C}$  was, ging de verwarming aan om te compenseren voor overmatige warmteverliezen door de pilotschaal. Uiteindelijk bleek dat de MAS gemiddeld  $2,2^\circ\text{C}$  warmer was dan de B-trap bij temperaturen lager dan  $15^\circ\text{C}$ . De minimale operationele temperatuur van de MAS bedroeg hierbij  $13,7^\circ\text{C}$ .



De gemiddelde temperatuur van de MAS staat per periode samengevat in Tabel 5.

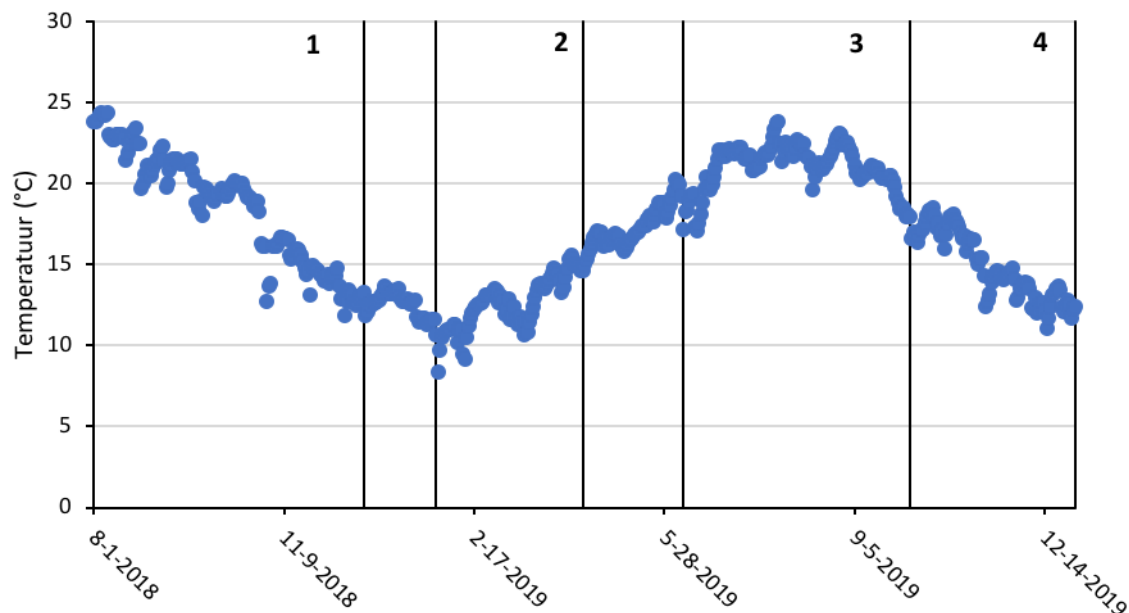
### 3.2.3 OVERZICHT

In Tabel 5 worden de influentparameters en -temperatuur per periode weergegeven. Bij de influent TN-concentratie is de hoofdstroomammoniumdosering in rekening gebracht. De volumetrische belasting is berekend op basis van de hoofd- en zijstroomdosering.

TABEL 5 OVERZICHT VAN DE INFLUENTPARAMETERS PER PERIODE ALS GEMIDDELDE (GEM.) OF ALS BEREIK (MIN-MAX)

Parameter	Periode 1	Periode 2	Periode 3	Periode 4
Watertemperatuur (Gem.; °C)	18,8	14,6	20,0	16,1
Watertemperatuur (Min-Max; °C)	14,0-24,4	13,8-15,6	18,1-23,6	13,7-18,7
Influent TN-concentratie (Gem.; mg/L)	41±5	36±8	28±3	21± 3
Influent CZV-concentratie (Gem.; mg/L)	92±17	113±28	88±18	79±16
CZV/N (Gem.)	2,3 ±0,4	3,2±0,6	3,0±0,7	3,8±0,9
bCZV/N (Gem.)	1,6±0,4	2,4 ±0,6	2,3±0,7	2,8±0,9
Toename belasting zijstroom (Gem.; %)	+ 23%	+ 20%	+ 23%	+ 21%
Volumetrische TN-belasting (Gem.; mg/L/d)	168±17	135±25	110±11	102±19

FIGUUR 6 TEMPERAATUURVERLOOP IN DE ON-SITE B-TRAP (NIEUWVEER, BREDA)



### 3.3 SELECTIEVE NOB-ONDERDRUKKING

Tijdens Periode 1 werd voornamelijk gefocust op de onderdrukking van NOB-activiteit. Het effect van de beluchtingscontrole en slibretentietijd (SRT) werd op deze parameter onderzocht. In dit hoofdstuk wordt bijgevolg sterk gefocust op Periode 1.

Als maatstaf voor de NOB-onderdrukking werd voornamelijk gekeken naar de relatieve nitraatproductie. De relatieve nitraatproductie is de hoeveelheid geproduceerd nitraat t.o.v. de hoeveelheid ammonium en nitriet die werd omgezet. Bij volledige nitrificatie wordt 100% van het omgezette ammonium en nitriet omgezet naar nitraat, bij volledige nitritatie 0% en bij de beoogde partiële nitritatie/anammox ongeveer 9% tot 11%. Bij elke stikstof die wordt omgezet door AMX wordt namelijk 9 tot 11% nitraat geproduceerd (Lotti et al., 2014; Strous et al., 1998). Een deel van het geproduceerde nitraat kan worden weggevangen met behulp van CZV door

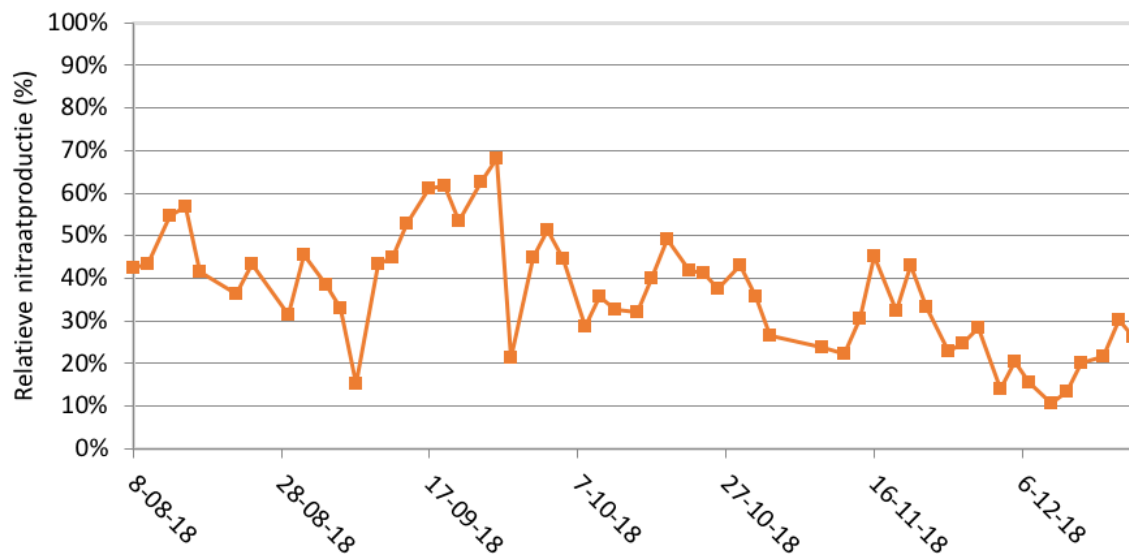
heterotrofe denitrificeerders. De inkomende bCZV/N-ratio, met een gemiddelde van 1,6 in Periode 1, is echter te laag om een volledige conventionele nitrificatie-denitrificatie toe te laten, waarvoor een CZV/N van minstens 4,8 nodig is. Desondanks is er bCZV aanwezig die gevormd nitraat kan wegnemen en zo de evaluatie van de relatieve nitraatproductie bemoeilijkt.

### 3.3.1 NOB-ONDERDRUKKING EN BELUCHTING

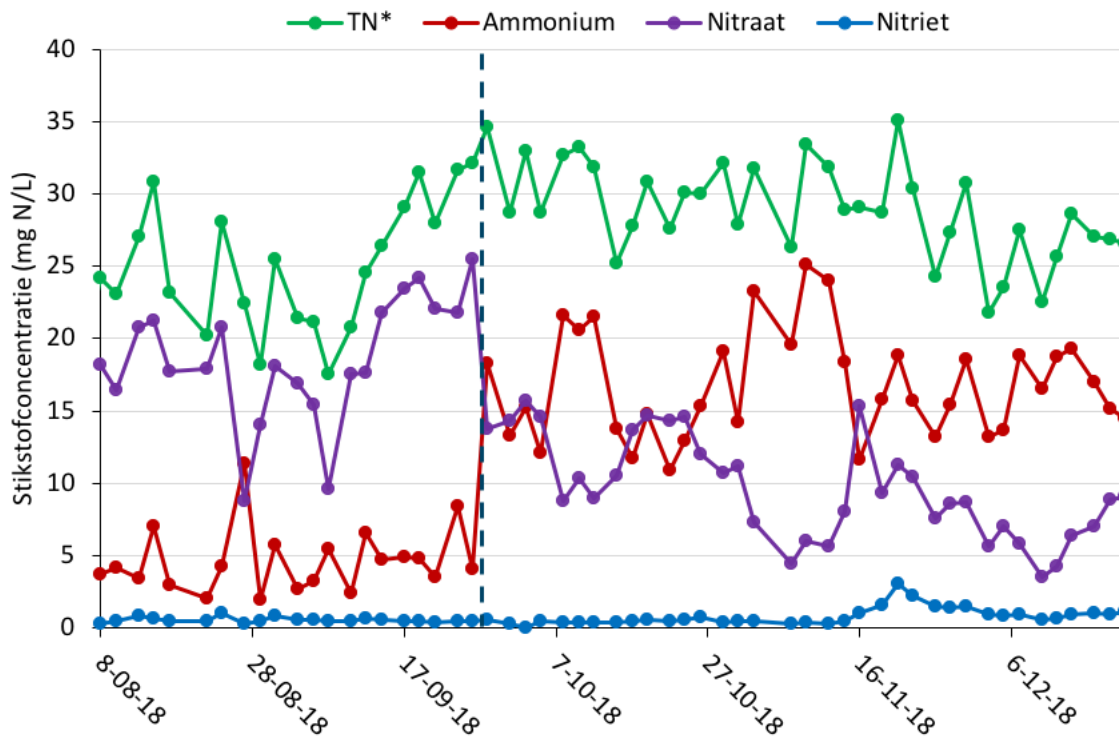
In Figuur 7 wordt de relatieve nitraatproductie tijdens Periode 1 weergegeven. Na opstart van MAS installatie was de relatieve nitraatproductie in de alternerende aërietank (AAT) hoog; eind september 2018 liep deze zelfs op naar 68%. De beluchting schakelde tijdens deze periode (augustus-september 2018) tussen een hoog en een laag zuurstofsetpoint. Nitraat was het dominante stikstofspecties in het effluent (Figuur 8) en de ammoniumomzettingssnelheid was hoog, gemiddeld 106 mg  $\text{NH}_4^+\text{-N/L/d}$  (Figuur 9).

Om de NOB-activiteit af te remmen werden verschillende kleine aanpassingen uitgevoerd aan de beluchtingscontrole. Eind september werd het hoog DO-setpoint met 50% verhoogd en de ratio beluchte tijd/onbeluchte tijd met 50% verlaagd. Vanaf 27/09/2018 werd het effect van deze wijzigingen zichtbaar in het effluent (Figuur 8). De aanpassingen resulteerden in een omslag van de in het effluent aanwezige dominante stikstofspecties van nitraat naar ammonium. Het verhoogde DO-setpoint kon niet compenseren voor de netto afname in aangevoerde lucht. De toename in ammoniumconcentratie werd getolereerd omdat de hoofdfocus lag op het onderdrukken van NOB-activiteit. De ammonium omzettingssnelheid (Figuur 9) nam af van gemiddeld 106 mg  $\text{NH}_4^+\text{-N/L/d}$  naar 67 mg  $\text{NH}_4^+\text{-N/L/d}$ . Opvallend genoeg nam de TN-omzetting daarentegen maar beperkt af van gemiddeld 79,6 naar 71,3 mg N/L/d. De aanpassingen in beluchtingscontrole leidde tot voornamelijk minder AOB- en NOB-activiteit (aeroob) terwijl de TN-verwijdering (anoxisch) gelijkaardig bleef.

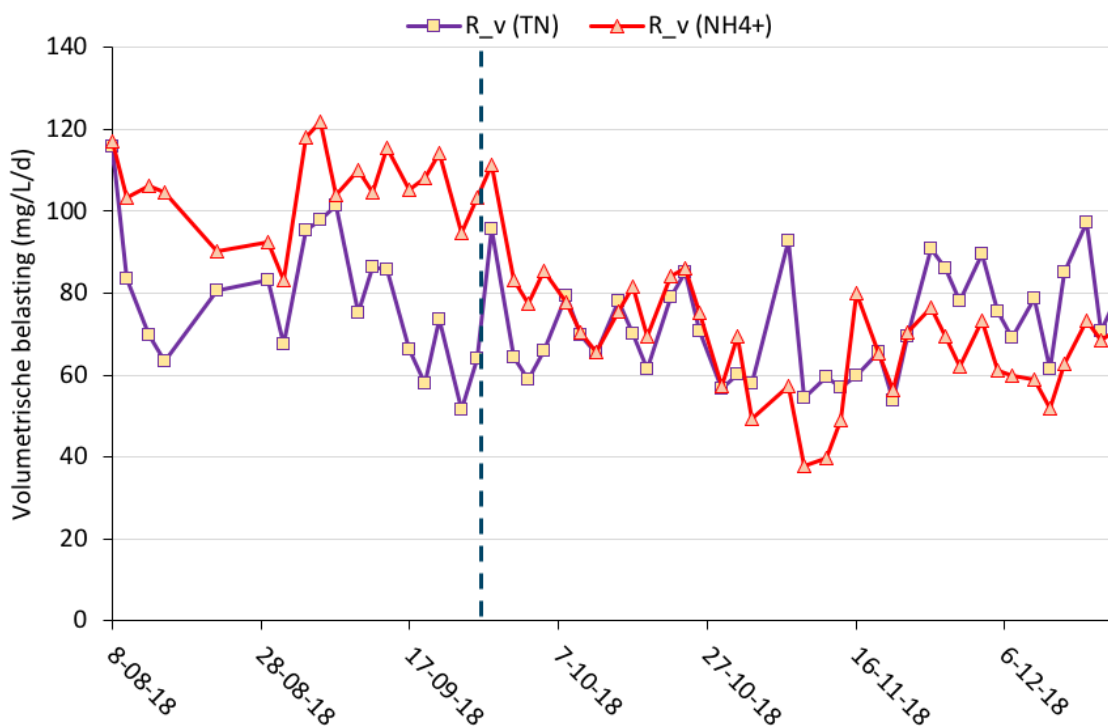
FIGUUR 7 RELATIEVE NITRAATPRODUCTIE ( $\text{G NO}_3\text{-N GEPRODUCEERD} / \text{G NH}_4^+\text{-N} + \text{G NO}_2\text{-N VERWIJDERD}$ ) IN PERIODE 1. DE STIPPELLIJK GEEFT AAN WANNEER DOOR AANPASSINGEN IN DE BELUCHTINGSCONTROLE EEN SHIFT VERSCHIJNT IN HET DOMINANTE STIKSTOF SPECIES IN HET EFFLUENT VAN NITRAAT NAAR AMMONIUM



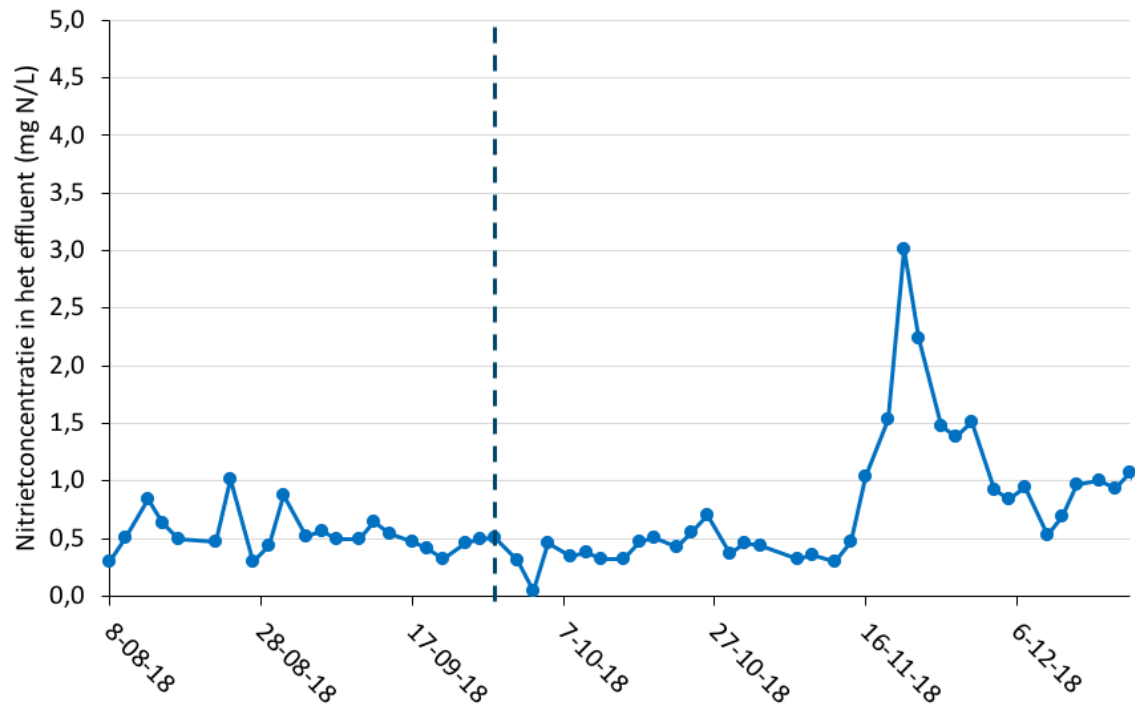
FIGUUR 8 EFFLUENTSTIKSTOFKwaliteit PERIODE 1. DE STIPPELLIJN GEEFT AAN WANNEER DOOR AANPASSINGEN IN DE BELUCHTINGSCONTROLE EEN SHIFT VERSCHIJNT IN HET DOMINANTE STIKSTOFSPECIES IN HET EFFLUENT VAN NITRAAT NAAR AMMONIUM



FIGUUR 9 AMMONIUM- EN TN-OMZETTINGSSNELHEDEN PERIODE 1. DE STIPPELLIJN GEEFT AAN WANNEER DOOR AANPASSINGEN IN DE BELUCHTINGSCONTROLE EEN SHIFT VERSCHIJNT IN HET DOMINANTE STIKSTOFSPECIES IN HET EFFLUENT VAN NITRAAT NAAR AMMONIUM



FIGUUR 10 EFFLUENTNITRIETCONCENTRATIE TIJDENS PERIODE 1. DE STIPPELLIJN GEEFT AAN WANNEER DOOR AANPASSINGEN IN DE BELUCHTINGSCONTROLE EEN SHIFT VERSCHIJNT IN HET DOMINANTE STIKSTOFSPECIES IN HET EFFLUENT VAN NITRAAT NAAR AMMONIUM



In de eerste helft van november 2018 werd de hoog/laag beluchtingsregeling vervangen door een aan/uit regeling met slechts één DO-setpoint. Het is namelijk gekend dat NOB na een periode van onbeluchte tijd meer tijd nodig hebben dan AOB om hun activiteit te hervatten wanneer zuurstof opnieuw aanwezig is (Gilbert et al., 2014; Kornaros et al., 2010). Daarnaast zorgt de afwisseling tussen beluchte en onbeluchte periodes er voor dat AMX slechts beperkt worden geïnhibeerd door zuurstof (Siegrist et al., 2008). Dit zorgde initieel voor een afname in de ammonium omzettingssnelheid (Figuur 9 **Fout! Verwijzingsbron niet gevonden.**) en een toename in de effluentammoniumconcentratie. De nitraatconcentratie nam ook af (Figuur 8 **Fout! Verwijzingsbron niet gevonden.**). De totale beluchte tijd werd daarna stapsgewijs verlengd om de AOB-ingroei te stimuleren en de NOB-onderdrukking te behouden. Dit had als doel om te onderzoeken waar het omslagpunt lag.

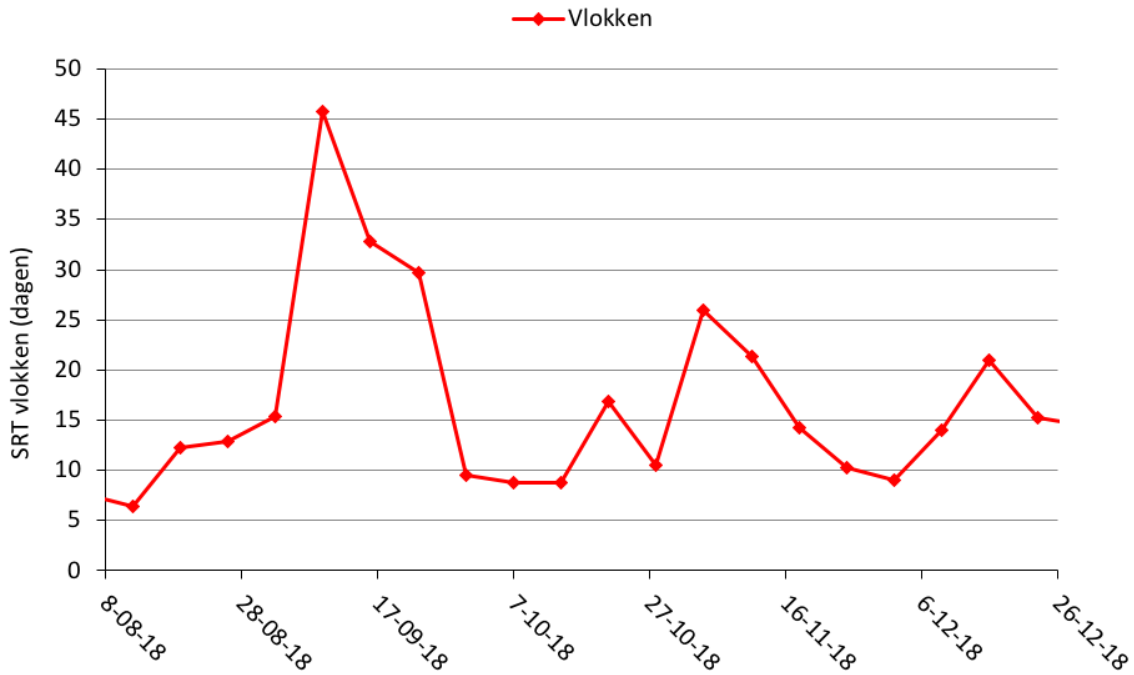
De aan/uit-beluchting in combinatie met het verhogen van de totale beluchte tijd, resulteerde in een constante effluentammoniumconcentratie terwijl nitraat afnam (Figuur 8). De ammoniumconcentratie fluctueerde tussen de 16 en 18 mg N/L terwijl de nitraatconcentratie bleef afnemen tot 3-6 mg N/L. De ammoniumomzettingssnelheid nam bovendien toe halverwege november en ook de TN-omzettingssnelheid was in de periode (17 november tot 21 december) 10% hoger dan voor de aanpassingen (Figuur 9). Tijdelijk werd toen nitrietaccumulatie in het effluent vastgesteld (Figuur 10) met een maximale nitrietconcentratie van 3 mg N/L. Nitrietaccumulatie kan enkel voorvallen als er een de aanwezigheid van AOB groter is dan NOB. Al deze observaties bevestigen een verbeterde NOB-onderdrukking als gevolg van de aangepaste beluchtingsregeling.

### 3.3.2 NOB-ONDERDRUKKING EN SRT

Om NOB-onderdrukking te verkrijgen werd niet enkel ingezet op de beluchtingscontrole, maar parallel ook op controle van de SRT. De SRT van de vlokke fractie varieerde tijdens Periode 1 tussen de 6 en 46 dagen (Figuur 11), met een gemiddelde van 17±10 dagen.

FIGUUR 11

SRT VLOKKIGE FRACTIE PERIODE 1



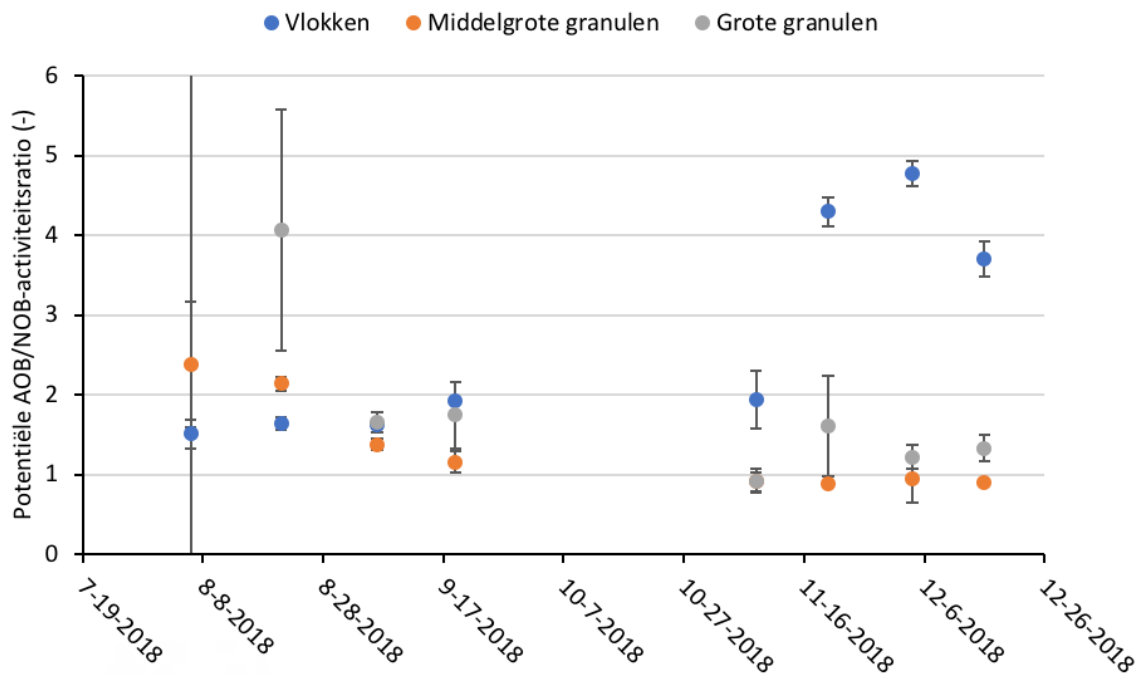
Zoals vermeld in de vorige paragraaf werd eind september 2018 de beluchte tijd teruggeschroefd. Samen met deze aanpassing werd de SRT van de vlokke fractie verlaagd om NOB fysiek uit het systeem te verwijderen. De SRT werd minder kritisch ingesteld eind oktober om zo de AOB-activiteit weer te verhogen. Deze leek door de agressief korte SRT te veel uitgespoeld te worden. De ammoniumverwijdering was deze periode namelijk sterk teruggelopen. Dit is ook te zien in de hogere ammoniumconcentraties in het effluent (Figuur 8) en de lagere ammoniumomzettingnelheden (Figuur 9). Het verhogen van de SRT had toen, tegen de verwachting in, geen uitgesproken effect op de AOB-activiteit. Halverwege november werd de beluchting aangepast en de SRT opnieuw verlaagd.

Om de AOB/NOB-ratio van het slib te bepalen werden potentiëleactiviteitstesten uitgevoerd in het lab. Dit geeft een beter en correcter beeld over de aanwezigheid van AOB/NOB dan de evaluatie van de relatieve nitraatproductie. De resultaten worden weergegeven in Figuur 12. In augustus was de potentiële AOB/NOB activiteitsratio in de vlokken ongeveer 1,5 terwijl die in de granulen gemiddeld hoger was met zo'n 1,4-2,4 en 1,7-5,0 respectievelijk voor de middelgrote en grote granulen. Dit betekent dat er meer potentiële AOB-activiteit in het slib aanwezig is dan NOB-activiteit en dit verschil in potentiële activiteit groter wordt met toename van de korrelgrootte. Dit is volgens verwachting aangezien NOB preferentieel in de vlokken groeien; hierop is ook de SRT-controle gebaseerd (Vlaeminck, 2009). Daarentegen is ook duidelijk dat NOB-activiteit in de grotere fractie wel aanwezig was. Het lijkt daarom moeilijk om NOB-activiteit volledig uit te spoelen via een agressieve SRT-controle op de vlokke fractie. Han et al. (2016) stelden ook vast dat de NOB kunnen migreren naar de AMX-granules wanneer er een hoge wash-out-druk is. SRT-controle en kinetiekcontrole zullen altijd samen toegepast moeten worden.

In september en oktober kon de NOB-activiteit niet bepaald worden door problemen met analyseapparatuur. Vanaf halverwege november was de AOB/NOB-ratio in de vlokken groter dan 3,7. Dit wijst erop opnieuw op dat NOB met de beluchting deels onderdrukt kunnen worden en ook uit het systeem kunnen verwijderd worden (SRT-controle), terwijl de AOB

behouden bleven. Volledige onderdrukking en uitspoeling van NOB in de vlokken, een ratio die oploopt tot plus oneindig, werd niet behaald. In de granulen kon het omgekeerde verhaal worden vastgesteld: de potentiële AOB/NOB activiteitsratio daalde tot ongeveer 0,9-1,0 en 0,9-1,6 voor respectievelijk de middelgrote en grote granulen. Voor het merendeel van de meetpunten bleef de potentiële AOB-activiteit wel hoger dan de NOB-activiteit (ratio > 1).

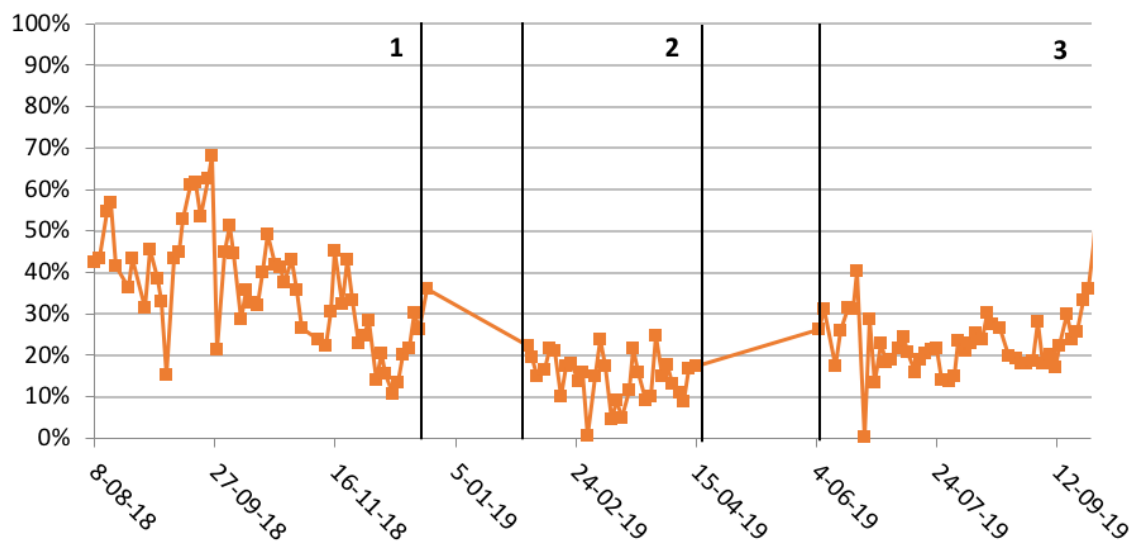
FIGUUR 12 POTENTIËLE AOB/NOB-ACTIVITEITSRATIO VAN HET VLOKKIG EN GRANULAIR SLIB, GEMETEN IN HET LAB ALS BATCHTEST ONDER IDEALE CONDITIES BIJ 21-24°C



### 3.3.3 RELATIEVE NITRAATPRODUCTIE TIJDENS PERIODE 2 EN PERIODE 3

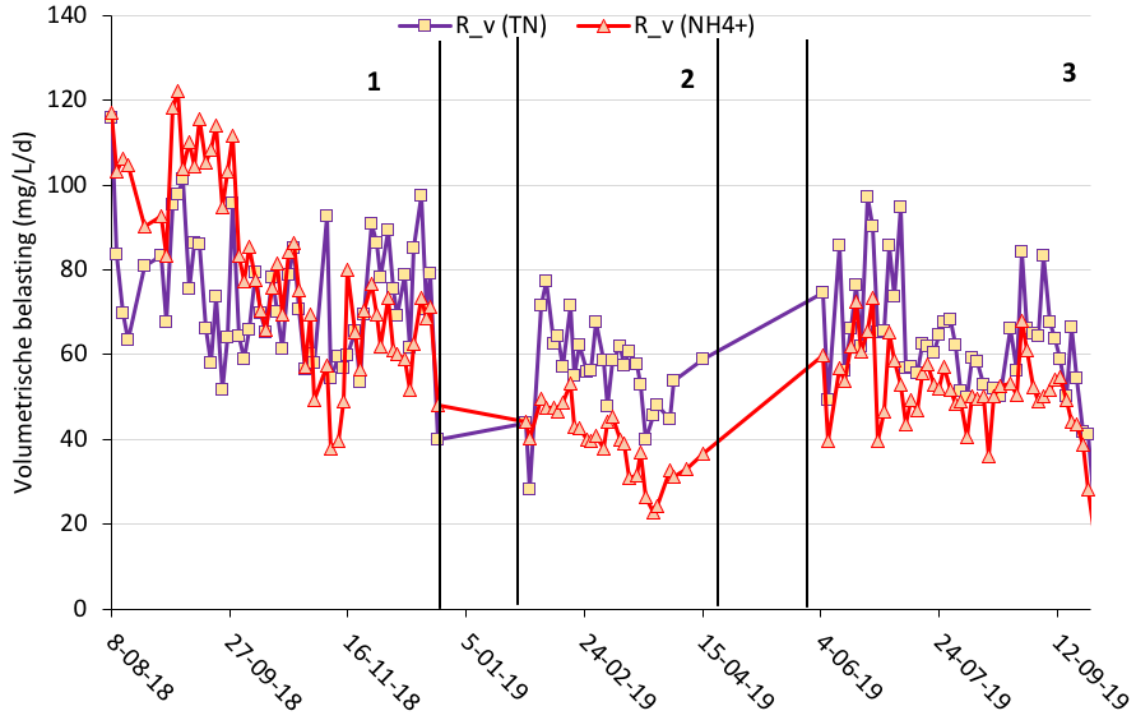
In Figuur 13 wordt de relatieve nitraatproductie tijdens Periode 1, Periode 2 en Periode 3 weergegeven. De relatieve nitraatproductie tijdens deze periodes bedroeg respectievelijk 15±6% en 21±7%. In vergelijking met de tweede helft van Periode 1 (vanaf 28/09/2018, na aanpassingen in beluchtingscontrole) was de relatieve nitraatproductie duidelijk lager met een gemiddelde van 30±11%.

FIGUUR 13 RELATIEVE NITRAATPRODUCTIE (G NO<sub>3</sub>-N GEPRODUCEERD/ G NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N VERWIJDERD) TIJDENS PERIODE 1, 2 EN 3



Hoewel de relatieve nitraatproductie laag bleef, varieerde de ammoniumomzettings- en de totale stikstofverwijderingssnelheden. In Figuur 14 staan de volumetrische stikstof- en ammoniumomzettingssnelheden weergegeven van Periode 1 tot 3.

FIGUUR 14 VOLUMETRISCHE AMMONIUM- EN TOTALE STIKSTOFOMZETTINGSSNELHEID. DE PERIODE OMCIRKELD IN BLAUW IS DE PERIODE MET EEN LAAG DO-SETPOINT



Halverwege maart 2019 (Periode 2) werd getest met een lager DO-setpoint en langere beluchte tijden. Het doel was om de AOB-activiteit te verhogen en terzelfdertijd de NOB-onderdrukking te behouden. Bovendien zou een lager DO-setpoint het risico op zuurstof inhibitie in de AMX-granulen verlagen en zo hun relatieve activiteit verhogen. Het verlagen van het DO-setpoint had echter niet het gewenste effect: enkel de ammonium omzettingssnelheid nam af, niet de nitraatproductie (zie 3.6 Performantie).

### 3.3.4 DISCUSSIE

Om NOB selectief te onderdrukken werden twee strategieën toegepast die gelijktijdig gehanteerd werden. De eerste strategie bestond uit het promoten van AOB- en AMX-aangroei en het onderdrukken van NOB met een innovatieve beluchtingscontrole. Een eerste versie van deze beluchtingscontrole bestond uit de afwisseling van een hoog en laag zuurstofsetpoint. De opzet van deze hoog-laag beluchting was om continu nitriet aan te leveren voor de AMX. De tweede strategie bestond uit het fysiek verwijderen van de ongewenste NOB uit de reactor met behulp van SRT-controle. Zowel NOB als AOB bevinden zich voornamelijk in de vlokke fractie, waardoor de vlokke SRT zo moet worden ingesteld dat de AOB-activiteit voldoende hoog blijft terwijl de NOB worden uitgespoeld. Dit is een gevoelig evenwicht dat o.a. door de beluchtingscontrole en temperatuur beïnvloed wordt. Eerder onderzoek heeft het nut van beide selectiestrategieën aangetoond en heeft ook laten zien dat enkel de combinatie van beide op lange termijn tot goede resultaten kan leiden (Seuntjens et al., 2020).

Met deze innovatieve beluchtings- en SRT-controle werden de NOB selectief t.o.v. de AOB onderdrukt en uitgespoeld. Uit dit onderzoek bleek tevens dat de afwisseling van beluchte en

onbeluchte periodes effectiever was dan het switchen tussen een hoog en laag DO-setpoint. NOB hebben na een onbeluchte periode meer tijd nodig dan AOB om terug actief te worden wanneer zuurstof opnieuw aanwezig is (Gilbert et al., 2014; Kornaros et al., 2010). Bovendien trad nitrietaccumulatie op, wat onbetwistbaar duidt op een NOB-activiteit die lager is dan de AOB-activiteit (Figuur 10). In een ideale situatie is dit nitriet echter niet meetbaar in het effluent maar wordt het onmiddellijk opgenomen en omgezet door AMX. Het is ook belangrijk dat het zuurstof setpoint voldoende hoog is. Periode 2 en 3 werd geëxperimenteerd met een lager DO-setpoint omdat er een vermoeden was dat AMX gedeeltelijke geïnhibeerd werd door zuurstofdiffusie in de granulen. Als gevolg van het lagere DO-setpoint nam vooral de AOB-activiteit af maar, niet de NOB-activiteit: ammonium liep op in de reactor terwijl nitraat gelijk bleef.

Naast het selectief onderdrukken van de NOB-activiteit in de pilot konden de NOB selectief worden uitgespoeld in combinatie met de strikte SRT-controle. Op het hoogtepunt bedroeg de potentiële NOB-activiteit 21% van de AOB-activiteit in de vlokken. In Periode 3 werd duidelijk dat SRT van het vlokkig slib voldoende laag moet gehouden worden, anders kunnen NOB makkelijk ingroeien. Het is echter duidelijk dat er altijd een aanwezigheid van NOB-activiteit getolereerd zal moeten worden want bij strikte SRT zal er meer NOB op de granulen beginnen groeien. Binnen het MAS-concept is dit ook aanvaard en zelfs gewenst om de aanwezige bCZV in het influent nuttig in te zetten. De aanwezigheid van de denitrificatietank helpt om dit geproduceerde nitraat optimaal te verwijderen met het aanwezige bCZV in het influent.

### 3.3.5 TUSSENTIJDSE CONCLUSIE

- Met de innovatieve beluchtingscontrole werd gedeeltelijke, selectieve NOB-onderdrukking bereikt. Afwisselende beluchte en onbeluchte periodes bij een hoog DO-setpoint waren hierbij het meest effectief, laag DO-setpoint bleek erg inefficiënt.
- In combinatie met de strikte vlokkige SRT-controle werden de NOB selectief verder verwijderd, waardoor de potentiële AOB/NOB activiteitsratio in de vlokken steeg tot  $> 4$ .
- Het is noodzakelijk om zowel een strikte vlokkige SRT-controle aan te houden in combinatie met een goede beluchtingscontrole. Zodra één van beide niet goed gecontroleerd werd, werd snel vastgesteld dat het slibevenwicht in onbalans raakte ten voordele van de NOB.

## 3.4 AMX-RETENTIE EN -ACTIVITEIT

Een andere belangrijke uitdaging is het verkrijgen en het behouden van AMX-activiteit vanwege hun lage groeisnelheden bij gematigde temperaturen. Omdat AMX-activiteit enkel onder strikt anoxische condities plaatsvindt, wordt hun aanwezigheid voornamelijk verwacht in de anoxische kern van granulen. De aerobe bacteriën (o.a. AOB) in de buitenmantel van de granulen zorgen er voor dat zuurstof niet tot in de kern kan diffunderen, en dat nitriet beschikbaar wordt (Vlaeminck, 2009). Bovendien kunnen de deels anoxische granulen relatief eenvoudig van de aerobe vlokken gescheiden worden, bv. met een zeef, waardoor een langere SRT voor de granulen gehandhaafd kan worden. Dit is uitermate belangrijk voor het behoud van de AMX-activiteit. Vanwege bovenstaande redenen wordt in dit hoofdstuk voornamelijk op de granulen gefocust.

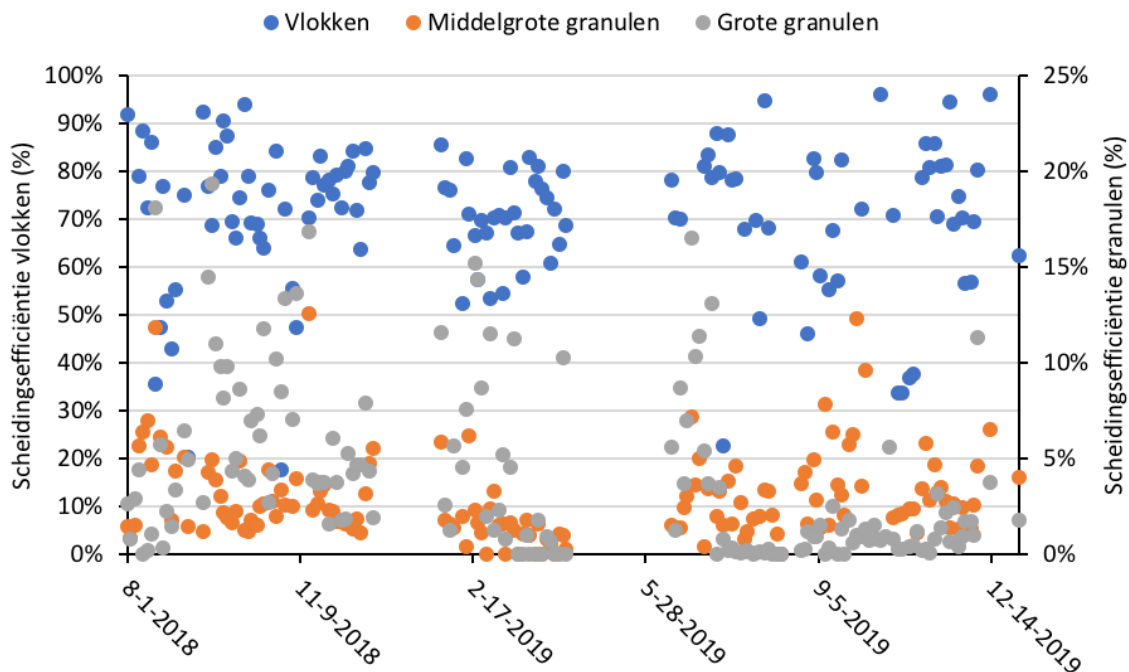
### 3.4.1 SRT-DIFFERENTIATIE

Het behalen van een differentiële SRT-controle, met een korte vlokkige SRT en een zo lang mogelijke granulaire SRT, is essentieel voor het succes van het MAS-onderzoek. In de literatuur wordt bij een temperatuur van 15°C hiervoor een minimale verblijftijd van 70 dagen



vooropgesteld voor AMX-granulen, wat tevens ook het streefdoel was in dit onderzoek (Laureni et al., 2016). Een goede selectiviteit van de trilzeef, die operationeel is op het spui, is hiervoor belangrijk. De scheidingsefficiëntie van de trilzeef staat weergegeven in Figuur 15. Deze wordt berekend als de verhouding tussen de TSS-concentratie van de inkomende stroom en het spui. Gemiddeld werd  $70 \pm 16\%$  van de gevoede vlokken ook effectief gespuid. Hierbij ging gemiddeld respectievelijk  $3 \pm 2\%$  en  $4 \pm 4\%$  van de middelgrote en grote granulen verloren. Gemiddeld werd relatief gezien 18 tot 24 keer meer vlokken dan granulen gespuid, wat toonde dat de trilzeef selectief was en een differentiële SRT-controle mogelijk maakt. Tijdens de volledige onderzoeksperiode bleef deze efficiëntie ongeveer constant. Fluctuaties in onderstaande grafiek werden mede veroorzaakt door de bewerkelijkheid van de metingen en de soms lage concentraties aan zwevende stof.

FIGUUR 15 SCHEIDINGSEFFICIËNTIE TRILZEEF, BEREKEND PER SLIBFRACTIE ALS VERHOUDING VAN DE TSS-CONCENTRATIE IN DE SPUI T.O.V. DE TSS-CONCENTRATIE IN DE VOEDING VAN DE TRILZEEF (=AAT)

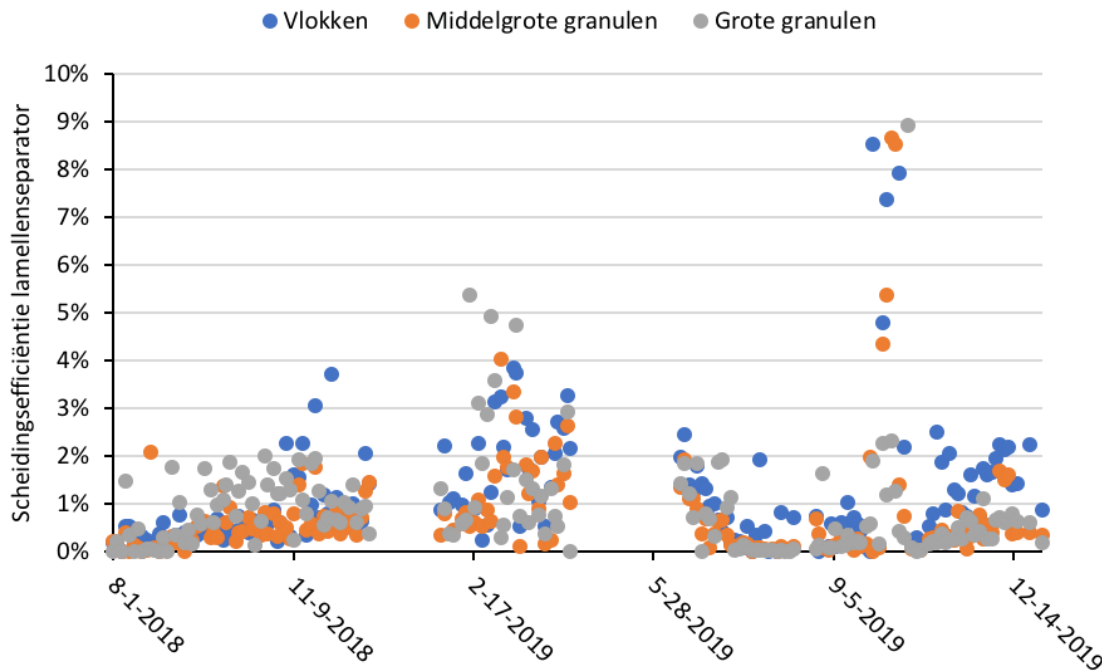


Naast het spui kan ook via het effluent slib verloren gaan. Het verlies aan slib in het effluent, berekend als de verhouding tussen de TSS-concentratie in het effluent en in de AAT, staat weergegeven in Figuur 16. Gemiddeld bedraagt het verlies over de volledige onderzoeksperiode  $1,5 \pm 2,3\%$ ,  $0,9 \pm 1,5\%$  en  $0,9 \pm 1,1\%$  voor respectievelijk de vlokken, middelgrote granulen en grote granulen. Relatief gezien spoelen meer vlokken dan granulen uit, maar het verlies voor alle fracties bleef beperkt.

De gemiddelde uitspoeling per periode staat weergegeven in Tabel 6. In tegenstelling tot de efficiëntie van de trilzeef kunnen hier wel verschillen tussen periodes worden opgemerkt: de uitspoeling in Periode 2 en Periode 4 is ongeveer twee- tot driemaal hoger dan in Periode 1 en Periode 3, voor alle slibfracties. De verhoogde uitspoeling van slib via het effluent in Periode 2 werd veroorzaakt door het ontstaan van een drijfslag op de lamellenseparator en een variërend influentdebiet naar de lamellenseparator. Dit debiet varieerde als gevolg van het nieuw ontwikkelde beluchttingsprofiel dat in Periode 2 werd toegepast in de AAT. Wanneer er toen belucht werd, steeg de waterhoogte in de AAT en het debiet naar de lamellenseparator als gevolg van een air-lift. Tijdens onbeluchte fases zakte het niveau opnieuw. Omdat

de lamellenseparator met een overloop vanuit de AAT gevoed werd, varieerde diens influent-debiet. In het begin van Periode 3 (op 26/06/2019) werd de toevoer naar de lamellenseparator vernauwd waarna de uitspoeling opnieuw sterk daalde. Het probleem met de drijfslag werd in diezelfde periode verholpen. De hoge uitspoeling tijdens Periode 4 (voornamelijk oktober 2019) is te verklaren door de lage belasting van de pilot. Door het aanhoudende regenweer waren de inkomende concentraties laag terwijl het influentdebiet constant bedreven werd. Het vermoeden is dat door de lage CZV-concentraties het vlokkig slib slecht bezinkbaar werd.

FIGUUR 16 SCHEIDINGSEFFICIËNTIE LAMELLENSEPARATOR, WEERGEGEVEN ALS RELATIEF VERLIES PER SLIBFRACTIE. BEREKEND ALS VERHOUDING TUSSEN DE TSS-CONCENTRATIE IN DE AAT EN HET EFFLUENT



TABEL 6 GEMIDDELD VERLIES VAN SLIB VIA DE LAMELLENSEPARATOR, BEREKEND MET DE DATA UIT FIGUUR 16

	Vlokken	Middelgrote granulen	Grote granulen
Periode 1	0,7±0,7%	0,5±0,5%	0,9±0,6%
Periode 2	1,9±1,0%	1,4±1,0%	1,6±1,5%
Periode 3	0,9±1,5%	0,9±2,1%	0,6±1,1%
Periode 4	3,1±4,4%	1,7±3,1%	0,8±1,6%
Algemeen gemiddelde	1,5±2,3%	0,9±1,5%	0,9±1,1%

De uiteindelijke SRT per slibfractie, berekend op basis van de gemeten slibverliezen via de trilzeef en het effluent, en de concentratie in de AAT, staan weergegeven in Tabel 7. De gemiddelde SRT van de vlokken was met 15±12 dagen beduidend lager dan die van de middelgrote en grote granulen, met een gemiddelde SRT van respectievelijk 104±91 en 260±537 dagen. De hoge foutenmarge op voornamelijk de granulaire SRT werd veroorzaakt door uitschieters in periodes met extreem weinig slibverlies en bijgevolg erg lage concentraties die moeilijk te meten waren. Bij deze metingen kon de SRT oplopen tot 3000 dagen. In elk geval is duidelijk dat de differentiële SRT-controle in het MAS-onderzoek succesvol was.

TABEL 7 GEMIDDELDE TOTALE SRT (IN DAGEN) PER PERIODE EN PER SLIBFRACTIE

	Vlokken	Middelgrote granulen	Grote granulen
Periode 1	17±10	109±68	115±159
Periode 2	15±3	49±23	56±24
Periode 3	11±6	170±121	684±915
Periode 4	18±23	88±90	165±226
Algemeen gemiddelde	15±12	104±91	260±537

De gemiddelde granulaire SRT was bovendien over het algemeen groter dan het vooropgestelde doel van 70 dagen. Enige uitzondering hierop was tijdens Periode 2 (Feb – Apr 2019), waarbij de gemiddelde SRT slechts 49±23 en 56±24 dagen bedroeg voor respectievelijk de middelgrote en grote granulen. De oorzaak van deze lage SRT tijdens Periode 2 was tweeledig: enerzijds was er een verhoogde uitspoeling van slib via het effluent (Tabel 6) en anderzijds werd de granulaire concentratie in de pilot zeer laag (<0,3 g TSS/L middelgrote fractie en <0,1 g TSS/L grote fractie) door de verhoogde uitspoeling. Nadat de verhoogde uitspoeling van slib via het effluent verholpen werd en na een nieuwe enting van granulen rijk in AMX van de on-site zijstroom PN/A-installatie, werd opnieuw een voldoende hoge granulaire SRT behaald in Periode 3.

Om de SRT verder te optimaliseren werd gemonitord hoe het slib de pilot verlaat: via het effluent of via het spui. Deze resultaten staan samengevat in Tabel 8. Hieruit blijkt dat over het algemeen het merendeel van de granulen de pilot via het effluent verlaten: respectievelijk 83±22% en 88±15% voor de middelgrote en grote granulen. Het is duidelijk dat de slibselectie via de spui goed werkt, zoals reeds in Figuur 15 werd geïllustreerd. Om de SRT verder te verlengen moest bijgevolg gefocust worden op het effluent. Het oplossen van problemen met de slib-effluent scheiding in de lamellenseparator zijn daarom uitermate belangrijk voor het behoud van de AMX-granulen. Voor de vlokken bedroeg het verlies via het effluent 46±32%, als gevolg van de meer selectieve verwijdering via het spui.

TABEL 8 AANDEEL VERLIES SLIB VIA HET EFFLUENT EN SPUI, PER SLIBFRACTIE. DATA IS RELATIEF T.O.V. HET TOTALE VERLIES EN GEBASEERD OP DE ROUTINE TSS-METINGEN

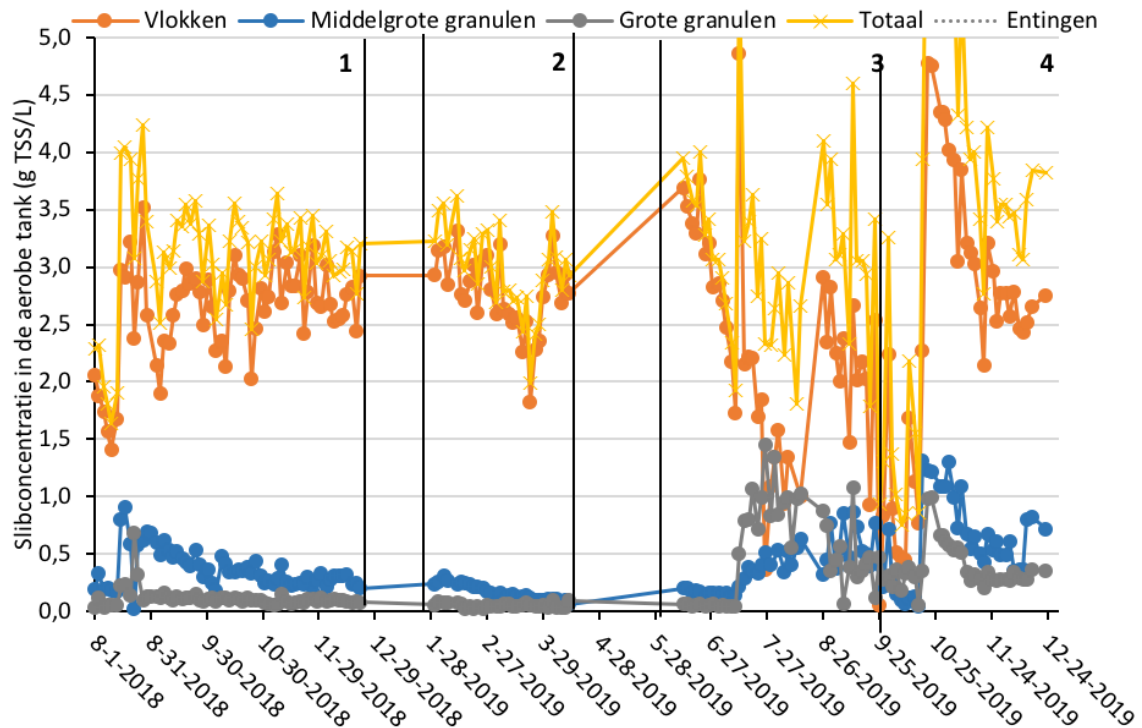
	Vlokken		Middelgrote granulen		Grote granulen	
	Effluent	Spui	Effluent	Spui	Effluent	Spui
Periode 1	34±22%	66±22%	78±28%	22±28%	83±18%	17±18%
Periode 2	79±16%	21±16%	98±3%	2±3%	97±4%	3±4%
Periode 3	19±15%	81±15%	67±20%	33±20%	84±14%	16±14%
Periode 4	72±22	28±22%	94±5%	6±5%	97±4%	3±4%
Algemeen	46±32%	54±31%	83±22%	17±22%	88±15%	12±15%

### 3.4.2 TSS-CONCENTRATIE

De evolutie van de TSS-concentratie per slibfractie staat weergegeven in Figuur 17. Wat hieruit opvalt is dat het merendeel van de TSS steeds bestond uit vlokkelig slib: in Periode 2 is dit het meest uitgesproken (93±2% gemiddeld), gevolgd door Periode 1 (85±5%) en Periode 3 (71±17%). Het initiële doel was om een granulair aandeel van 15-25% te verkrijgen, wat enkel in Periode 2 niet behaald werd. Daarnaast werden, met uitzondering van Periode 2, de granulen goed in het systeem behouden. Zoals reeds eerder aangehaald ging Periode 2 gepaard met een verhoogde slibuitspoeling via het effluent, als gevolg van enkele problemen met de lamellenseparator (Tabel 6). Na de aanpassingen begin Periode 3 werd dit probleem opgelost en konden de granulen opnieuw goed bewaard worden. Het vlokkelig slib daarentegen nam soms zeer snel af, maar dit was een bewust gevolg van het verhogen van het spuidebiet.

Na technische problemen of andere calamiteiten werd soms AMX-rijk granulair slib geënt uit de on-site zijstroom PN/A-reactor indien er te weinig granulen en/of AMX-activiteit resterend was in de pilot, zoals reeds werd aangehaald in sectie 3.1.1. Deze entingen staan aangeduid op Figuur 17 en worden samengevat in Tabel 4, waarbij ook de verwachte toename in granulaire massa wordt berekend. Deze verwachte toename komt echter niet altijd overeen met de gemeten toename in de pilot zelf. Zo wordt na de ent op 15/11/2018 quasi geen toename gemeten, terwijl de bedoeling was om de granulaire massa te verdubbelen. De ent was toen afkomstig uit de reactorinhoud van een zijstroomreactor, wat minder kwalitatief is dan onderstroom van de cycloon waar een groter aandeel granulen verwacht wordt. Ook bij aanvang van Periode 2 en 3 werd een gelijkaardige ent gebruikt. Voor de overige entingen werd er wel een sterke toename in granulen vastgesteld. Na deze entingen kan na de plotse toename in TSS-concentratie een sterke afname worden opgemerkt, waarna een evenwichtsconcentratie wordt bereikt. In Periode 1 werd dit waargenomen (ent op 14/08/2018) voornamelijk in de middelgrote fractie en in Periode 3 (ent op 18/10/2019) voor beide granulaire fracties.

FIGUUR 17 TSS-CONCENTRATIE PER SLIBFRACTIE, GEMETEN IN DE AAT



### 3.4.3 POTENTIËLE AMX-ACTIVITEIT

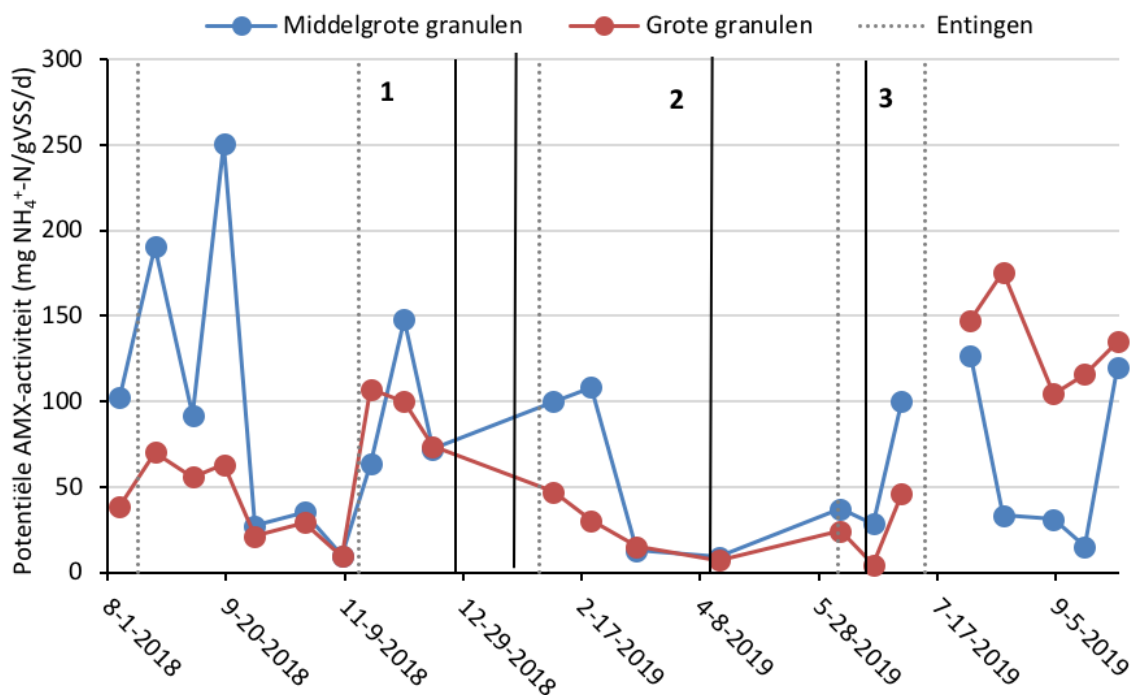
De potentiële of maximale AMX-activiteit werd tweewekelijks gemeten in het lab bij kamertemperatuur (20-24°C), onder optimale condities. De resultaten staan weergegeven in Figuur 18 als slibspecifieke ammoniumomzettingssnelheden onder anoxische condities. De activiteit van de middelgrote granulen is hierbij het belangrijkste, omdat deze relatief meer voorkomen dan de grote granulen (12±7% vs. 8±11%, niet weergegeven).

In het begin van Periode 1 werd 70 dagen na een enting nog een goede AMX-activiteit van 35 en 29 mg NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N/g VSS/d (of 78 en 65 mg TN/g VSS/d) gemeten voor respectievelijk de middelgrote en grote granulen. Vanaf 02/10/2018 werd een sterke daling in potentiële AMX-activiteit vastgesteld, zowel voor de middelgrote als grote slibfractie. Dit komt overeen met de aanpassingen in het beluchtingsprofiel: op 27/09/2018 werd het DO-setpoint met 50% verhoogd en

de ratio beluchte/onbeluchte tijd met 50% verlaagd (hoofdstuk 3.3.1). Hierdoor namen zowel de AOB- als NOB-activiteit af. Mogelijk had deze aanpassingen een effect op de AMX-activiteit, hoewel een verminderde activiteit in de reactor deze sterke daling in potentiële activiteit op korte tijd (<14 dagen) nooit volledig kan verklaren. Temperatuursveranderingen in de pilot hebben overigens weinig effect, omdat de potentiële activiteit steeds bij een gelijkaardige temperatuur gemeten wordt. In periode 2 was de potentiële AMX-activiteit vanwege problemen met o.a. slibverlies via de lamellenseparator (zie voorheen).

Ook in Periode 3 werd potentiële AMX-activiteit goed behouden: tot 80 dagen na een enting werd een activiteit van 120 en 135 mg NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N/g VSS/d (omgerekend 268 en 301 mg TN/g VSS/d) vastgesteld voor respectievelijk de middelgrote en grote slibfractie. In periode 4 (niet weergegeven) nam de potentiële AMX-activiteit sterk af, door grote problemen met de bezinkbaarheid van het slib deze periode.

FIGUUR 18 POTENTIËLE AMX-ACTIVITEIT, GEMETEN PER FRACTIE IN HET LAB BIJ 20-24°C

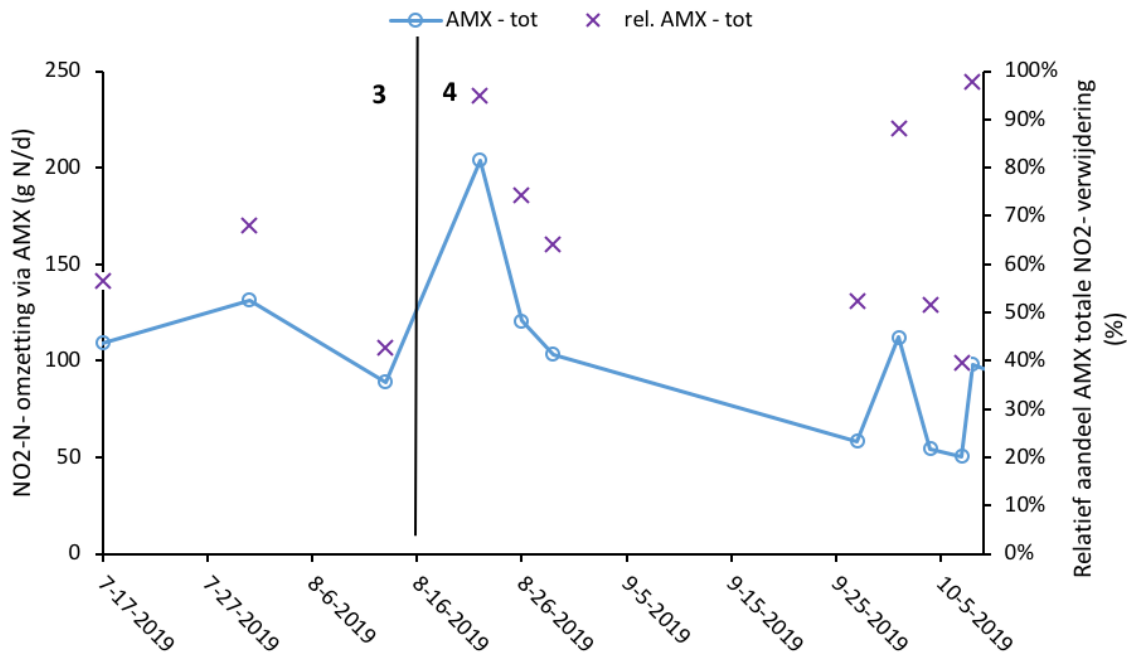


#### 3.4.4 AMX-ACTIVITEIT IN DE AMX-TANK

Naast de potentiële AMX-activiteit (zie 3.4.3) werd de actuele activiteit in de pilot zelf gemeten, meer specifiek in de AMX-tank of AMX-tank. Hiervoor werd regelmatig een steekmonster van het influent en de verschillende compartimenten genomen om aan de hand van een massabalans van ammonium en nitriet de omzettingen via AMX en DNit te bepalen (1,23 NO<sub>2</sub>:NH<sub>4</sub><sup>+</sup> voor AMX). De resultaten staan weergegeven in Figuur 19. Enkel Periode 3 en 4 worden weergegeven, omdat deze test tijdens de andere periodes nog niet werd uitgevoerd.

FIGUUR 19

NITRIETVERWIJDERING VIA AMX IN DE AMX-TANK, GEMETEN A.D.H.V. EEN MASSABALANS MET STEEKMONSTERS. DE RESULTATEN WORDEN ALS DE TOTALE NITRIETOMZETTING DOOR AMX IN DE AMX-TANK WEERGEGEVEN (G N/D). 1,23:1 WERD ALS  $\text{NO}_2^-:\text{NH}_4^+$  RATIO VOOR AMX GEHANTEERD. AMMONIUMVRIJSTELLING ALS GEVOLG VAN AFSTERVING WERD HIERBIJ NIET IN REKENING GEBRACHT. HET AANDEEL VAN AMX T.O.V. DE TOTALE NITRIETVERWIJDERING (AMX + DNIT) STAAT WEERGEGEVEN (%) OP DE RECHTER AS



Over het algemeen werd een goede AMX-activiteit vastgesteld in de periode juli – oktober 2019, daarna nam de AMX-activiteit af door slibuitspoeling problemen (niet weergegeven). De gemiddelde nitriet – en ammoniumomzetting in de periode juli -oktober was, respectievelijk  $103 \pm 43$  en  $83 \pm 35$  g N/d. Bovendien bleef deze activiteit redelijk constant. Deze daling in activiteit die plaatsvond na 7 oktober 2019 komt overeen met het plotse verlies van potentiële AMX-activiteit, wat die resultaten bevestigt). De daling van de AMX is waarschijnlijk te wijten aan de grote slibverliezen deze periode. Ondanks deze eenmalig calamiteit kan besloten worden dat, naast het behoud van potentiële AMX-activiteit, in de pilot ook de expressie van AMX-activiteit in de pilot zelf werd waargenomen.

De snelheidsbeperkende factor tijdens de zomermaanden was voornamelijk nitrietlimitatie, waardoor de competitie tussen AMX en DNit voor nitriet een essentieel aspect was voor het optimaal bedrijven van de AMX-tank. Gemiddeld werd  $62 \pm 22\%$  van het verwijderde nitriet via AMX omgezet, de rest via DNit. Om de verwijdering via DNit te verminderen werd op 14/08/2019 de AMX-tank gevoed met het effluent van de AAT in plaats van de denitrificatietank, aangezien deze minder bCZV bevat en dus tot een lager aandeel van nitrietverwijdering via DNit zou leiden. In de denitrificatietank wordt weliswaar bCZV weggevangen door denitrificatie, maar de verblijftijd in de reactor is te kort waardoor (minder afbreekbare) bCZV doorschiet naar de volgende reactor. De AAT ontvangt het effluent van de denitrificatietank. Hier is dus al een deel van de bCZV verwijderd en bovendien vindt in de AAT aerobe bCZV oxidatie plaats. Initieel had deze maatregel een sterk effect, met een relatieve AMX-verwijdering tot 96%, maar na enkele weken werd het initiële evenwicht opnieuw bereikt. Mogelijke oorzaken hiervoor zijn een toename in globale influent CZV na 24/08/2019, van ongeveer 75 mg/L naar 100 mg/L (Figuur 22), een daling in potentiële AMX-activiteit (Figuur 18), temperatuur (Figuur 6) of granulaire TSS-concentratie (Figuur 17).

Op het einde van augustus 2019 begon de temperatuur in de MAS-pilot te dalen: van ongeveer 22°C in augustus naar gemiddeld 17°C in oktober, met stappen van ongeveer 2,5°C/maand (Figuur 6). De nitrietomzetting door AMX bedroeg gemiddeld 126±41 g N/d in juli-augustus en 75±28 g N/d in september-oktober (Figuur 18), dit is een daling van 41%. Tijdens de periode september-oktober zelf werd geen daling worden vastgesteld, ondanks dat de temperatuur op 27/09 nog 19,7°C en op 7/10 slechts 16,6°C bedroeg. In deze periode was nitriet niet meer limiterend in de tank (niet weergegeven). Het aandeel van AMX t.o.v. de totale nitrietverwijdering bleef nagenoeg constant.

### 3.4.5 DISCUSSIE

Het verkrijgen en behouden van AMX-activiteit in de pilot is essentieel. Het fundament hiervoor is dat AMX, die voornamelijk groeien in de granulen, voldoende lang in het systeem blijven om zichzelf in stand te houden. Voor de vlokken is het echter essentieel om een korte SRT op te leggen, ter onderdrukking van de NOB-activiteit. De gemiddelde SRT bedroeg 15±12, 104±91 en 260±537 dagen voor respectievelijk de vlokken, middelgrote en grote granulen (Tabel 7). De MAS-pilot slaagde erin om een differentiële SRT-controle te handhaven, dankzij de trilzeef en het samengestelde slib (vlokken + granulen). Het streefdoel van een minimale granulaire SRT van 70 dagen werd, met uitzondering van Periode 2, behaald, met algemeen gemiddelde SRT die ver boven het opgestelde doel lagen. Dit duidt op het grote potentieel en wijst er op dat selectieve SRT-controle binnen deze technologie onder controle kan gehouden worden. Er wordt verwacht dat in *full-scale* toepassing, wanneer niet gewerkt wordt met een lamellenseparator maar met een nabezinktank, er minder uitspoeling zal zijn en dat de granulaire SRT nog meer verlengd kan worden. De scheidingsefficiëntie van de trilzeef was hierbij voldoende selectief, waarmee er gemiddeld 18-24 keer meer vlokken dan granulen werd gespuid, relatief gezien per slibfractie.

Als een gevolg van de succesvolle SRT-controle werd de granulaire slibfractie in de MAS-pilot in stand gehouden, met uitzondering van Periode 2 waarbij de SRT-controle suboptimaal verliep vanwege voornamelijk problemen met de lamellenseparator (Figuur 17). Af en toe werd slib rijk in granulen geënt, maar voornamelijk om verliezen als gevolg van technische problemen (bv. stilstand) te compenseren of om het relatieve aandeel van granulen te verhogen. Dit omdat de natuurlijk aanrijking van AMX-slib in de pilot te veel kostbare onderzoekstijd kostte. Een groot deel van de toegevoegde korrels ging echter snel verloren, vermoedelijk door het uiteenvallen van de korrels omdat er geen verhoogde uitspoeling kon worden vastgesteld (Figuur 16). Deze verliezen zijn waarschijnlijk het gevolg van het verschil in operationele condities tussen de oorspronkelijke reactor en de MAS-pilot; temperatuur, DO-setpoint en N- en CZV-concentraties zijn hierbij sterk verschillend. Het opgroeien van aan hoofdstroomcondities aangepaste AMX-granulen, zoals in de AMX-tank werd beoogd, is bijgevolg een beter alternatief dan het continu toevoegen van granulen uit de zijstroom.

Naast de granulen werd de potentiële AMX-activiteit (*ex-situ*) zelf ook behouden in de pilot (Figuur 18). Het behoud hiervan was echter minder succesvol dan dit van de granulen zelf, met een sterkere afname na een enting. Dit wijst uit dat enting van een zijstroom maar een beperkte meerwaarde heeft aangezien het overgrote deel van de geënte activiteit verloren gaat. De voornaamste verklaring hiervoor was dat steeds een overcapaciteit aan AMX werd toegevoegd, waarbij slechts een deel ervan actief kon zijn in de pilot. De resterende activiteit ging langzaam verloren als gevolg van afsterving. In de AMX-tank werd in juli-augustus 2019 bijvoorbeeld een gemiddelde AMX-activiteit van 81±40 mg NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N/g VSS/d (of 181±89 mg TN/g VSS/d) vastgesteld in het eerste compartiment van die reactor (niet weergegeven),

wat als maatstaf gebruikt kan worden als maximaal geobserveerde AMX-activiteit in de pilot vanwege de optimale condities en nitriet wat nog niet limiterend was in het eerste compartiment. In dezelfde periode werd een potentiële AMX-activiteit van 127-176 mg  $\text{NH}_4^+\text{-N/g VSS/d}$  (of 283-392 mg TN/g VSS/d) gemeten onder labcondities, bij een gelijkaardige temperatuur. Hierdoor kon er tot maximaal slechts 46-64% van deze potentiële activiteit ook effectief benut worden in de MAS-pilot. In de AAT zal dit nog lager zijn, omdat hier geen optimale condities voor AMX gelden, bijvoorbeeld door beperkte aanwezigheid van nitriet en de frequente aanwezigheid van verhoogde DO-gehalten. Bijgevolg is het logisch dat een groot deel van deze potentiële activiteit verloren gaat, omdat het niet ten volle werd benut.

In-situ AMX-activiteit in de AMX-tank werd tijdens Periode 3 en 4 frequent gemonitord (Figuur 19). Met uitzondering van de laatste maand werd gedurende de volledige periode een goede en constante activiteit gemeten, met een gemiddelde van  $95\pm 44$  g  $\text{NH}_4^+\text{-N/d}$  (omgerekend  $212\pm 98$  g TN/d). Aanpassingen om de AMX-activiteit te verhogen, door de competitie met DNit voor nitriet te beperken, hadden beperkt effect: het omschakelen van de voeding van de denitrificatietank naar de bCZV-armere AAT verhoogde slechts tijdelijk de AMX-activiteit. Een mogelijke verklaring hiervoor is de toename van CZV in het algemene influent. De plotse daling in actuele activiteit op 21/11/2019 komt overeen met een sterke daling in potentiële activiteit van 92 tot bijna 0 mg  $\text{NH}_4^+\text{-N/g VSS/d}$ .

Het effect van de temperatuur op de AMX-activiteit in de AMX-tank is niet eenduidig af te leiden. Tussen de periode juli-augustus en september-oktober 2019 nam de AMX-activiteit in de AMX-tank met 41% af, terwijl de temperatuur met ongeveer  $5^\circ\text{C}$  was gedaald (Figuur 6 & Figuur 19). Op basis van de Arrhenius temperatuursvergelijking (met een theta-waarde van 1,10 voor AMX) wordt bij dergelijke temperatuurdaling een afname van 61% verwacht. De geobserveerde afname is bijgevolg lager dan verwacht. Deze daling in AMX-activiteit komt overeen met een daling in potentiële AMX-activiteit (Figuur 18) en concentratie aan granulen (Figuur 17), wat ook een effect heeft op de geobserveerde activiteit in de AMX-tank. Een mogelijke verklaring voor de beperkte geobserveerde temperatuursafhankelijkheid kan de aanwezigheid van een overcapaciteit aan AMX-activiteit zijn. Tijdens de periode juli-augustus 2019 was er namelijk nitrietlimitatie in de AMX-tank waardoor AMX niet maximaal actief kon zijn (niet weergegeven). Na eind september was dit niet meer het geval. Tijdens de periode september-oktober zelf nam de temperatuur verder af met  $3^\circ\text{C}$  maar werd er geen daling in activiteit opgemerkt. Bovendien was er in deze periode met zekerheid geen overcapaciteit aan AMX aanwezig, omdat er geen substraatlimitatie in de AMX-tank. Bijgevolg kan de aanwezigheid van een overcapaciteit aan AMX-activiteit geen volledige verklaring zijn voor de beperkte afname in activiteit als gevolg van de temperatuurdaling. Uit de potentiële activiteit kan geen temperatuur-effect worden afgeleid, omdat deze steeds bij dezelfde temperatuur worden uitgevoerd.

#### 3.4.6 TUSSENTIJDSE CONCLUSIE

- De trilzeef behaalde een goede scheiding tussen vlokkelig en granulair slib: relatief gezien werd een factor 18 tot 24 meer vlokken dan granulen gespuid (concentratie spui t.o.v. reactor)
- Differentiële SRT-controle was succesvol: de gemiddelde granulaire SRT was minstens 7 keer groter dan de vlokkige SRT. Optimaliseren van de slib-effluent scheiding in de lamel-lenseparator kan de SRT nog verder verhogen: 83-88% van het verlies aan granulen gaat via het effluent en komt door de soms beperkte werking van de lamel-lenseparator
- De granulaire SRT was, m.u.v. Periode 2, theoretisch ruim voldoende om AMX in stand te houden: minimaal 104 dagen
- De granulen werden voldoende in het systeem behouden



- Potentiële AMX-activiteit werd ook behouden,
- Enting van AMX-rijk slib uit een zijstroom reactor vertoont initieel een groot verlies van onbenutte activiteit en ingroeien van HB in de granulen
- AMX-activiteit werd ook in de pilot zelf geobserveerd: een hoge activiteit in de AMX-tank.
- Met de AMX-tank werd een constante en hoge AMX-activiteit onder hoofdstroom condities verkregen

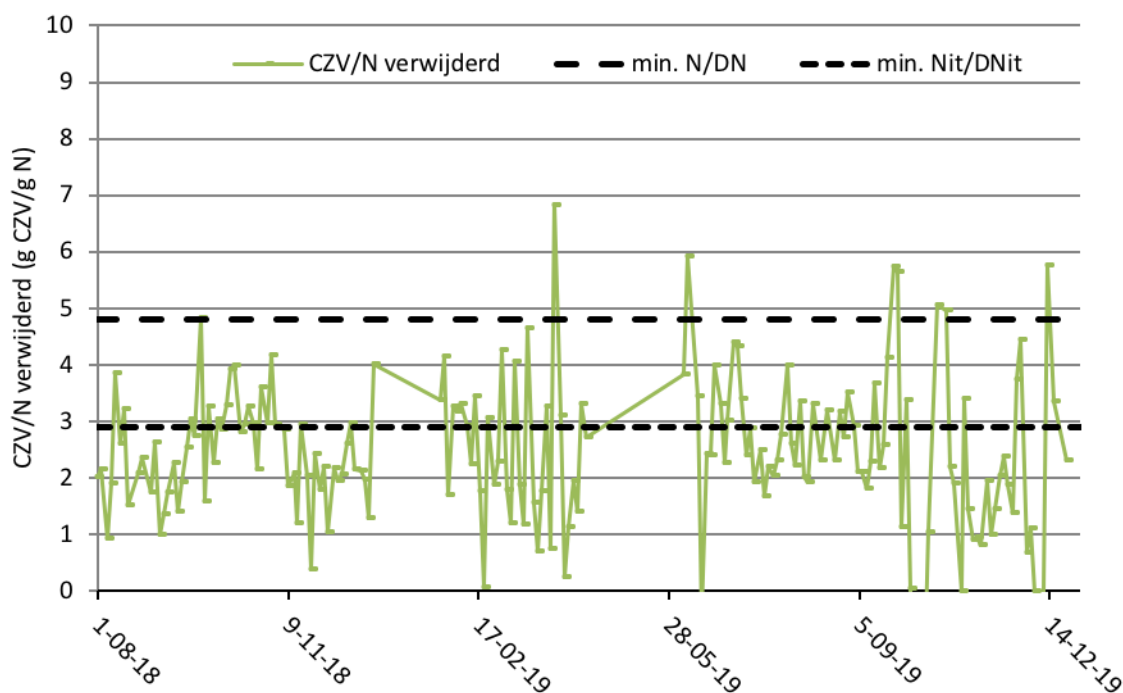
### 3.5 SHORTCUT-STIKSTOFVERWIJDERING

Zoals reeds werd aangehaald in de introductie, heeft de MAS-technologie als doel stikstof op een energie- en koolstofzuinige manier te verwijderen via de *shortcut*-routes partiële nitrificatie/anammox en nitrificatie/denitrificatie. Zo kan de uitgespaarde CZV gevaloriseerd worden tot biogas via anaerobe vergisting. Het was daarom belangrijk om met de MAS-pilot een lage CZV-vraag te verkrijgen door de N-verwijdering via *shortcut*-routes (PN/A en Nit/DNit) te maximaliseren, zodat effluentrecirculatie met onnodig werd.

#### 3.5.1 CZV/N VERWIJDERD ALGEMEEN

Figuur 20 geeft de verwijderde hoeveelheid CZV per verwijderde N weer in de MAS-pilot, uitgedrukt als g CZV/g N. Deze parameter wordt gebruikt als een indicatie voor welke verwijderingspaden actief waren, omdat hun minimaal vereiste CZV/N-verhouding gekend is. Voor conventionele N/DN bedraagt deze minimaal 4,8/1, voor Nit/DNit 2,9/1 en voor PN/A is deze theoretisch 0 (Van Hulle et al., 2010). Over het volledige MAS-onderzoek bedroeg de verwijderde CZV/N-ratio gemiddeld  $2,4 \pm 1,3$ . Deze ligt onder de minimale vereiste voor zowel N/DN als Nit/DNit, wat bewijst dat er PN/A-activiteit in de MAS-pilot aanwezig was. De CZV/N-verhouding blijft redelijk constant over de verschillende periodes heen. De B-trap had gedurende de hele operationele periode van de MAS een CZV/N verwijderd ratio van  $6,7 \pm 1,8$ , wat bijna driemaal hoger was dan wat in de pilot werd vastgesteld en een duidelijk bewijs levert dat in de pilot gewerkt werd via op zijn minst een nitrificatie/denitrificatie-route maar hoogstwaarschijnlijk ook een nitrificatie/anammox-route.

FIGUUR 20 VERWIJDERDE CZV/N-VERHOUDING (G CZV/G N) IN DE ALGHELE MAS-PILOT, BEREKEND OP BASIS VAN DE ROUTINE IN- EN EFFLUENTDATA. DE STIPPellijnen GEVEN DE THEORETISCHE MINIMALE VEREISTEN VOOR N/DN EN NIT/DNIT WEER, BEREKEND OP BASIS VAN (VAN HULLE ET AL., 2010)



### 3.5.2 VERWIJDERING PER COMPARTIMENT

Het MAS systeem bestaat uit 3 reactoren: de denitrificatietank, de AMX-tank en de alternerende aëratietank of AAT. Per reactor is de stikstof- en CZV-verwijdering in beeld gebracht via stikstof- en CZV-massabalansen. Op basis van de stikstofmetingen (TN, NH<sub>4</sub>-N, NO<sub>3</sub>-NO<sub>2</sub>-N) werd de stikstofverwijdering berekend in de denitrificatie reactor en AMX-tank. De CZV-verwijdering werd voor deze reactoren berekend op basis van de stoichiometrische CZV/N ratio's. Er werd aangenomen dat voor denitrificatie 2,4 g CZV/g NO<sub>2</sub><sup>-</sup>-N verwijderd nodig is en voor de denitrificatie wordt een ratio van 4,0 g CZV/g NO<sub>3</sub><sup>-</sup>-N verwijderd gebruikt. Omdat deze omzettingen in anoxische tanks plaatsvonden, werden geen aerobe CZV verliezen in rekening gebracht. Door de opvolging van nitraat- en nitrietverwijdering in de denitrificatietank en AMX-tank, werd zo teruggerekend welke hoeveelheid CZV daar werd verwijderd. Vervolgens werd aangenomen dat de overige verwijderde CZV, op basis van de influent en effluent CZV-analyse, in de AAT bepaald. Op basis van de gemeten stikstofverwijdering in de hele MAS-pilot, de denitrificatietank, en AMX-tank werd de stikstofverwijdering in de AAT bepaald. Voor de indirecte bepaling werd verondersteld dat geen stikstofverwijdering in de lamellenseparator plaatsvond, wat werd bevestigd met enkele extra metingen (niet weergegeven).

De balansen werden opgesteld voor juli, augustus en september 2019, omdat in deze periode de denitrificatie reactor en AMX-tank frequent werden doorgemeten en voorheen slechts een beperkte dataset beschikbaar was. In oktober en november was er veel slibuitspoeling waardoor de CZV-data werden beïnvloed en niet gebruikt konden worden voor de berekeningen.

De gemiddelde stikstof- en CZV-verwijdering die elke tank bijdroeg aan de totale stikstof- en CZV-verwijdering voor de maanden juli, augustus en september 2019 is samengevat in Tabel 9.

**TABEL 9** GEMIDDELDE TN- EN CZV-VERWIJDERING PER COMPARTIMENT, BEREKEND UIT MASSABALANSEN OVER DE DENITRIFICATIE-TANK (DN-TANK) EN AMX-TANK, EN ALGHELE PILOT OM ZO DE VERWIJDERING IN DE ALTERNERENDE AËRATIE-TANK (AAT) TE BEPALEN. VOOR DENITRIFICATIE EN DENITRIFICATIE WERD EEN CZV/N-RATIO VAN 2,4 EN 4,0 G CZV/G N IN REKENING GEBRACHT. DATA BETREFT JULI, AUGUSTUS EN SEPTEMBER 2019

Periode	TN-verwijdering (kg/d)				Verdeling TN-verwijdering (%)		
	DN-tank	AMX-tank	AAT	Totaal	DN-tank	AMX-tank	AAT
Juli	0,19	0,28	0,31	0,78	24%	36%	40%
Augustus	0,23	0,27	0,36	0,86	27%	31%	42%
September	0,20	0,19	0,28	0,68	29%	30%	41%
Periode	CZV-verwijdering (kg/d)				Verdeling CZV-verwijdering (%)		
	DN-tank	AMX-tank	AAT	Totaal	DN-tank	AMX-tank	AAT
Juli	0,74	0,20	0,92	1,86	42%	11%	47%
Augustus	0,93	0,12	1,21	2,27	41%	6%	53%
September	0,79	0,11	1,36	2,25	35%	5%	60%

Over het algemeen was er een goede, relatief constante verwijdering van N in de denitrificatie-tank of denitrificatietank van gemiddeld 0,21 kg N/d. De denitrificatietank was verantwoordelijk voor ongeveer 27% van de totale TN-verwijdering en 39% van de totale CZV-verwijdering. De AMX-tank behaalde een stikstofverwijdering van gemiddeld 0,25 kg N/d, met een aandeel van 33% van de totale TN-verwijdering. De CZV-verwijdering bedroeg 7% van de totale verwijdering. De resterende verwijdering vond in de AAT plaats. In de gehele MAS-pilot werd tijdens Periode 3 gemiddeld 0,68 tot 0,86 kg N/d verwijderd.

Om een indicatie te verkrijgen over de AMX-expressie in de AAT werd de CZV/N verwijderingsratio in de AAT berekend op basis van de resultaten uit Tabel 9. Echter, het is aannemelijk dat

een deel van deze CZV aeroob verwijderd zal worden gezien de AAT voor 45-55% van de tijd belucht is. Daarom werd ook een berekening opgezet waar wordt uitgegaan van 50% aerobe verliezen in de AAT, evenredig met de beluchte tijd. De resultaten staan samengevat in Tabel 10. Het verschil tussen beide deducties moet beschouwd worden als een best- en een worst-case benadering.

**TABEL 10** VERWIJDERDE CZV/N-RATIO IN DE ALTERNERENDE AËRATIETANK (AAT) IN JULI, AUGUSTUS EN SEPTEMBER 2019, BEREKEND UIT DE DATA VAN TABEL 9. TWEE SCENARIO'S WERDEN BEREKEND: EEN ZONDER AEROOB CZV-VERLIES EN EEN MET 50% AEROOB VERLIES IN AAT (45-55% BELUCHTE TIJD), OM TE COMPENSEREN VOOR AEROBE HETEROTROFE ACTIVITEIT

Periode	CZV/N AAT	
	0% aerobe CZV-verliezen	50% aerobe CZV-verliezen AAT
Juli	2,9	1,4
Augustus	3,4	2,0
September	4,7	2,8

Met uitzondering van september 2019 zonder aerobe verliezen, was de CZV/N verwijderd in de AAT telkens lager dan 4 via beide benaderingen. Dit betekent dat altijd *shortcut*-stikstofverwijdering aanwezig was, omdat voor volledige denitrificatie een ratio van minstens 4 nodig is. In juli en augustus en rekening houdend met 50% aerobe verliezen was de CZV/N zelfs lager dan 2,4, de stoichiometrische vereiste voor denitrificatie, wat aantoont dat AMX-activiteit in de AAT aanwezig was in de meest optimistische benadering. Het blijft echter onduidelijk of de N-verwijdering via denitrificatie of AMX plaatsvond.

### 3.5.3 DISCUSSIE

Op basis van de verhouding tussen de CZV- en N-verwijdering in de algehele pilot is duidelijk dat *Shortcut*-stikstofverwijdering plaatsvond, omdat de verkregen ratio van  $2,4 \pm 1,3$  kleiner is dan de theoretische vereisten voor denitrificatie (4,8) en denitrificatie (2,9) (Figuur 20). Deze theoretische vereisten houden wel rekening met een aeroob CZV-verlies van 20% (Van Hulle et al., 2010), waarvan algemeen aanvaard is dat dit een onderschatting is. Zo werd er bijvoorbeeld in het onderzoek van Seuntjens et al. (2020) op labschaal 80% van de toegevoegde bCZV aeroob verwijderd bij een laag DO-setpoint van 0.05 mg O<sub>2</sub>/L. De grote aerobe verliezen worden op grote schaal ook bevestigd door de CZV/N-verwijdering die van toepassing is op de B-trap van RWZI Nieuwveer, namelijk 6,7. Zelfs indien geen aeroob CZV-verlies zou optreden, kan met zekerheid besloten worden dat AMX-activiteit aanwezig was in de MAS pilot omdat de CZV/N-ratio frequent lager was dan 2,4 (theoretisch vereiste denitrificatie zonder aeroob verlies). Dit bevestigt de resultaten van Figuur 19, waarbij reeds werd aangetoond dat AMX in AMX-tank actief was.

Door de CZV- en N-verwijdering per compartiment apart te berekenen, kan er bovendien worden aangetoond dat *shortcut*-stikstofverwijdering ook in de AAT actief was tijdens juli en augustus 2019 (Tabel 10). Het is bij deze analyse helaas niet mogelijk om te berekenen welk aandeel van stikstof omzetting via AMX verloopt en in welke mate dit aandeel significant bij draagt.

Hoewel het MAS-onderzoek focust op AMX, is de aanwezigheid van denitrificatie en denitrificatie in de pilot wenselijk. AMX zullen altijd een fractie nitraat produceren en uit eigen ervaring hebben we geleerd dat volledige NOB-onderdrukking waarschijnlijk onmogelijk is, en er bijgevolg steeds nitraat wordt geproduceerd wat verwijderd dient te worden via denitrificatie. Volgens het MAS-concept is dit ook geen probleem en zelfs gewenst. Volledige CZV-verwijdering in de A-trap is immers onmogelijk, met huidige retenties tot 64% (Alloul

et al., 2018), waardoor het B-trap influent nog steeds bCZV bevat. Onder de aerobe condities in de AAT is aerobe heterotrofe activiteit onvermijdelijk, waardoor CZV-verwijdering via denitrificatie van nitraat een even efficiënt alternatief is als aerobe CZV-oxidatie en tot een gelijkaardige zuurstof en dus energievraag leidt in het systeem. Om deze reden werd de denitrificatietank in bedrijf genomen, omdat het energetisch even gunstig is om CZV via denitrificatie weg te vangen in vergelijking met beluchting. Indien aangenomen wordt dat nitraat toch gevormd wordt in de AAT, is dit zelfs efficiënter. Denitritatie is voor diezelfde reden interessant, en is ook een gewenste shortcut-stikstofverwijdering omdat het in vergelijking met denitrificatie 40% minder CZV nodig heeft en ook minder beluchtingsenergie is noodzakelijk.

De gemiddelde verwijderde CZV/N-verhouding in de MAS-pilot was aanzienlijk lager dan die van de B-trap in Nieuwveer,  $2,4 \pm 1,3$  t.o.v.  $6,7$  g CZV/g N. De MAS-pilot was bijgevolg net geen 3 keer efficiënter in het verwijderen van stikstof dan de B-trap wanneer CZV limiterend is. Hierdoor kan er in de A-trap meer CZV worden verzameld dat vervolgens wordt vergist, waardoor de biogasproductie toeneemt. Dit is een essentieel aspect voor de omvorming van Nieuwveer tot een energiefabriek.

#### 3.5.4 TUSSENTIJDSE CONCLUSIE

- De MAS-pilot slaagde erin om op een CZV-zuinige wijze stikstof te verwijderen, met een gemiddelde CZV/N-verwijderingsratio van  $2,4 \pm 1,3$  die bijna 3x lager was dan de B-trap in dezelfde periode.
- Zowel conventionele denitrificatie als *shortcut*-stikstofverwijdering met denitritatie en AMX waren verantwoordelijk voor de N-verwijdering in de pilot
- Naast de duidelijk aantoonbare AMX-activiteit in de AMX-tank waren aanwijzingen dat er ook AMX-activiteit was in de AAT
- De MAS-technologie laat vanwege de lagere CZV/N-vraag voor stikstofverwijdering een hogere afvang van CZV toe in de primaire stap waardoor meer biogas kan worden geproduceerd.

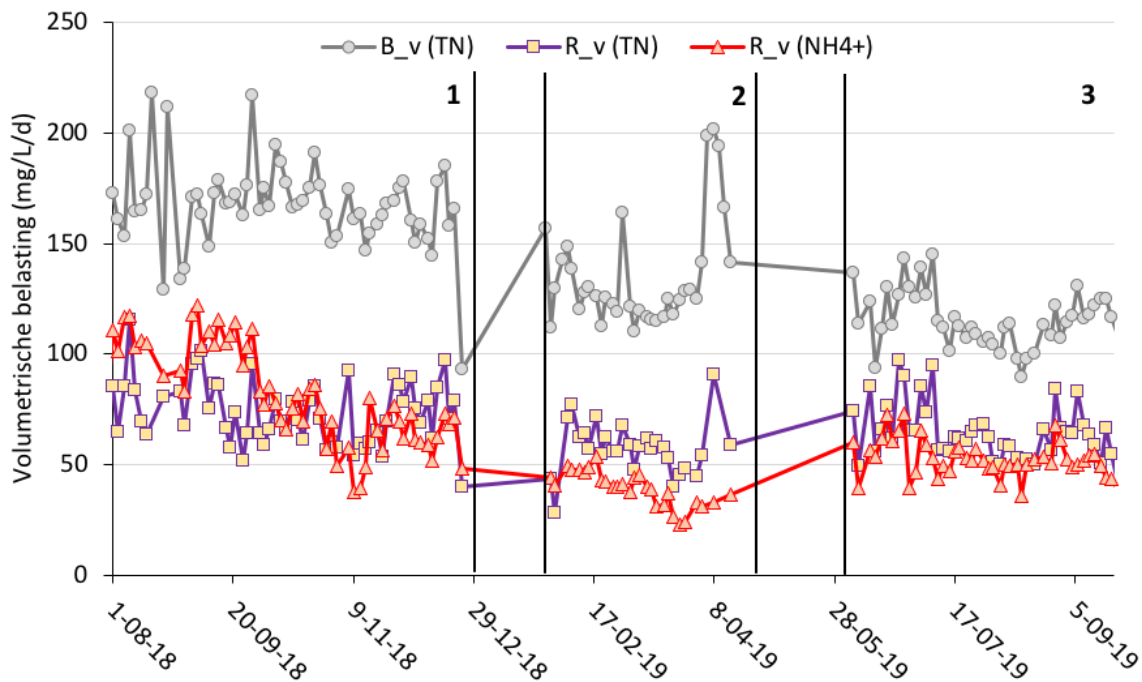
### 3.6 PERFORMANTIE

#### 3.6.1 VOLUMETRISCHE OMZETTINGSSNELHEDEN EN EFFLUENTKWALITEIT

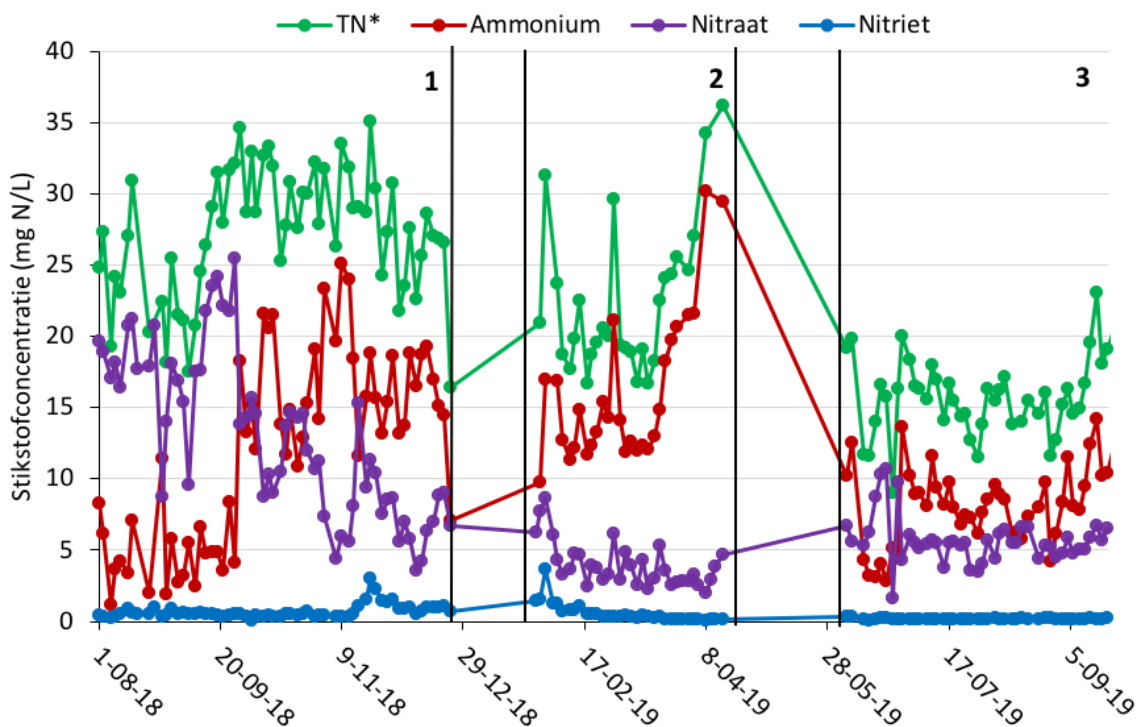
In Figuur 21 worden de volumetrische stikstofbelastingen en de volumetrische ammonium- en totaalstikstof (TN) omzettingssnelheden weergegeven voor de Periode 1, 2 en 3. Periode 4 wordt hier niet besproken omdat prestaties deze periode sterk fluctueerden door een extreem lage belasting, enkele elektrische storingen en slibverliesproblemen. De effluentkwaliteit wordt weergegeven in Figuur 22. De resultaten zijn samengevat in Tabel 11.

Voor Periode 3 werd gefocust op de zomerperiode juli-augustus. Tussen de periodes was de pilot niet volledig operationeel door technische problemen.

FIGUUR 21 VOLUMETRISCHE STIKSTOFBELASTING (B\_v TN), VOLUMETRISCHE STIKSTOFOMZETTINGSSNELHEID (R\_v TN) EN VOLUMETRISCHE AMMONIUMOMZETTINGSSNELHEID (R\_v NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N)



FIGUUR 22 EFFLUENTKwaliteit



TABEL 11

## AMMONIUM EN TOTALE STIKSTOFVERWIJDERING EFFICIËNTIE, OMZETTINGSSNELHEID EN EFFLUENT KWALITEIT

Parameter	Periode 1	Periode 2	Periode 3
Gemiddelde ammoniumverwijdering (%)	69±17%	48±11%	70±6 %
Gemiddelde totalestikstofverwijdering (%)	45±8%	46±6%	56±5%
Gemiddelde ammoniumomzettingssnelheid (mg/L/d)	82±22	40±12	52±7
Gemiddelde stikstofverwijderingssnelheid (mg/L/d)	75±14	54±17	64±11
TN-concentratie (mg N/L)	28,6±4,9	22,4±5,1	15,2±1,8
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> -concentratie (mg N/L)	12,1±6,6	16,5±5,5	8,1±1,7
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> -concentratie (mg N/L)	13,1±5,9	3,6±1,1	5,2±0,9
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> -concentratie (mg N/L)	0,67±0,49	0,41± 0,34	0,16±0,01

Tijdens Periode 1 was de volumetrische belasting van de pilot gemiddeld 44% hoger dan de belasting van de B-trap. Zoals vermeld in Hoofdstuk 3.3 was de nitraatconcentratie in het effluent tijdens het eerste deel van deze periode hoog door een hoge NOB-activiteit. De AOB-activiteit en bijgevolg de ammonium omzettingssnelheid waren ook hoog, wat leidde tot lage ammoniumconcentraties in het effluent. De beluchtingscontrole werd eind september 2018 aangepast met als doel de NOB-activiteit te onderdrukken. Dit gaf een omslag in het dominante stikstofeffluentspecies van nitraat naar ammonium. Dit werd aanvaard en als noodzakelijk beschouwd om NOB te kunnen onderdrukken. Door de strengere beluchtingscontrole nam de AOB-activiteit ook af, de volumetrische ammoniumomzettingssnelheid daalde van gemiddeld 106 mg NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N /L/d in augustus en september naar 75 mg NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N /L/d in oktober. De wijzigingen hadden geen effect op de totale performantie; de TN-verwijderingssnelheid bleef relatief constant. Na de extra aanpassingen aan de beluchtingsinstellingen in november (zie Hoofdstuk 3.3) werd de NOB-activiteit nog meer onderdrukt. Als gevolg van deze verlaagde nitraatproductie nam de TN-verwijderingsefficiëntie met ongeveer 10% toe. Daarnaast nam de nitrietconcentratie toe. De performantie was tijdens deze periode onvoldoende om de B-trap te vervangen, omdat de lozingseis van maximaal 10 mg TN/L niet gehaald werd. Het doel van deze periode was echter om NOB-onderdrukking te verkrijgen en het nitriet aanbod naar AMX te verhogen. De AMX-activiteit was echter beperkt deze periode.

Tijdens Periode 2 en 3 werd de ammoniumdosering verlaagd t.o.v. Periode 1. De volumetrische stikstofbelasting was nadien 10-15% hoger dan de belasting van de B-trap. Tijdens Periode 2 lag de focus op het creëren van een optimale slibbalans. In februari was de TN-verwijdering gemiddeld 50%. De nitrietconcentratie in het effluent varieerde tussen 0,7 en 1,3 mg NO<sub>2</sub><sup>-</sup>-N/L. Uit de potentiëleactiviteitstesten van februari 2019 bleek dat de AMX deze maand in de reactor stabiel bleven. De AMX leken echter nauwelijks actief in de pilot, ondanks de gemeten potentiële activiteit. Het is duidelijk dat de ammoniumverwijdering en AMX-bijdrage moet toenemen om de gewenste effluentconcentratie te behalen. Om de AOB-activiteit te verhogen en terzelfdertijd de NOB-onderdrukking te behouden werd in maart getest met een lager DO-setpoint en langere beluchte tijden. Dit had echter niet het gewenste effect: de ammonium omzettingssnelheid nam enkel af en werd niet waarneembaar gecompenseerd door toename in AMX-activiteit. Daarnaast waren er deze periode problemen met slibuitspoeling, hierdoor gingen een deel van de AMX-korrels verloren. Op het einde van Periode 2 is de volumetrische belasting zeer hoog, deze hoge belasting werd veroorzaakt door een onverwacht hoge TN- en ammoniuminfluentconcentratie door problemen bij de A-trap van RWZI Nieuwveer.

Nadat de technische defecten waren verholpen werd de pilot opnieuw opgestart op 3 juni. Na de herstart nam de nitraatconcentratie in het effluent sterk toe. De stilstand had een negatief effect op de AOB/NOB-slibbalans en deze moest hersteld worden. Het slibspui werd verhoogd om de overtollige NOB te verwijderen. Dit zorgde voor een afname in nitraatconcentratie. In

juli en augustus draaide de reactor stabiel. De temperatuur varieerde deze maanden tussen 18,1 en 23,6 °C. De totale stikstofverwijdering bedroeg gemiddeld 56±5% en er werd een gemiddelde effluentkwaliteit gehaald van 15,2±1,8 mg/L, wat de beste prestatie van de pilot was. Daarnaast werd deze periode een goede AMX-activiteit gemeten in de AMX-tank (Hoofdstuk 3.4.3) en ook in de AAT leek AMX bij te dragen aan de stikstofverwijdering (Hoofdstuk 3.5.2).

### 3.6.2 SCHATTING BENODIGD AANDEEL *SHORTCUT*-STIKSTOFVERWIJDERING

Tijdens Periode 3 werd een gemiddelde TN-verwijderingsefficiëntie van 56±5% behaald met een resulterende effluentkwaliteit van 15,2±1,8 mg TN/L. Ondanks dat het merendeel van de inkomende stikstof op een koolstofarme manier verwijderd kon worden, was dit onvoldoende om de opgelegde lozingseis van 10 mg TN/L te behalen. In dit hoofdstuk werd een schatting gemaakt van het benodigd aandeel *shortcut*-stikstofverwijdering, met behulp van een vereenvoudigd theoretisch model, om met eenzelfde influentsamenstelling de beoogde lozingseis te halen.

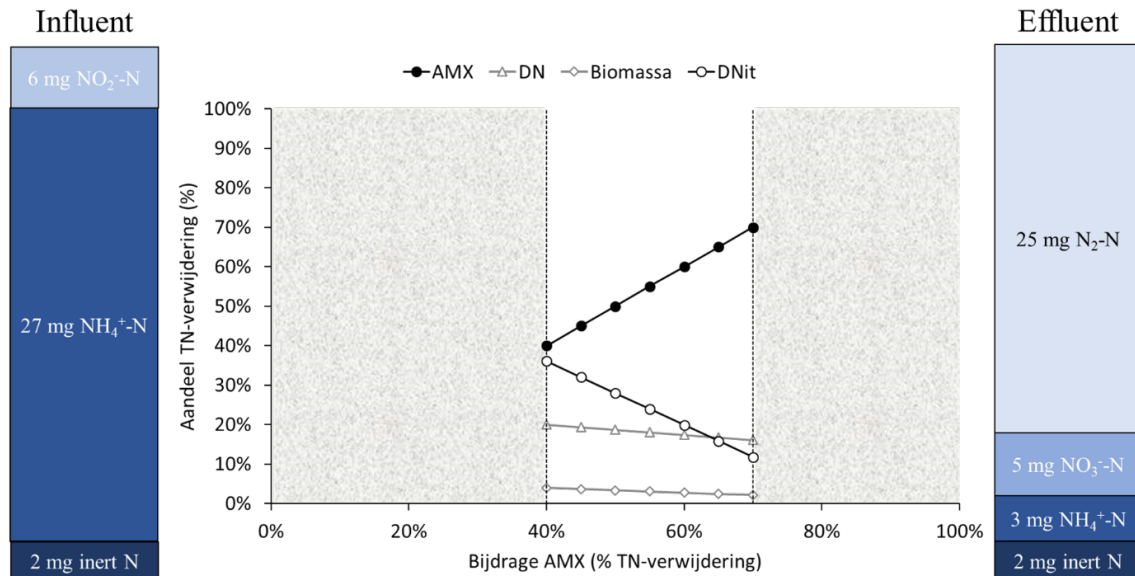
In het vereenvoudigde model werd de MAS-pilot als één geheel beschouwd zonder opsplitsing in verschillende subeenheden. Bijgevolg werd de dosering van ammonium en nitriet in de AMX-tank (zie hoofdstuk 2.1.4) opgeteld bij het algemeen influent. Voor Periode 3 resulteerde dit in een totale stikstofconcentratie van 35 mg N/L, bestaande uit 27 mg NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N/L, 6 mg NO<sub>2</sub><sup>-</sup>-N/L en 2 mg N/L inerte organische stikstof. Het aandeel biologisch afbreekbare organische stikstof is bij de ammoniumconcentratie opgeteld. Aangenomen werd dat de influent bCZV-concentratie gelijk was aan de totale CZV-concentratieafname in de pilot, welke 55 mg CZV/L bedroeg in Periode 3. De inkomende bCZV/N-verhouding was zodoende gelijk aan 1,6. De beoogde effluentconcentratie bedroeg 10 mg TN/L, bestaande uit 3 mg NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N/L, 5 mg NO<sub>3</sub><sup>-</sup>-N/L en de 2 mg/L inerte organische stikstof, met bijgevolg een beoogde TN-verwijderingsefficiëntie van 71%.

Op basis van deze influent- en effluentconcentraties werd met behulp van het theoretische model de minimale bijdrage van *shortcut*-stikstofverwijderingsroutes berekend, in het bijzonder het minimaal benodigde aandeel van AMX in de TN-verwijdering (%). Hiervoor werd gebruik gemaakt van de stoichiometrie zoals beschreven in hoofdstuk 1.1.2 en het stappenplan in Bijlage 5.1. De voornaamste variabelen waren hierbij het aandeel NOB-activiteit (uitgedrukt als % AOB-activiteit) en het aandeel aerob verlies bCZV (% bCZV-verwijdering). Omdat deze parameters niet in het onderzoek gemeten konden worden, werd hiervoor een schatting gemaakt. De potentiëleactiviteitstesten gaven aan dat in de vlokken, waar de meeste aerobe omzettingen plaatsvinden, de potentiële NOB-activiteit zo'n 21-63% van de potentiële AOB-activiteit bedroeg (Figuur 12). Er werd in het model initieel een worst-case gemiddelde van 50% gebruikt. Voor de aerobe bCZV-verliezen werd de gebruikelijk 20% in rekening gebracht (hoofdstuk 1.1.2). Het aandeel nitrietverwijdering door denitrificatie in de AMX-tank (% gedoseerde nitrietverwijdering) is wel gemeten en bedroeg 38±13% tijdens Periode 3 (hoofdstuk 3.4.3).

Een eerste berekening toonde dat tijdens Periode 3 een minimale AMX-bijdrage in de TN-verwijdering van 40% nodig was, met een totale *shortcut*-bijdrage van 76%, om de lozingseis te behalen (Figuur 23). De overige 24% werd via biomassa-aangroei (4%) en denitrificatie (20%) verwijderd. Dit kwam overeen met de huidige TN-verwijdering via denitrificatie van 21% in de denitrificatietank (hoofdstuk 3.5.2: de behaalde 27% bijdrage bij een TN-verwijderingsefficiëntie van 56% in Periode 3 werd hierbij gecorrigeerd tot 21% bij de beoogde efficiëntie van 71%, omdat er evenveel TN via denitrificatie zou zijn omgezet ten opzichte van een verhoogde algemene TN-verwijdering volgens het model).

Variaties op de NOB-activiteit en minimale aerobe bCZV-verliezen staan weergegeven in Tabel 12. Hieruit bleek dat logischerwijze het minimaal benodigd aandeel AMX-activiteit daalt met een afnemende NOB-activiteit en afnemende aerobe bCZV-verliezen. Dit omdat er hierbij enerzijds meer stikstof via de *shortcut* Nit/DNit verwijderd kan worden, wat bCZV-zuiniger is dan N/DN, en anderzijds meer bCZV beschikbaar is voor heterotrofe verwijdering van nitriet en nitraat. Bijgevolg neemt de fractie die volledig autotroof verwijderd moet worden via PN/A af omdat de aanwezige bCZV in het influent beter kan worden benut. Zo was bijvoorbeeld slechts minimaal 25% AMX-activiteit vereist indien er geen aerobe bCZV-verliezen zouden zijn bij een NOB-activiteit van 50%. Andersom dient bij hogere verliezen (20-30%) de NOB-activiteit voldoende laag te zijn (<83%) om de lozingseis te behalen, omdat er anders te veel nitraat accumuleert, wat nogmaals het belang van een goede selectieve NOB-onderdrukking benadrukt. Bijgevolg hebben zowel het optimaal gebruik van de in het influent aanwezige bCZV (preferentieel onder anoxische condities zoals in de denitrificatietank) als een optimale NOB-onderdrukking (bijvoorbeeld door de combinatie van de beluchtingscontrole, lage vlok SRT en een residuele ammoniumconcentratie) een enorme invloed op de minimaal vereiste bijdrage van AMX-activiteit. Op deze aspecten moet dus verder gefocust worden, naast het voorzien van voldoende AMX-capaciteit, om de beoogde lozingseis te behalen.

FIGUUR 23 GRAFISCHE WEERGAVE VAN BENODIGDE AMX-ACTIVITEIT (X-AS) EN DE BIJDRAGE VAN DE VERSCHILLENDE STIKSTOF-VERWIJDERINGSROUTES (Y-AS) OM DE LOZINGSEIS TE HALEN IN PERIODE 3 (INFLUENT BEVAT 35 MG N/L, BCZV/N-RATIO IS 1,6), BEREKEND OP BASIS VAN HET VEREENVOUDIGDE THEORETISCHE MODEL. DE NOB-ACTIVITEIT WERD VERONDERSTELD GELIJK TE ZIJN AAN 50% VAN DE AOB-ACTIVITEIT EN DE AEROBE BCZV-VERLIEZEN MINIMAAL 20%. DE GRIJZE ZONES GEVEN WEER WANNEER DE EFFLUENTSEIS NIET GEHAALD WORDT: WANNEER DE AMX-BIJDRAGE TE LAAG IS EN TE WEINIG BCZV BESCHIKBAAR IS OF WANNEER DE AMX-BIJDRAGE TE HOOG IS EN ER TE WEINIG NITRIET IS VOOR AMX VANWEGE DE COMPETITIE MET NOB EN DNIT



T



ABEL 12

MINIMALE BIJDRAGE VAN AMX-ACTIVITEIT (UITGEDRUKT ALS % TN-VERWIJDERING) VEREIST OM DE LOZINGSEIS IN PERIODE 3 TE BEHALEN, BEREKEND OP BASIS VAN HET THEORETISCHE MODEL BESCHREVEN IN HOOFDSTUK 3.6.2 EN FIGUUR 23, VOOR EEN VARIËRENDE NOB-ACTIVITEIT (% AOB-ACTIVITEIT) EN MINIMALE AEROBE BCZV-VERLIEZEN (% BCZV-VERWIJDERING). '/' GEEFT ONOPLOSBAAR OMSTANDIGHEDEN WEER VANWEGE OFWEL ONVOLDOENDE AANWEZIGHEID VAN BCZV OF ONVOLDOENDE NITRIET VOOR AMX VANWEGE DE COMPETITIE MET NOB EN DNIT

Min. aerobisch BCZV-verlies →	0%	10%	20%	30%	40%
<b>NOB-activiteit (% AOB) ↓</b>					
17%	10%	20%	30%	40%	50%
33%	15%	25%	35%	40%	50%
50%	25%	30%	40%	50%	60%
66%	30%	40%	45%	55%	/
83%	40%	45%	/	/	/

### 3.6.3 TUSSENTIJDSE CONCLUSIE

Tijdens Periode 3 werd een gemiddelde TN-effluentkwaliteit gehaald van 15,2±1,8 mg N/L.

- De ammoniumverwijdering bereikte waarden tot 70% en de TN-verwijdering fluctueerde tussen 45 en 56%.
- Volgens een vereenvoudigd, theoretisch model zou de AMX-bijdrage aan de TN-verwijdering in Periode 3 minimaal 40% moeten bedragen om bij dezelfde influentsamenstelling de lozingseis van 10 mg TN/L te halen.
- Een verbeterde selectieve NOB-onderdrukking en optimaal gebruik van inkomende bCZV helpt om de lozingseis te behalen omdat hierdoor de minimale bijdrage van AMX verlaagd volgens het model.

## 3.7 ALGEMENE DISCUSSIE

### 3.7.1 DISCUSSIE PILOT RESULTATEN

Door het toepassen van *shortcut*-stikstofverwijdering met Nit/DNit en in het bijzonder PN/A kan stikstofverwijdering energie- en koolstofzuiniger worden, wat essentieel is voor de transitie naar energiepositieve rioolwaterzuivering. Voor de implementatie van hoofdstroom PN/A (en ook Nit/DNit) is het selectief onderdrukken van NOB-activiteit en het stimuleren van AOB- en AMX-activiteit belangrijk.

NOB-activiteit in de MAS-pilot werd gedeeltelijk onderdrukt met een combinatie van de innovatieve beluchtingsregeling en strikte SRT-controle. De relatieve nitraatproductie bedroeg hierdoor gemiddeld 29±23% over de volledige onderzoeksperiode waarbij occasioneel nitrietaccumulatie werd vastgesteld tot zelfs 3,65 mg NO<sub>2</sub>-N/L (Figuur 13 en Figuur 10). Bovendien werd ook selectieve uitspoeling van NOB vastgesteld, met een potentiële AOB/NOB-activiteitsratio in het vlokkige slib van meer dan 4 (Figuur 12). Afwisselende beluchting, in plaats van een afwisselend hoog en laag DO-setpoint, in combinatie met een hoog DO-setpoint bleek hiervoor het meest effectief te zijn.

Voor beide beluchtingsstrategieën bestaan verschillende labschaalstudies waarmee goede resultaten behaald werden (bv. Laurenzi et al. (2016) en Kornaros et al. (2010)). Studies waarbij beide strategieën werden uitgetest zijn echter zeldzaam (Miao et al., 2016). Daarenboven wordt de optimale beluchtingsstrategie ook beïnvloed door o.a. de reactorconfiguratie, slibtype en operationele condities (Agrawal et al., 2018). Bijgevolg is het een belangrijke vaststelling dat onder de omstandigheden in het MAS-onderzoek afwisselende beluchting het beste resultaat gaf op vlak van NOB-onderdrukking t.o.v. AOB-activiteit. Dat een hoger DO-setpoint in combinatie met afwisselende beluchting resulteerde in een betere, selectieve NOB-onderdrukking ten opzichte van een lager DO-setpoint, was in overeenstemming met de bevindingen van Bao

et al. (2017) in een nitritatie-experiment op labschaal. Zij observeerden dat na het verlagen van het DO-setpoint van  $1,8 \pm 0,3$  naar  $0,3 \pm 0,14$  mg  $O_2/L$ , de selectieve NOB-onderdrukking sterk achteruitging.

Met de trilzeef werd succesvol een differentiële SRT-controle uitgevoerd: de SRT van granulen (waar de AMX-activiteit zich bevond) en van vlokkig slib (waar voornamelijk de AOB- en NOB-activiteit zat) werden op deze manier ontkoppeld. Een kritische SRT voor vlokkig slib droeg bij aan de NOB-onderdrukking. De SRT van de granulaire fracties was met een gemiddelde SRT van  $104 \pm 91$  en  $260 \pm 537$  dagen voor respectievelijk de middelgrote en grote fractie significant groter dan de beoogde 70 dagen die nodig is voor AMX bij  $15^\circ C$  (Laureni et al., 2016).

AMX-activiteit werd in-situ aangetoond in de AMX-tank, met een gemiddelde activiteit van  $95 \pm 44$  g  $NH_4^+-N/d$  of omgerekend  $212 \pm 98$  g TN/d (Figuur 19) tijdens Periode 3. De data van CZV- en N-verwijdering bevestigden bovendien het vermoeden dat *shortcut*-stikstofverwijdering aanwezig was in de AAT (denitritatie en AMX) (Tabel 10). Bovendien werd de granulaire fractie alsook de AMX-activiteit over het algemeen goed behouden in de MAS-pilot (Figuur 17 en Figuur 18).

Op de NOB-onderdrukking werd geen temperatuureffect vastgesteld: zowel in de zomer- als wintermaanden werden soortgelijke resultaten (bv. relatieve nitraatproductie) gerapporteerd. Uit de AMX-activiteit in de AMX-tank is geen eenduidig effect af te leiden, maar over het algemeen daalde de AMX-activiteit minder snel dan op basis van de literatuur werd verwacht (Tomaszewski et al., 2017). De performantie daarentegen was tijdens de zomermaanden (bv. Periode 3) wel aanzienlijk beter, wat bevestigt dat een hogere temperatuur gunstiger is voor een PN/A-systeem vanwege de verhoogde AMX-activiteit. Dit werd ook opgemerkt in de AMX-tank waar nitriet limiterend werd als nutriënt in de zomerperiode en niet in de winterperiode.

Het in gebruik nemen van de unieke AMX-tank als AMX-tank is succesvol aangezien voor lange periodes duidelijk meetbare AMX-activiteit vastgesteld kon worden. Ten opzichte van voorgaande onderzoeken binnen deze technologie, was de behoefte van inoculatie minder noodzakelijk en voornamelijk toe te schrijven aan calamiteiten via het influent of technisch falen van de pilot installatie.

Het concept van de AMX-tank sluit bovendien het regelmatig enten van AMX-granulen uit. Dit was een bewuste keuze, omdat vermoed werd dat het aangroeien van aan hoofdstroom condities aangepaste AMX-granulen effectiever zou zijn dan het regelmatig toevoegen van aan zijstroom aangepaste granulen. De matige effectiviteit van de entingen vanuit een zijstroom-reactor werden vastgesteld in dit onderzoek. De toename in granulaire concentratie en AMX-activiteit was bijna altijd lager wat verwacht werd vanuit de activiteit van de zijstroom-reactor. Bovendien werd bijna elke keer een snelle afname vastgesteld van diezelfde parameters na een enting (Hoofdstuk 3.4). Dit alles in tegenstelling tot de goede AMX-activiteit die behaald werd in de AMX-tank.

### 3.7.2 MOGELIJKE LIMITATIES EN BEOOGDE VERBETERINGEN TECHNOLOGIE

De gewenste stikstofeffluentkwaliteit van maximaal 10 mg N/L werd niet bereikt. Voornamelijk het residuele ammonium gehalte was te hoog. In Periode 3 werden de beste prestaties behaald, met een gemiddelde TN-verwijderingsefficiëntie van  $56 \pm 5\%$  en een effluentconcentratie van  $15,2 \pm 1,8$  mg TN/L (Figuur 22). Hiervoor zijn twee mogelijke hoofdverklaringen: ofwel is de onderdrukking van NOB onvoldoende, ofwel is de expressie van AMX-activiteit onvoldoende

ofwel is het een combinatie van beide. Binnen de MAS-pilot kon wel afzonderlijk worden aangetoond dat beide punten tot een bepaalde mate succesvol onder controle gehouden werden (zie voorheen), maar mogelijk onvoldoende om aan de kwaliteitseisen te voldoen. Wat betreft beperkte expressie van AMX-activiteit werd in Periode 1 & 2 hoge residuele  $\text{NO}_2$  concentraties in het effluent gemeten ( $> 1 \text{ mg NO}_2/\text{L}$ ), wat een indicatie geeft dat AMX deze periodes onvoldoende actief was in de AAT. In Periode 2 leek dit voornamelijk vanwege de lage AMX-capaciteit te zijn (lage potentiële activiteit & granulaire TSS-concentratie), maar in Periode 1 was dit niet het geval (voldoende potentiële activiteit meetbaar). Buiten aanwezigheid van AMX ligt mogelijk een andere oorzaak aan de basis van de beperkte expressie zoals bijvoorbeeld inhibitie van AMX door de diffusie van zuurstof in de granulen. Dit speelt mogelijk in de AAT waardoor ze daar te weinig actief waren en de competitie over  $\text{NO}_2^-$  verloren aan de NOB (en mogelijk HB voor denitrificatie). Een andere mogelijkheid tot beperkte expressie is de competitie met NOB in de granulen zelf, waardoor nitriet niet tot bij de AMX in de granule diffundeert. In dit onderzoek werd duidelijk vastgesteld dat NOB-activiteit in de granulen behouden bleef met een AOB/NOB ratio die maar net boven 1 zat. Het is dus aannemelijk dat dit mechanisme een gedeeltelijke rol gespeeld heeft in de beperkte expressie. Onderdrukking van NOB-activiteit bleek binnen de pilot succesvol toepasbaar op de vlokkenfractie, hoewel NOB-activiteit niet volledig verdween. De SRT moet strikt worden gehouden om NOB aangroei in de vlokke fractie te vermijden, wat echter effect heeft op de AOB aangroei. Tijdens de zomermaanden was de AOB-capaciteit mogelijk onvoldoende door de strenge SRT-controle. Het is duidelijk dat de SRT-controle nauwgezet moet opgelegd worden en aandacht vraagt. Om de AOB/NOB-balans stabiel te houden is automatisering van de spuihoeveelheid op basis van een automatische berekening die verschillende parameters in rekening brengt noodzakelijk. Binnen het onderzoek werd deze automatisering voorbereid en lijkt mogelijk. Wat betreft selectieve onderdrukking van NOB-activiteit in de granulen is binnen het onderzoek geen sluitend mechanisme gevonden. Het is ook niet duidelijk in welke mate die aanwezigheid problematisch is voor de werking van het concept maar het lijkt vanzelfsprekend dat vervolgonderzoek hier aandacht aan moet besteden.

In hoofdstuk 3.6.2 werd een schatting gemaakt van het minimaal benodigd aandeel AMX-activiteit, en *shortcut*-stikstofverwijdering in bredere zin, om de vooropgestelde lozingseis van  $10 \text{ mg N/L}$  in Periode 3 te behalen. Indien de NOB-activiteit 50% van de AOB-activiteit en de aerobe bCZV-verliezen 20% zouden bedragen, een realistische aanname, was er een minimale bijdrage van 40% AMX-activiteit in de totale TN-verwijdering vereist (Figuur 23).

Deze beoogde AMX-bijdrage van 40% komt overeen met een volumetrische AMX-activiteit van  $31 \text{ mg N/L/d}$ , berekend op basis van de volumetrische TN-belasting in Periode 3 ( $110 \pm 11 \text{ mg N/L/d}$ ) en de beoogde minimale TN-verwijderingsefficiëntie (71%) om de lozingseis te behalen ( $10 \text{ mg N/L}$ ). Het kwantificeren van de reeds aanwezige AMX-bijdrage in de gehele pilot was moeilijk, maar in de AMX-tank kon de totale activiteit van AMX wel worden vastgesteld en gekwantificeerd op  $185 \pm 78 \text{ g TN/d}$  of  $14 \pm 6 \text{ mg TN/L/d}$  ten opzichte van het totale pilot-volume (hoofdstuk 3.4.33.4.3). Bijgevolg werd er in louter de AMX-tank reeds voldaan aan 45% van de theoretisch vereiste AMX-activiteit. De resterende AMX-activiteit zal voornamelijk in andere tanks verkregen moeten worden.

De potentiële of maximaal aanwezige AMX-activiteit in dezelfde periode in de ganse pilot bedroeg gemiddeld  $154 \pm 97 \text{ mg TN/L/d}$  bij  $20\text{-}24^\circ\text{C}$ , berekend op basis van de gemiddelde potentiële AMX-activiteit (Figuur 18), concentratie aan granulen (Figuur 17), VSS/TSS-ratio (gemiddeld  $86 \pm 7\%$  en  $93 \pm 6\%$  voor middelgrote en grote granulen) en de AMX-stoichiometrie (Hoofdstuk 1.1.2). Bijgevolg bedroeg de vereiste bijdrage van AMX-activiteit om de lozingseis te halen (op basis van het eenvoudige, theoretische model) slechts 20% van de maximale,

potentiële activiteit in de pilot tijdens diezelfde periode. Ook bij wintercondities (10°C) was er voldoende potentiële activiteit aanwezig bij een aangenomen activiteitsverlies van 10%/°C, namelijk 49±31 mg TN/L/d. Met de MAS-technologie werd bijgevolg voldoende potentiële AMX-activiteit behouden, zowel in zomer- als winteromstandigheden, maar de condities waarbij deze activiteit ook effectief tot expressie komen in het systeem dienen verder te worden onderzocht en geoptimaliseerd.

Naast het vergroten van het minimale aandeel AMX-activiteit zou ook de NOB-activiteit verder verlaagd kunnen worden of de aerobe bCZV-verliezen worden beperkt, waardoor minder AMX-activiteit vereist zou zijn (Tabel 12). Het verder optimaliseren van de beluchtingsinstellingen en finetunen van de SRT-controle, en het automatiseren van de retourstromen in de denitrificatietank om de efficiëntie te maximaliseren, kunnen hierbij helpen.

### 3.7.3 ENERGIEBALANS

Op basis van de resultaten behaald in de pilot werd een energiebalans opgesteld om de mogelijke energiebesparingen met de MAS-reactor in kaart te brengen.

Het MAS-concept werd geretrofit in de bestaande installatie van Nieuwveer. De procesparameters die werden gebruikt voor het MAS-concept zijn vastgesteld op basis van de behaalde pilotresultaten in de zomerperiode van 2019.

#### 3.7.3.1 UITGANGSPUNTEN

De influentkwaliteit wordt samengevat in Tabel 13 en betreft de gemiddelde influentkwaliteit van het afvalwater dat Nieuwveer in 2016 heeft ontvangen.

TABEL 13

GEMIDDELTE INFLUENTKwalITEIT EN DEBIET NIEUWVEER (DATA 2016)

Parameter	Waarde
Q (m <sup>3</sup> /d)	77 571
COD (mg/L)	452
N (mg/L)	43
P (mg/L)	5,9

- Elk ontwerp werd doorgerekend naar een TN-effluentkwaliteit = 10 mg/L.
- Aangenomen werd dat de MAS-reactor een effluentkwaliteit van 15 mg/L kan behalen. De overige 5 mg/L wordt verwijderd via de conventionele DNT/NT-route. De consequentie hiervan is dat de effluentrecirculatie niet volledig wegvalt, maar wel significant lager wordt in het MAS-concept. Alternatief is een nabehandeling op het effluent maar door de retrofit van RWZI Nieuwveer is dit minder interessant.
- De bedrijfsvoering van de zijstroomreactor wordt aangepast naar een partiëlnitritatie-reactor. De hoeveelheid die omgezet wordt naar nitriet wordt beperkt door de aanwezige alkaliniteit in het centraat en komt uit op 65%. Alkaliniteit wordt niet toegevoegd. Wel wordt effluent van de A-trap toegevoegd als verdunning om nitriettoxiciteit te vermijden.
- Aangenomen werd dat het extra verkregen primair slib door optimalisatie van de A-trap kan worden verwerkt in de mesofiele gisting van Nieuwveer. Het extra centraat dat hierdoor wordt geproduceerd wordt verwerkt in de huidige zijstroomreactor die bedreven wordt als een partiëlnitritatiereactor (zie 2.1.4. AMX-tank).
- Voor de energiebalans wordt de biogasproductie, de benodigde effluent recirculatie, de beluchting in de B-trap en de benodigde menging opgenomen.

### 3.7.3.2 ENERGIEBALANS

#### Extra biogasproductie

De CZV benodigd voor denitrificatie (in zowel de B-trap maar ook in de A-trap) neemt af wanneer de B-trap wordt vervangen door de MAS. Daarnaast neem de hydraulische belasting van de A-trap af door de verlaagde effluentrecirculatie. Hierdoor kan dagelijks 5.300 kg extra CZV worden afgevangen. Daarnaast wordt minder secundair slib (2.100 kg CZV) geproduceerd door de lagere CZV-belasting en de lage yield van AMX-bacteriën. Aangenomen wordt dat het primair slib een rendement heeft van 60% en het secundaire slib een rendement van 37%. Dit betekent dat 2.403 kg CZV per dag extra wordt afgebroken wanneer de MAS wordt gebruikt. Zo wordt per dag 1.529 Nm<sup>3</sup> biogas extra geproduceerd (55% methaan). Dit geeft 140 kWe en 147 kWth extra (efficiëntie WKK 40% elektrisch en 42% thermisch). Op jaarbasis betekent dit dat er 1.2 GWh minder moet worden ingekocht door Nieuwveer.

TABEL 14

CZV-BALANS A-TRAP/MAS-SYSTEEM T.O.V. HUIDIGE SITUATIE

Parameter	Waarde	Afbraak%	CZV-afbraak
Extra CZV-afvang A-trap (kg/d)	5.300	60%	3.180
Verminderde slibproductie B-trap (kg/d)	-2.100	37%	-777
Totaal			2.403

#### Beluchtingsenergie

Door gebruik te maken van *shortcut*-stikstofverwijdering via denitritatie en anammox, wordt de CZV-vraag in de biologie verlaagd. Hierdoor wordt bespaard op de oxidatie naar nitraat. Op basis van de pilotresultaten werd een inschatting gemaakt van de verwijderingsroute in de MAS-pilot. Berekend is dat 20% wordt verwijderd via denitritatie (totaal AAT + anox2) en 25% door AMX (totaal AAT + anox2). Dit zorgt ervoor dat 24% minder beluchtingsenergie nodig is dan met de huidige B-trap. Het elektriciteitsverbruik voor beluchting was in 2016 op Nieuwveer 6,5 GWh per jaar. 25% besparing komt dan overeen met 1,6 GWh. Dit betekent dat het energieverbruik 4,9 GWh per jaar wordt.

#### Effluentrecirculatie

De effluentrecirculatie kan worden teruggeschroefd van 79.000 m<sup>3</sup>/d (Data 2016) naar 39.000 m<sup>3</sup>/d omdat minder verdunning nodig is om de effluenteisen te behalen. De besparing door het verlagen van de effluentretour wordt geschat op 0,5 GWh per jaar.

#### Trilzeef en Mengers

Aan de MAS-installatie moeten een tril- of trommelzeef en mengers worden toegevoegd. Berekend werd dat de mengers naar schatting 65 MWh/jaar opnemen en de trilzeef een energieverbruik heeft van 315 MWh/jaar.

### 3.7.3.3 SAMENVATTING

De energiebalans wordt in de Tabel hieronder samengevat.

TABEL 15

SAMENVATTING ENERGIEBALANS

Parameter	Waarde (kWh)
Elektriciteit door extra biogasproductie	1 224 000
Beluchtingsenergiebesparing	1 600 000
Effluent retour besparing	500 000
Elektriciteit voor menging en trilzeef	- 315 000
<b>Totaal</b>	<b>3 009 000</b>

Door het toepassen van de MAS-technologie met de huidige prestaties in voorliggend onderzoek is jaarlijks 3,0 GWh minder nodig. Dit bevestigt het vermoeden dat de energiebalans van Nieuwveer verbetert indien het MAS-concept wordt geïmplementeerd. Indien wordt aangenomen dat een gemiddeld 2-persoon huishouden in Nederland jaarlijks 2700 kWh aan elektriciteit verbruikt (gaslicht) dan kunnen 1097 extra 2-persoons huishoudens van elektriciteit worden voorzien. Een gemiddeld 4-persoons huishouden verbruikt 3500 kWh, er kunnen 860 extra 4-persoons huishoudens van elektriciteit worden voorzien.

#### 3.7.4 N<sub>2</sub>O-EMISSIES

Een verhoogde emissie van lachgas (N<sub>2</sub>O) met deze nieuwe technologie zou de ecologische voordelen ongedaan kunnen maken gezien N<sub>2</sub>O een 265 keer sterker broeikasgas is dan koolstofdioxide (Ravishankara et al., 2009). Het kan gevormd worden tijdens verschillende nitrificerende en denitrificerende reacties, in het bijzonder door AOB en heterotrofe bacteriën, waardoor N<sub>2</sub>O emissies niet uitgesloten zijn op RWZI's. Meetcampagnes zijn schaars, maar volgens de IPCC-richtlijnen (2019) emitteert een conventionele RWZI gemiddeld 1,6% van de N-vracht als N<sub>2</sub>O. De voornaamste factoren die de emissie van N<sub>2</sub>O verhogen zijn de combinatie van nitrietaccumulatie en sterke beluchting (Peng et al., 2014).

De uitstoot van N<sub>2</sub>O werd niet gemonitord tijdens het MAS-onderzoek maar wordt verwacht gelijkaardig te zijn aan conventionele nitrificatie/denitrificatie omwille van volgende redenen. Allereerst treedt er geen accumulatie van nitriet op in de beluchte tank. Daarnaast is geen beluchting aanwezig in tanks met verhoogde nitrietconcentraties (AMX-tank). Tot slot wordt geen N<sub>2</sub>O geproduceerd tijdens de AMX-reactie in tegenstelling tot denitrificatie (Massara et al., 2017). Enige uitzondering hierop is de partiële nitritatie tank die in de full-scale toepassing de plaats van het huidige zijstroom PN/A-systeem (DEMON) zal innemen voor de productie van het ammonium/nitriet mengsel als voeding voor de AMX-tank. Hier zal namelijk wel een hoge nitrietconcentratie in combinatie met beluchting aanwezig zijn en bijgevolg potentiële N<sub>2</sub>O-emissie. De compacte reactor met hoge omzettingssnelheden is echter eenvoudig te overkappen, waardoor gasemissies opgevangen en behandeld kunnen worden om N<sub>2</sub>O uitstoot te mitigeren. In een eventueel vervolgonderzoek met de MAS-technologie is het wel belangrijk om de lachgasemissies te kwantificeren om deze vermoedens te bevestigen en ze te vergelijken met de huidige B-trap van RWZI Nieuwveer.

### 3.8 CONCLUSIES EN AANBEVELINGEN

De toepassing van *shortcut*-stikstofverwijdering via o.a. partiële nitritatie/anammox (PN/A) op de hoofdstroom van een RWZI is een essentiële stap in de transitie naar energiepositieve RWZI's. De vereiste controlestrategieën om een optimale microbiële balans te verkrijgen werden in het *Mainstream Shortcut* (MAS)-project ontwikkeld met als doel het behalen van koolstof- en energiezuinige verwijdering van stikstof uit rioolwater.

#### 3.8.1 SUCCESSEN

- Met de innovatieve beluchtingscontrole werd een gedeeltelijke NOB-onderdrukking bereikt. Alternierende beluchting met een relatief hoog DO-setpoint was hierbij het meest effectief.
- In combinatie met de strikte SRT-controle van vlokkig slib werden NOB selectief verwijderd uit de vlokkige fractie, met een potentiële AOB/NOB-activiteitsratio groter dan 4 tot gevolg.
- De differentiële SRT-controle d.m.v. een trilzeef was succesvol, met een granulaire SRT die gemiddeld minstens 7 keer groter was dan de vlokkige SRT.

- Een voldoende hoge granulaire SRT kon worden bereikt die de beoogde minimale SRT van 70 dagen ruim overschreed.
- Het behoud van zowel de granulen als de potentiële AMX-activiteit over lang tijd werd aangetoond.
- AMX-activiteit in de pilot is vastgesteld: een hoge activiteit in de AMX-tank en ook in de AAT waren indicaties voor AMX-activiteit.
- In de pilot werd stikstof op hybride wijze verwijderd via anammox, denitrificatie conventionele denitrificatie.
- Het gebruik van de unieke AMX-tank om AMX-activiteit te promoten, in plaats van het continu bij-enten van AMX-rijk slib uit de zijstroom PN/A-reactor, was op basis van de verkregen resultaten de meest succesvolle toepassing op het warme en N-rijke zijstroomwater.
- De MAS-pilot slaagde erin om op een CZV-zuinige wijze stikstof te verwijderen, met een gemiddelde CZV/N-ratio van  $2,4 \pm 1,6$ , bijna driemaal lager dan de conventionele B-trap. Hierdoor wordt meer CZV afgevangen waaruit meer biogas kan worden geproduceerd.
- Wanneer de MAS-technologie met huidige prestaties full-scale op RWZI Nieuwveer toegepast wordt, daalt de elektriciteitsconsumptie van RWZI Nieuwveer jaarlijks met ongeveer 3 GWh. Dit komt overeen met de elektriciteitsconsumptie van 860 4-persoonshuishoudens.

### 3.8.2 UITDAGINGEN

De wettelijk vereiste effluentstikstofconcentratie kleiner dan of gelijk aan 10 mg/L werd nog niet gehaald. Tijdens de beste periode, Periode 3, werd een gemiddelde effluentstikstofconcentratie van  $15,2 \pm 1,8$  mg TN/L verwezenlijkt. Om de effluenteisen te halen zal er voornamelijk een verhoogde AMX-activiteit in de AAT verkregen moeten worden, ten koste van NOB-activiteit. Op basis van het vereenvoudigde theoretische model was een algemene AMX-bijdrage van 40% nodig. Die potentiële activiteit was reeds aanwezig in de pilot maar werd nog niet volledig benut.

Desondanks kon het pilotonderzoek met de beperkte omzetting via AMX wél al een aanzienlijke energiebesparing aantonen bij *full-scale* implementatie waarbij weliswaar effluentscirculatie deels benodigd blijft om de lozingseisen te behalen.

### 3.8.3 AANBEVELINGEN

Verdere optimalisaties aan de MAS-technologie en de gebruikte controlestrategieën, de algemene robuustheid, en/of de exacte implementatie van de MAS-technologie in een RWZI zijn vereist om toepasbaar te zijn in een RWZI en om de vooropgestelde lozingseis van 10 mg TN/L te behalen.

Een verhoogde TN-verwijdering via AMX zal de effluentkwaliteit verbeteren, en kan op verschillende manieren worden behaald. Ten eerste is de aanwezigheid van voldoende potentiële AMX-activiteit hiervoor essentieel, wat voor het merendeel van de periodes reeds gegarandeerd werd. Daarenboven moest deze activiteit ook effectief tot expressie komen in de pilot. Vooral over de expressie van voldoende AMX-activiteit in de alternerende AAT waren nog twijfels. Hiervoor zijn enkele mogelijkheden: sterke competitie met NOB (en denitrificatie) voor nitriet, onvoldoende nitrietproductie door AOB en inhibitie van AMX-activiteit door bijvoorbeeld de beluchtingscontrole.

Vanwege de aangetoonde selectieve NOB-onderdrukking is de competitie tussen AMX en NOB geen kritiek probleem, hoewel een verbeterde NOB-onderdrukking meer kansen voor AMX creëert en bovendien het behalen van de lozingseis vergemakkelijkt zoals werd aangetoond in het eerder beschreven theoretisch model. Verbeterde onderdrukking van NOB-activiteit kan bovendien ook leiden tot een verhoogde TN-verwijdering via de *shortcut* Nit/DNit indien er nog bCZV aanwezig is. De productie van voldoende nitriet door AOB is gekoppeld aan de selectieve NOB-onderdrukking omdat het merendeel van de toegepaste controlestrategieën (bv. afwisselende beluchting en korte SRT) ook de AOB-activiteit kunnen verlagen. Bijgevolg moet steeds een goede afweging worden gemaakt tussen verbeterde NOB-onderdrukking en voldoende AOB-activiteit. Daarnaast kan de beluchtingscontrole potentieel ook inhiberend werken op AMX omdat deze enkel actief is onder lokaal anoxische condities. Bijkomend onderzoek is nodig om deze potentiële inhibitie te kwantificeren en te vervolgens te minimaliseren door het verder optimaliseren van de beluchtingscontrole. Tot slot kan de AMX-activiteit in de AMX-tank potentieel verhoogd worden door de introductie van bCZV te minimaliseren waardoor minder van het toegevoegde nitriet verloren gaat via denitrificatie in deze tank. Dit kan door deze tank te voeden met effluent in plaats van uit de alternerende aëratietank, zoals in de *full-scale* toepassing werd beoogd. De uitgespaarde bCZV kan vervolgens in andere tank beter worden benut.

De TN-verwijdering kan bovendien ook verder verhoogd worden door het beperken van de aerobe bCZV-verliezen zodat er meer heterotrofe verwijdering van TN kan optreden. Dit kan door bijvoorbeeld het gebruik van de denitrificatietank verder te optimaliseren.

Zelfs indien bovengenoemde optimalisatie niet succesvol zijn kan de MAS-technologie alsnog toegepast worden in een RWZI door een deel van de reeds aanwezige effluent-recirculatie op RWZI Nieuwveer te behouden om zo het overschot aan nitraat ( $\sim 5$  mg N/L) te verwijderen. De algemene energiebalans wordt hierdoor lichtjes minder voordelig, hoewel er nog steeds een aantoonbare besparing van 3 Gwh overblijft bij het gebruik van de MAS-technologie met de huidige prestaties.

Voordat de MAS-technologie kan worden toegepast op grote schaal dienen er echter enkele opschalingsoefeningen en verbetering/verifiëring van de robuustheid te worden onderzocht:

- Ten eerste zijn er enkele reeds voorziene aanpassingen die dienen te worden geïmplementeerd om de robuustheid verder te verhogen, zoals de automatisatie van het spuiprogramma, de trilzeef en de interne recirculatie naar de denitrificatietank om de efficiëntie verder te verhogen.
- Ten tweede dient het effect van een variërend influentdebiet, als gevolg van tegen- en droogweeraanvoer, getest te worden. In dit onderzoek werden namelijk enkel de variaties in influentconcentratie meegenomen.
- Ten derde kon in het onderzoek de invloed van temperatuur op de performantie onvoldoende onderzocht en geëvalueerd worden. Een aantal resultaten toonde een temperatuurinvloed die lager uitvalt dan wat theoretisch verwacht werd, een aantal resultaten toonde een zo goed als afwezig temperatuurseffect, maar dit moet verder worden geverifieerd.
- Tot slot volgt een demonstratie van de technologie op grote schaal door deze bijvoorbeeld te implementeren op een straat van de B-trap in RWZI Nieuwveer.



Deze hoofdstroomanammoxtechnologie is vooralsnog niet marktklaar volgens het Waterschap Brabantse Delta. De Universiteit Antwerpen zal samen met Colsen de komende jaren de toepassingen van AMX en andere schot-cut stikstofverwijderingen bij hoofdstroomcondities blijven bestuderen om de resterende kennislücken op te vullen. De verwachting is dat in de nabije toekomst de efficiëntie van het proces zodanig verbeterd wordt opdat het commercieel kan worden toegepast nadat vorig aangehaalde punten verbeterd werden.

## 4

## BIBLIOGRAFIE

- Agrawal, S., Seuntjens, D., De Cocker, P., Lackner, S., Vlaeminck, S.E. 2018. Success of mainstream partial nitritation/anammox demands integration of engineering, microbiome and modeling insights. *Current Opinion in Biotechnology*, **50**, 214-221.
- Alloul, A., Ganigue, R., Spiller, M., Meerburg, F., Cagnetta, C., Rabaey, K., Vlaeminck, S.E. 2018. Capture-Ferment-Upgrade: A Three-Step Approach for the Valorization of Sewage Organics as Commodities. *Environmental Science & Technology*, **52**(12), 6729-6742.
- Bao, P., Wang, S.Y., Ma, B., Zhang, Q., Peng, Y.Z. 2017. Achieving partial nitrification by inhibiting the activity of Nitrospira-like bacteria under high-DO conditions in an intermittent aeration reactor. *Journal of Environmental Sciences*, **56**, 71-78.
- Cao, Y., Kwok, B., Yong, W., Chua, S., Wah, Y., Yahya, A. 2013. The main stream autotrophic nitrogen removal in the largest full scale activated sludge process in Singapore: process analysis. *Proceedings of WEF/IWA Nutrient Removal and Recovery 2013: Trends in Resource Recovery and Use*, 28-31.
- Fux, C., Lange, K., Faessler, A., Huber, P., Grueniger, B., Siegrist, H. 2003. Nitrogen removal from digester supernatant via nitrite - SBR or SHARON? *Water Science and Technology*, **48**(8), 9-18.
- Gilbert, E.M., Agrawal, S., Brunner, F., Schwartz, T., Horn, H., Lackner, S. 2014. Response of Different Nitrospira Species To Anoxic Periods Depends on Operational DO. *Environmental Science & Technology*, **48**(5), 2934-2941.
- Gustavsson, D.J.L., Suarez, C., Wilen, B.M., Hermansson, M., Persson, F. 2020. Long-term stability of partial nitritation-anammox for treatment of municipal wastewater in a moving bed biofilm reactor pilot system. *Science of the Total Environment*, **714**, 13.
- Han, M., Vlaeminck, S.E., Al-Omari, A., Wett, B., Bott, C., Murthy, S., De Clippeleir, H. 2016. Uncoupling the solids retention times of flocs and granules in mainstream deammonification: A screen as effective out-selection tool for nitrite oxidizing bacteria. *Bioresour. Technology*, **221**, 195-204.
- Hoekstra, M., Geilvoet, S.P., Hendrickx, T.L.G., Kip, C., Kleerebezem, R., van Loosdrecht, M.C.M. 2019. Towards mainstream anammox: lessons learned from pilot-scale research at WWTP Dokhaven. *Environmental Technology*, **40**(13), 1721-1733.
- Kamp, A., Ottosen, L.D.M., Thogersen, N.B., Revsbech, N.P., Thamdrup, B., Andersen, M.H. 2019. Anammox and partial nitritation in the mainstream of a wastewater treatment plant in a temperate region (Denmark). *Water Science and Technology*, **79**(7), 1397-1405.
- Kornaros, M., Dokianakis, S.N., Lyberatos, G. 2010. Partial Nitrification/Denitrification Can Be Attributed to the Slow Response of Nitrite Oxidizing Bacteria to Periodic Anoxic Disturbances. *Environmental Science & Technology*, **44**(19), 7245-7253.

- Lackner, S., Gilbert, E.M., Vlaeminck, S.E., Joss, A., Horn, H., van Loosdrecht, M.C.M. 2014. Full-scale partial nitrification/anammox experiences - An application survey. *Water Research*, **55**, 292-303.
- Laureni, M., Falas, P., Robin, O., Wick, A., Weissbrodt, D.G., Nielsen, J.L., Ternes, T.A., Morgenroth, E., Joss, A. 2016. Mainstream partial nitrification and anammox: long-term process stability and effluent quality at low temperatures. *Water Research*, **101**, 628-639.
- Lemaire, R., Zhao, H., Thomson, C., Christensson, M., Piveteau, S., Hemmingsen, S., Veuillet, F., Zozor, P., Ochoa, J. 2014. Mainstream deammonification with ANITA™ Mox process. *Proceedings of the Water Environment Federation*, **2014(6)**, 2183-2197.
- Liu, W., Chen, W., Yang, D., Shen, Y. 2019. Functional and compositional characteristics of nitrifiers reveal the failure of achieving mainstream nitrification under limited oxygen or ammonia conditions. *Bioresour. Technol.*, **275**, 272-279.
- Lotti, T., Kleerebezem, R., Hu, Z., Kartal, B., de Kreuk, M.K., Kip, C.V.T., Kruit, J., Hendrickx, T.L.G., van Loosdrecht, M.C.M. 2015. Pilot-scale evaluation of anammox-based mainstream nitrogen removal from municipal wastewater. *Environmental Technology*, **36(9)**, 1167-1177.
- Lotti, T., Kleerebezem, R., Lubello, C., van Loosdrecht, M.C.M. 2014. Physiological and kinetic characterization of a suspended cell anammox culture. *Water Research*, **60**, 1-14.
- Massara, T.M., Malamis, S., Guisasola, A., Baeza, J.A., Noutsopoulos, C., Katsou, E. 2017. A review on nitrous oxide (N<sub>2</sub>O) emissions during biological nutrient removal from municipal wastewater and sludge reject water. *Science of the Total Environment*, **596**, 106-123.
- Miao, Y.Y., Zhang, L., Yang, Y.D., Peng, Y.Z., Li, B.K., Wang, S.Y., Zhang, Q. 2016. Start-up of single-stage partial nitrification-anammox process treating low-strength swage and its restoration from nitrate accumulation. *Bioresour. Technol.*, **218**, 771-779.
- Park, H.D., Noguera, D.R. 2007. Characterization of two ammonia-oxidizing bacteria isolated from reactors operated with low dissolved oxygen concentrations. *Journal of Applied Microbiology*, **102(5)**, 1401-1417.
- Pedrouso, A., Aiertza, I., Morales, N., Vazquez-Padin, J.R., Rogalla, F., Campos, J.L., Mosquera-Corral, A., del Rio, A.V. 2018. Pilot-scale ELAN (R) process applied to treat primary settled urban wastewater at low temperature via partial nitrification-anammox processes. *Separation and Purification Technology*, **200**, 94-101.
- Peng, L., Ni, B.J., Erler, D., Ye, L., Yuan, Z.G. 2014. The effect of dissolved oxygen on N<sub>2</sub>O production by ammonia-oxidizing bacteria in an enriched nitrifying sludge. *Water Research*, **66**, 12-21.
- Ravishankara, A.R., Daniel, J.S., Portmann, R.W. 2009. Nitrous Oxide (N<sub>2</sub>O): The Dominant Ozone-Depleting Substance Emitted in the 21st Century. *Science*, **326(5949)**, 123-125.
- Seuntjens, D. 2018. Mechanistic insights and operational strategies for mainstream partial nitrification/anammox, Ghent University.
- Seuntjens, D., Arroyo, J.M.C., Van Tendeloo, M., Chatzigiannidou, I., Molina, J., Nop, S., Boon, N., Vlaeminck, S.E. 2020. Mainstream partial nitrification/anammox with integrated fixed-film activated sludge: Combined aeration and floc retention time control strategies limit nitrate production. *Bioresour. Technol.*, **314**, 10.

- Seuntjens, D., Bundervoet, B.L.M., Mollen, H., De Mulder, C., Wypkema, E., Verliefde, A., Nopens, I., Colsen, J.G.M., Vlaeminck, S.E. 2016. Energy efficient treatment of A-stage effluent: pilot-scale experiences with *shortcut* nitrogen removal. *Water Science and Technology*, **73**(9), 2150-2158.
- Seuntjens, D., Carvajal-Arroyo, J.M., Ruopp, M., Bunse, P., De Mulder, C.P., Lochmatter, S., Agrawal, S., Boon, N., Lackner, S., Vlaeminck, S.E. 2018. High-resolution mapping and modeling of anammox recovery from recurrent oxygen exposure. *Water Research*, **144**, 522-531.
- Siegrist, H., Salzgeber, D., Eugster, J., Joss, A. 2008. Anammox brings WWTP closer to energy autarky due to increased biogas production and reduced aeration energy for N-removal. *Water Science and Technology*, **57**(3), 383-388.
- Strous, M., Heijnen, J.J., Kuenen, J.G., Jetten, M.S.M. 1998. The sequencing batch reactor as a powerful tool for the study of slowly growing anaerobic ammonium-oxidizing microorganisms. *Applied Microbiology and Biotechnology*, **50**(5), 589-596.
- Strous, M., Kuenen, J.G., Jetten, M.S.M. 1999. Key physiology of anaerobic ammonium oxidation. *Applied and Environmental Microbiology*, **65**(7), 3248-3250.
- Tomaszewski, M., Cema, G., Ziembinska-Buczynska, A. 2017. Influence of temperature and pH on the anammox process: A review and meta-analysis. *Chemosphere*, **182**, 203-214.
- van der Star, W.R.L., Miclea, A.I., van Dongen, U., Muyzer, G., Picioreanu, C., van Loosdrecht, M.C.M. 2008. The membrane bioreactor: A novel tool to grow anammox bacteria as free cells. *Biotechnology and Bioengineering*, **101**(2), 286-294.
- Van Hulle, S.W.H., Vandeweyer, H.J.P., Meesschaert, B.D., Vanrolleghem, P.A., DeJans, P., Dumoulin, A. 2010. Engineering aspects and practical application of autotrophic nitrogen removal from nitrogen rich streams. *Chemical Engineering Journal*, **162**(1), 1-20.
- Verstraete, W., Vlaeminck, S.E. 2011. ZeroWasteWater: short-cycling of wastewater resources for sustainable cities of the future. *International Journal of Sustainable Development and World Ecology*, **18**(3), 253-264.
- Vlaeminck, S. 2009. *Biofilm and granule applications for one-stage autotrophic nitrogen removal*. Ghent University.
- Wett, B., Omari, A., Podmirseg, S.M., Han, M., Akintayo, O., Brandon, M.G., Murthy, S., Bott, C., Hell, M., Takacs, I., Nyhuis, G., O'Shaughnessy, M. 2013. Going for mainstream deammonification from bench to full scale for maximized resource efficiency. *Water Science and Technology*, **68**(2), 283-289.
- Wiesmann, U. 1994. Biological nitrogen removal from wastewater. *Biotechnics/wastewater*, **51**, 113-154.

# 5

## BIJLAGE

### 5.1 SCHATTING MINIMAAL AANDEEL AMX-ACTIVITEIT: BESCHRIJVING THEORETISCH MODEL

Met een vereenvoudigd, theoretisch model werd de minimaal benodigde bijdrage van *shortcut*-stikstofverwijdering, en in het bijzonder anammox, berekend om bij een gegeven influentsamenstelling de lozingseis van 10 mg TN/L te behalen. De algemene methodiek alsook de gebruikte variabelen staan beschreven in Hoofdstuk 3.6.2.

Voor AOB-activiteit, NOB-activiteit, DNit en DN werd de stoichiometrie uit Hoofdstuk 1.1.2 toegepast, terwijl voor AMX het gemiddelde van de door Strous et al. (1998) en Lotti et al. (2014) beschreven constanten werd gebruikt.

Het model zelf berekent in een eerste stap de vereiste stikstofverwijderingsroutes om bij de gedefinieerde influentsamenstelling en een variërende AMX-bijdrage de beoogde effluentkwaliteit te behalen volgens onderstaande stappenplan:

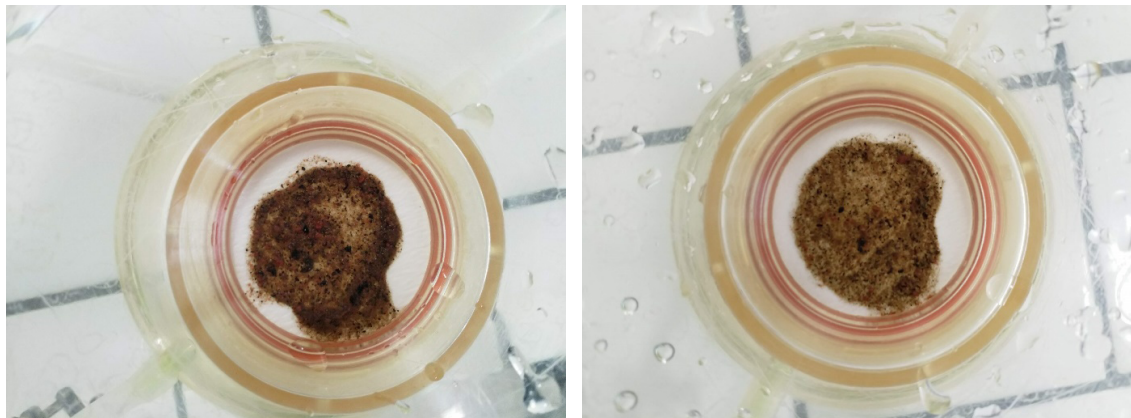
1. De vereiste TN-, ammonium- en bCZV-verwijdering (in mg/L) wordt gedefinieerd
2. De AMX-activiteit wordt gekwantificeerd op basis van de vooraf ingestelde bijdrage (0-100%)
3. De DNit-activiteit in de AMX-tank wordt gekwantificeerd als aandeel verwijdering van het nitriet in het influent (standaard 38%, zie Hoofdstuk 3.6.2)
4. De AOB-activiteit wordt gekwantificeerd als resterende ammoniumomzetting (naast AMX-activiteit)
5. De NOB-activiteit wordt gekwantificeerd als % AOB-activiteit (variabel, standaard 50%)
6. De minimale aerobe heterotrofe activiteit wordt gekwantificeerd als % bCZV-verwijdering (variabel, standaard 20%)
7. De DN-activiteit wordt bepaald op basis van het verschil van de geproduceerde nitraatconcentratie (door AMX en NOB) en de maximaal toegelaten concentratie in het effluent
8. De DNit-activiteit wordt op een gelijkaardig manier bepaald (deels aanwezig in influent en productie door AOB, consumptie door AMX en NOB)
9. Het restant aan aerobe heterotrofe activiteit wordt bepaald indien er nog bCZV resterend is (consumptie door aerobe heterotrofen, DNit en DN)
10. De netto omzetting van ammonium en nitriet, de productie van nitraat en de verwijdering van TN en bCZV wordt berekend

In een tweede stap wordt gecontroleerd of de berekende omzettingen plausibel zijn: bij te lage AMX-bijdrage kan de benodigde bCZV-consumptie de influentwaarde overstijgen terwijl bij te hoge AMX-bijdrage er onvoldoende nitriet voor AMX aanwezig is door de consumptie van NOB en DNit. Het overblijvende bereik geeft de minimale en maximale AMX-bijdrage weer om bij de vooropgestelde condities en variabelen de lozingseis te behalen. De bijdrage per verwijderingsroute alsook het totale zuurstofverbruik en slibproductie kunnen berekend worden.

## 5.2 FOTO'S SLIB

Hieronder volgen enkele foto's van het MAS-slib.

*Slib (granulen + vlokken) uit de AAT, op een witte glasfilter:*



*Gezeefde middelgrote granulen op een witte glasfilter (links) en in een Erlenmeyer (rechts):*



## 5.3 PROTOCOL TESTEN

### 5.3.1 VSS/TSS-METING

#### ACHTERGROND

De **totale hoeveelheid zwevende stoffen** (total suspended solids, TSS) analyse meet de totale concentratie van de zwevende (niet opgeloste) stoffen in water/afvalwater of andere monsters. TSS-resultaten zijn nodig om de performantie van een afvalwatersysteem te bepalen. Een TSS-meting wordt gewoonlijk uitgevoerd samen met een bepaling van de **VSS-concentratie** (volatile suspended solids). De VSS/TSS-ratio speelt een belangrijke rol in de bepaling van de slibkarakteristieken. Op basis van die ratio kan men concluderen of opgeloste deeltjes in het afvalwater volledig kunnen verwerkt/vergift worden of niet. Hoe groter de VSS/TSS ratio, hoe meer opgeloste deeltjes kunnen gedegradeerd worden.

## METHODE

Monster waarvan de TSS en VSS bepaald moet worden, worden gewogen en vervolgens gedroogd bij  $\sim 105$  °C om het aanwezige water af te drijven. Het residu wordt gekoeld, gewogen, en in een moffeloven bij 600°C gestoken om de vluchtige deeltjes te verwijderen. De totale en vluchtige hoeveelheid opgeloste deeltjes (TSS en VSS) worden bepaald door de massa van het monster voor en na beide drogingstappen te bepalen.

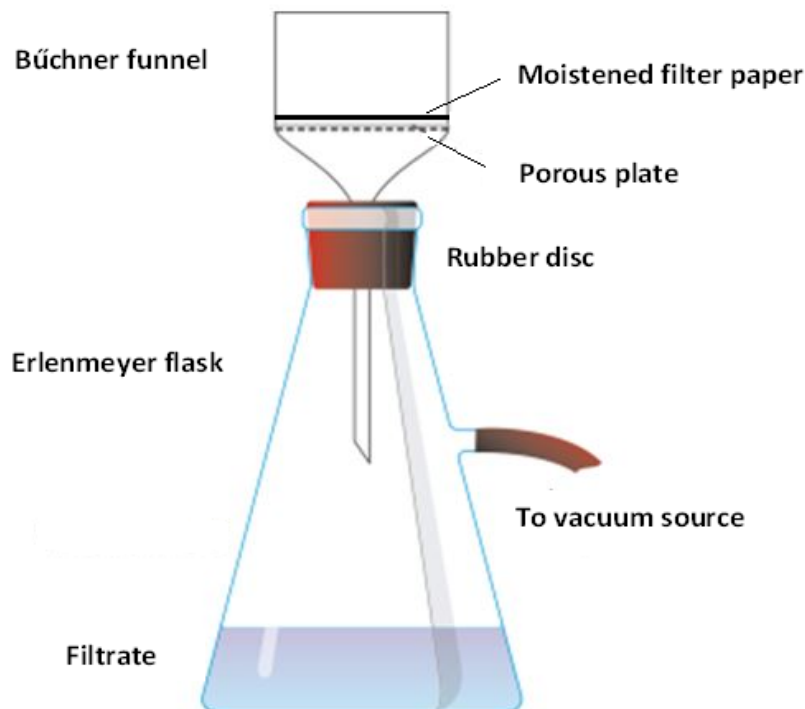
**Opmerking:** Afwijkingen kunnen optreden. TSS/VSS-metingen kunnen beide beïnvloed worden door positieve (kristallisatie, zwevende deeltjes, ondergedompelde opeenhopingen, niet homogene materialen) en negatieve fouten (decompositie en of vluchtigheid van mineralen zoals carbonaten, verlies van deeltjes die klein genoeg zijn om door de filter te gaan).

## ONDERDELEN EN REAGENTIA

- Analytische balans;
- Exsiccator met een droogmiddel (watervrij calcium of silica);
- Droogoven in staat tot opwarming tot  $\sim 105$ °C;
- Moffeloven in staat tot opwarming tot  $\sim 600$ °C;
- Asloze filterpapieren, diameter  $\sim 120$  mm;
- Kroezen (preferentieel, compatible met de filters);
- Handschoenen, pincetten (hanteren van de hete kroezen en filterpapier);
- Filtratieonderdelen (see Fig. 1)
  - Vacuümpomp of andere vacuümbron;
  - Erlenmeyer met zijarm, volume  $\sim 1$  L;
  - Porseleinen Buchnertrechter met een vaste geperforeerde plaat en rubber.
- $\sim 120$  mm, volume  $\sim 0,5$  L;
- Gedemineraliseerd water;

FIGUUR 24

FILTRATIE ONDERDELEN



**PROCEDURE**

1. Plaats een filterpapier schijf en een kroes in de droogoven: 105°C gedurende 1 uur.

**Opmerking:** Gebruik altijd een pincet om de filters of kroezen te behandelen. Vochtige vingers en residuen aanwezig op de handen kunnen opgenomen worden door de filter of de kroes en zo meetfouten veroorzaken.

2. Verwijder de filterschijf en de kroes uit de oven en plaats in een exsiccator. Laat het afkoelen tot kamertemperatuur
3. Weeg de kroes zonder filter en noteer **het gewicht van de kroes** als A.
4. Weeg de kroes samen met de filterpapier schijf en noteer **het gewicht van de kroes en het papier samen** als B.
5. Plaats de filterpapierschijf in de Büchnertrechter. Bevochtig het filterpapier met gedemineraliseerd water,
6. Filter 100 ml (of meer als er weinig vaste deeltjes aanwezig zijn) van het monster door een vacuüm op de fles te creëren. Noteer dit **volume van het monster** als V. Was vervolgens met gedemineraliseerd water indien dit nodig lijkt.

**Opmerking:** Het wordt aangeraden om het monster meteen na monsternamen te analyseren. Indien dit niet mogelijk is, moet het monster worden bewaard bij een temperatuur van  $\leq 4^{\circ}\text{C}$  tot op het moment van analyse om de microbiële decompositie van organisch materiaal in het monster te minimaliseren. Het monster wordt preferentieel niet langer dan 24h bewaard. In geen enkel geval wordt het monster  $> 7$  dagen bewaard. Vooraleer je start met de analyse, wordt het monster eerst op kamertemperatuur gebracht en homogeen gemaakt. Vermijdt overmatige agitatie en te lange blootstelling aan lucht.

7. Verwijder het gecreëerde vacuüm uit de erlenmeyer door traag de connectie tussen de erlenmeyerzijarm en de vacuümpomp of andere vacuümbron los te maken. Verwijder de filterpapierschijf met het gefilterde monster uit de Büchnertrechter en plaats deze op de kroes.
8. Plaats de kroes met de filter in de droogoven bij 105°C voor 24 uur.
9. Verwijder de kroes uit de oven en plaats deze in de exsiccator. Laat afkoelen tot kamertemperatuur.
10. Weeg het filterpapier met residu en kroes samen, en noteer **het gewicht van de kroes met filterpapier en residu** als C.

**Indien VSS ook bepaald moet worden, ga door met de procedure. Indien niet, gooi de filter met residu weg.**

11. Plaats de kroes samen met de filterpapier schijf en het residu in de moffeloven. Laat het bij een temperatuur van 600°C voor 2 uur ontbranden.
12. Verwijder de kroes uit de oven en plaats deze in de exsiccator tot deze is afgekoeld tot kamertemperatuur.
13. Weeg **het gewicht van de kroes en het residu** en noteer deze waarde als D.



**BEREKENINGEN**

A = massa van het ongebruikte filtertje (g) na verhitting in oven bij 600°C

B = massa van het filtertje (g) met materiaal na verhitting bij 105°C

C = massa van het filtertje (g) met materiaal na verhitting bij 600°C

$V_{\text{staal}}$  = volume van het monster (ml)

$$TSS \left( \frac{mg}{l} \right) = \frac{(B - A) * 10^6}{V_{\text{monster}}}$$

$$VSS \left( \frac{mg}{l} \right) = \frac{(B - C) * 10^6}{V_{\text{monster}}}$$

**5.3.2 ACTIVITEITSTESTEN****MATERIALEN**

- Analytische balans
- 3 penicillineflesjes met dop
- Maatkolven 250 ml
- Maatkolven 100 ml
- Spuitfles (Demi-water)
- HEPES
- Zeven
- Demi-water
- NaHCO<sub>3</sub>
- pH-meter
- Kleine trechtertjes
- NaOH 1M of 2M
- NH<sub>4</sub>Cl
- NaNO<sub>2</sub> (68.9953 g/mol)
- Monsternamebuisjes + rekje
- Magneetroerder
- Naalden (0,8 mm diameter)
- Spuiten + filters (45 µm)
- Schudder
- Maatbekers
- Centrifuge

**WERKWIJZE***Buffer aanmaken*

De buffer kan op de dag zelf gemaakt worden, er moet alleen gezorgd worden dat de buffer op de juiste temperatuur is gebracht voor de test begint. Als buffer wordt het effluent van de installatie gespiked met alkaliniteit onder de vorm van NaHCO<sub>3</sub> en HEPES om de pH stabiel te houden. Dit omdat HEPES niet biologisch afbreekbaar is en het de pH stabiel houdt.

*Substraatoplossing aanmaken*

De substraatoplossing heeft een concentratie van 50 mg NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N/l + 50 mg NO<sub>2</sub><sup>-</sup>-N/L

*Vorbereiden micro-organismen*

Het slib wordt gescheiden met behulp van zeven.

1. Schat hoeveel gram slib je nodig hebt voor de gewenste omzetting tijdens de gewenste tijd van het experiment (maal 3 aangezien het experiment in triplo gedaan wordt).

2. Verdeel dit gezeefde slib over 2 buisjes voor in de centrifuge (gelijk gewicht i.v.m. centrifuge). Centrifuge +/- 4000 rpm - 5 min.
3. Scheid het water van de biomassa af.
4. Weeg de gewenste hoeveelheid slib af (bv. 2 g VSS/l gewenst, weeg 3 g natte stof af). Zorg voor 3 gelijke hoeveelheden slib (triplo).
5. De penicillineflesjes krijgen een totaal volume van 80 ml. Voeg het slib toe aan de flesjes met een klein trechtertje en het gewenste aantal ml buffer.
6. Noteer de temperatuur.
7. Sluit de penicillineflesjes luchtdicht af met rubberen dopjes + overzetkapjes.
8. Maak de flesjes zuurstofvrij met behulp van stikstofgas, een beetje overdruk zal het bemonsteren makkelijker maken.

#### **EXPERIMENT**

1. Voeg substraatoplossing toe aan de penicillineflesjes met behulp van een spuit en naald (prik de naald door het rubberen dopje heen).
2. Noteer de begintijd van het experiment.
3. Schud de flesjes zodat alles goed gemixt is en neem het 1e monster (T=0).
4. Zet de flesjes op de mengplaat en neem op de gewenste tijden monsters. 5 of 6 punten zijn preferentieel. Meet de ammonium- en nitriet-concentratie in deze samples.
5. Meet na afloop van de test de TSS & VSS waarde van elk flesje met behulp van droge-stofmetingen.
6. Meet na afloop van de test de temperatuur van elk flesje.