

# SUPERSLUDGE: PILOT PLANT PROEFPROGRAMMA SUPERKRITISCH VERGASSEN VAN ZUIVERINGSSLIB (2018-2022)



RAPPORT

2023  
41

SUPERSLUDGE: PILOT PLANT PROEFPROGRAMMA SUPERKRITISCH VERGASSEN  
VAN ZUIVERINGSSLIB (2018-2022)

RAPPORT

2023

41

ISBN 978.94.6479.048.1



[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

AUTEURS Jaap Koppejan  
Jan Zeevalkink  
Martijn de Zwart

## BEGELEIDINGSCOMMISSIE

Ad de Man, Waterschapsbedrijf Limburg  
Harm Baten, Hoogheemraadschap van Rijnland  
Josien Ruijter, HVC groep  
Sybren Gerbens, Wetterskip Fryslan  
Jos Reijnders; Agentschap NL  
Rob van de Sande; Waterschap Aa en Maas  
Leon Korving, Aiforo  
Cora Uijterlinde, STOWA

Dit rapport is samengesteld in samenwerking met het Supersludge consortium:

- ProBiomass
- Electron Thermal Processing BV
- Waterschap Aa en Maas
- Waterschap de Dommel
- Stowa
- SNB

VORMGEVING Buro Vormvast  
STOWA STOWA 2023-41  
ISBN 978.94.6479.048.1

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

## **SUPERSLUDGE: PILOTONDERZOEK SUPERKRITISCHE VERGASSING MET VALLEN EN OPSTAAN**

Superkritische vergassing staat geruime tijd op de radar van een aantal waterschappen als interessante techniek voor de verwerking van zuiveringsslib vanwege de potentie om slib met hoog rendement om te zetten naar een brandbaar gas en nutriënten als fosfaat en stikstof terug te kunnen winnen. Het pilotonderzoek met heeft opgebracht dat er nog wel een weg te gaan is voordat de technologie van Supersludge beschikbaar is en betrouwbaar kan worden toegepast in de praktijk.

In het project Supersludge (2018-2022) is een pilot plant met een capaciteit van ca. 150 kg/h slib (max 16% ds) bedreven gedurende de periode 2018-2022 met als doel een meer gefundeerd besluit te kunnen nemen over verdere stappen richting commercialisatie. Het onderzoek heeft plaatsgevonden op rwzi Dinther van Waterschap Aa en Maas.

Er zijn veel praktische lessen geleerd tijdens het project en nieuwe inzichten verkregen in de wijze waarop de technologie verder zou kunnen worden ontwikkeld. Ook is het consortium erin geslaagd om het technische ontwerp op een aantal belangrijke punten te valideren. De uitvoering van het proefprogramma heeft wel fors vertraging opgelopen door falende componenten. De combinatie van hoge druk en temperatuur (typisch 300 Bar / 600°C) vormt een van de grootste uitdagingen, niet alleen bij pakkingen en koppelingen maar ook bij reactoren en verwarmingselementen vanwege het verlies aan materiaalsterkte bij hoge temperaturen.

Voor de volgende stap in de ontwikkeling van de technologie van Supersludge (de bouw van een continu te bedrijven demonstratie-installatie op praktijkschaal) is het nu nog te vroeg. Het is van belang dat de nu nog ervaren knelpunten en gesuggereerde oplossingsrichtingen verder worden uitgewerkt en waar nodig apart getest.

Joost Buntsma  
Directeur STOWA

# SAMENVATTING

Superkritische vergassing staat al bijna 15 jaar op de radar van een aantal waterschappen als mogelijk interessante techniek voor de verwerking van zuiveringsslib vanwege de potentie om slib met hoog rendement om te zetten naar een brandbaar gas en nutriënten als fosfaat en stikstof terug te kunnen winnen. Alhoewel verkennende proeven op lab- en pilotschaal wereldwijd laten zien dat het proces op zich werkt, is er nog wel een weg te gaan voordat de technologie commercieel beschikbaar is en betrouwbaar kan worden toegepast in de praktijk. Dit komt vooral vanwege de combinatie van de vereiste hoge druk en temperatuur (typisch 300 Bar / 600°C), welke hoge eisen stelt aan de uitvoeringswijze van de installatie.

Vanuit het samenwerkingsverband Supersludge hebben de waterschappen Aa en Maas, de Dommel, SNB, ProBiomass BV en Electron Thermal Processing BV met steun van STOWA en RVO samengewerkt aan de verdere ontwikkeling van de technologie voor RWZI slib. In het eerder uitgevoerde project Supersludge 1 (2013-2017) is een demonstratie-installatie ontworpen voor toepassing op praktijkschaal en is een vereenvoudigde pilot plant gebouwd om op kleinere schaal inzicht te krijgen in de praktische haalbaarheid van het superkritisch vergassen van slib. Zie ook STOWA rapport 2018-33 voor de resultaten van deze fase van het project. In het onderhavige project Supersludge 2A (2018-2022) is deze pilot plant (capaciteit van ca. 150 kg/h slib (max 16% ds) bedreven gedurende de periode 2018-2022 met als doel een meer gefundeerd besluit te kunnen nemen over verdere stappen richting commercialisatie. Het onderzoek heeft plaatsgevonden op rwzi Dinther van waterschap Aa en Maas.

In het project zijn verschillende onderdelen van de pilot plant zoals de slibvoorbehandeling, het verwarmingssysteem en de zoutaflaat afzonderlijk getest. Ook zijn vergassingsproeven gedaan met glycerine als modelmengsel en tenslotte met slib.

De uitvoering van het praktijkonderzoek met de pilotplant is diverse keren vertraagd vanwege het technisch falen van verschillende procesonderdelen van de installatie. Een aantal van de ondervonden problemen zijn gedurende het project permanent opgelost, terwijl voor een aantal andere problemen meer ingrijpende oplossingen nodig zijn welke kunnen worden doorgevoerd in een volgende installatie. Ook zijn er een aantal technische problemen ondervonden zoals verhoogde slijtage bij interne keerkleppen in de hogedrukpomp en bij het membraan voor regeling van de procesdruk, waarvoor nog geen goede oplossing is.

Toch zijn er ook een aantal successen behaald met de installatie. Er is succesvol glycerine vergast met een thermisch vermogen dat vergelijkbaar is met het beoogde doelvermogen op basis van slib (ca 150 kW) gedurende ca 10 uur toevoer. Daarbij is een omzetting van ca 95% van de organische stof in de voeding gehaald. Hierbij is zoals beoogd ook gas van twee verschillende kwaliteiten geproduceerd. Ook is slib met ca 5% droge stof vergast, waarbij anorganische stof is afgevangen in de zoutaflaat en syngas is geproduceerd in de lage druk flash. Bij vergassing op een temperatuur van tenminste 600°C was er ook sprake van een goede omzetting en acceptabele gassamenstelling. Bij alle vergassingsproeven trad wel het probleem op dat de warmteoverdracht in de superheater vanwege de gasvorming afnam. Hierdoor daalde de gemiddelde temperatuur in de nageschakelde reactor en verschoof de samenstelling van het geproduceerde syngas van waterstof naar CO. Dit duidt er op dat een beter ontwerp van de superheater nodig is waarbij de warmteoverdracht ook bij hogere

hoeveelheden gas in stand blijft. Qua procesdruk lijkt de in de experimenten gehanteerde druk van 300 Bar goed gekozen. Een lagere druk zorgt voor een verminderde warmteoverdracht in de warmtewisselaar, terwijl een hogere druk zorgt voor een verschuiving in de gassenstelling van waterstof richting methaan en CO. Voor een betere werking van het hogedruk flashvat wordt aanbevolen een extra drukreducerendventiel te plaatsen, zodat de werkdruk wordt verlaagd naar ca 100 Bar. Gassen gaan onder die condities makkelijker naar de gasfase, terwijl in de LD flash een meer zuivere CO<sub>2</sub> stroom ontstaat.

Ook is aangetoond dat aeroob gestabiliseerd slib met een drogestofgehalte van 16% in het voorbehandelingssysteem kan worden rondgepompt om het vervolgens in te voeren in het proces. De beperking daarbij zat in de roerder in de slibsilos welke moeilijk in staat is om inhomogeen slib van hoger drogestofgehalte goed te mengen. Verder is aangetoond dat de ontwikkelde warmtewisselaar goed in staat is om slib op te warmen tot in het superkritische gebied (dus van 70 °C tot meer dan 374 °C), waarbij ca 90% van de benodigde warmte wordt teruggewonnen uit het proces. Daarmee wordt de hoeveelheid extern toe te voeren warmte in de vorm van elektriciteit beperkt tot 10% van de warmte-input. Uit de eerder uitgevoerde haalbaarheidsanalyse bleek dat dit cruciaal is voor een economisch verantwoorde bedrijfsvoering. Daarbij was ook aangetoond dat bedrijfsvoering op een druk van tenminste 300 Bar gunstiger is voor de warmtebalans dan een druk net boven het superkritische punt (221 Bar). Met de pilotplant is inzichtelijk gemaakt dat dit kan.

Samengevat zijn er veel praktische lessen geleerd tijdens het project Supersludge 2A en nieuwe inzichten verkregen in de wijze waarop de technologie verder zou kunnen worden ontwikkeld. Ook is het consortium erin geslaagd om het technische ontwerp op een aantal belangrijke punten te valideren. De uitvoering van het proefprogramma heeft wel fors vertraging opgelopen door falende componenten. De combinatie van hoge druk en temperatuur vormt een van de grootste uitdagingen, niet alleen bij pakkingen en koppelingen maar ook bij reactoren en verwarmingselementen vanwege het verlies aan materiaalsterkte bij hoge temperaturen. Voor de volgende stap in de ontwikkeling van de technologie (de bouw van een continu te bedienen demonstratie-installatie op praktijkschaal) is het wel van belang dat de nu nog ervaren knelpunten en gesuggereerde oplossingsrichtingen verder worden uitgewerkt en waar nodig wellicht apart getest. Vanwege de complexiteit van de technologie, de gehanteerde procescondities en de noodzaak om de bedrijfsvoering nauwgezet te volgen, lijkt het nodig om de technologie uiteindelijk op voldoende schaalgrootte toe te passen (tenminste ca 5 ton per uur, wat overeenkomt met een rwzi van 500.000 ie).

Verder onderzoek en ontwikkeling in de vorm van een demonstratieproject is een logische volgende stap. Om dit vorm te geven is een grotere technologiepartner met meer technische en economische draagkracht nodig. Een aantal commerciële marktpartijen hebben al tijdens het project interesse getoond in de status van de technologie en het verloop van het project. Daarmee wordt nog verder onderzocht hoe een eventueel vervolg zou kunnen worden ingestoken. Vanuit het Supersludge consortium is besloten dat ProBiomass BV en Electron Thermal Processing BV daarbij als ondernemende partijen het voortouw nemen.

# 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 onderzoekslijnen 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.*

# SUPERSLUDGE: PILOT PLANT PROEFPROGRAMMA SUPERKRITISCH VERGASSEN VAN ZUIVERINGSSLIB (2018-2022)

## INHOUD

	TEN GELEIDE	
	SAMENVATTING	
	DE STOWA IN HET KORT	
	INHOUD	
<b>1</b>	<b>INLEIDING</b>	<b>1</b>
	1.1 Achtergrond	1
	1.2 Projectdoel	1
	1.3 Resultaten	2
<b>2</b>	<b>TECHNISCH ONTWERP VAN DE PILOT PLANT</b>	<b>3</b>
	2.1 Slibvoeding	6
	2.2 Opwarming en zoutafscheiding	6
	2.3 Reactor	6
	2.4 Gasafscheiding	7
<b>3</b>	<b>EXPERIMENTEEL PROGRAMMA</b>	<b>8</b>
	3.1 Meetmethoden	8
<b>4</b>	<b>TESTEN VAN HET SLIBVOEDINGSSYSTEEM</b>	<b>10</b>
	4.1 Opzet en doel proefnemingen	10
	4.2 Eerste run (8-10 augustus 2018)	10
	4.2.1 Validering opwarmcapaciteit slibsilos met water	10
	4.2.2 Verhogen van het drogestofgehalte met slib	10
	4.2.3 Werking van het roerwerk	14
	4.2.4 Werking van de wormpomp	15
	4.2.5 Evaluatie resultaten en aanbevelingen uit eerste serie proefnemingen	16
	4.3 Tweede run (29 augustus 2018)	16
	4.3.1 Bepaling opwarmcapaciteit met bedrijfswater	16
	4.3.2 Verhoging van het droge stofgehalte met slib	17
	4.3.3 Werking van het roerwerk	19
	4.3.4 Werking van de wormpomp onder druk	19
	4.3.5 Evaluatieresultaten en aanbevelingen uit tweede serie proefnemingen	20



<b>5</b>	<b>OPWARMING VAN DE INSTALLATIE NAAR PROCESCONDITIES</b>	<b>22</b>
	<b>5.1</b> Opwarming met bedrijfswater naar procescondities	22
	<b>5.2</b> Opwarming met demiwater naar procescondities	25
<b>6</b>	<b>VERGASSING VAN GLYCEROL</b>	<b>28</b>
	<b>6.1</b> Eerste run met glycerine (19 mei 2021)	28
	<b>6.2</b> Tweede run met glycerine (6 augustus 2021)	30
	<b>6.3</b> Derde run met glycerine (1 sept 2021)	31
	6.3.1 Voorbereiding experiment	31
	6.3.2 Gasproductie	32
	6.3.3 Totale massa- en energiebalans	34
<b>7</b>	<b>ZOUTAFSCHEIDING</b>	<b>36</b>
<b>8</b>	<b>VERGASSING VAN SLIB</b>	<b>38</b>
	<b>8.1</b> Eerste run met slib (15 - 16 dec 2021)	38
	<b>8.2</b> Tweede run met slib (15 feb 2022)	39
	<b>8.3</b> Derde run met slib (15 maart 2022)	41
	<b>8.4</b> Vierde run met slib (28 april 2022)	42
	<b>8.5</b> Vijfde run met slib (19 mei 2022)	45
	<b>8.6</b> Zesde run met slib (9 juni 2022)	48
	<b>8.7</b> Zevende run met slib (15 juni 2022)	50
	<b>8.8</b> Achtste run met slib (27 oktober 2022)	51
	<b>8.9</b> Evaluatie van de uitgevoerde runs met slib	51
<b>9</b>	<b>ONDERVONDEN TECHNISCHE PROBLEMEN EN DOORGEVOERDE OPLOSSINGEN</b>	<b>54</b>
<b>10</b>	<b>EVALUATIE EN TOEKOMSTPERSPECTIEF</b>	<b>56</b>
	<b>10.1</b> Werking van de technologie	56
	<b>10.2</b> Werking van het proces en aanbevelingen voor een mogelijk vervolg	56
	<b>10.3</b> Samenvatting en toekomstperspectief	57

# 1

## INLEIDING

### 1.1 ACHTERGROND

In het kader van het concept van de Energiefabriek hebben vier waterschappen onder coördinatie van Waterschap Aa en Maas in 2008-2009 onderzoek gedaan naar de energiehuishouding op verschillende typen waterzuiveringen. Hieruit bleek dat de chemische energie-inhoud van het binnenkomende afvalwater in principe voldoende zou moeten zijn om een waterzuivering energieneutraal te bedrijven, mits hiervoor een geschikte techniek kon worden ontwikkeld. Superkritische watervergassing is daarbij aangeduid als een mogelijke technologie. De waterschappen Aa en Maas en de Dommel samen met SNB, ProBiomass en Electron Thermal Processing BV en met steun van RVO en STOWA een samenwerkingsverband opgezet om de technologie verder te ontwikkelen voor RWZI slib.

In het project 'SUPERSLUDGE 1' (2013-2017) is een blauwdruk ontwikkeld voor een demonstratie-installatie op de schaal van 1000 kg/h. Ook is er een business case opgesteld van de technologie en heeft er onderzoek plaatsgevonden in een proefinstallatie voor de vergassing van slib bij het Karlsruhe Institute of Technology (KIT). In STOWA rapport 2018-33 zijn de belangrijkste resultaten van Supersludge 1 beschreven. STOWA rapport 2016-16 beschrijft de resultaten van het eerdere experimentele onderzoek bij KIT.

Gebaseerd op de voorstudie en het onderzoek is destijds geconcludeerd dat voorafgaand aan de bouw en operatie van de geplande demonstratieplant onder SUPERSLUDGE 2 het verstandig is om een tussentijdse fase van praktijkonderzoek in te lassen middels een pilot plant (150 kg/uur). Daarmee zou een beter fundament kunnen worden gelegd voor de demonstratieplant (1000 kg/uur), om deze optimaal technisch werkend en economisch renderend te krijgen.

Als onderdeel van SUPERSLUDGE 1 is de pilot plant ontworpen en gerealiseerd. Het bedrijven van de pilot is ondergebracht in SUPERSLUDGE fase 2. Dit rapport rapporteert over de werkzaamheden en onderzoeksresultaten van de SUPERSLUDGE pilot plant, zoals uitgevoerd in de periode jan 2018-dec 2022.

### 1.2 PROJECTDOEL

SUPERSLUDGE 2 was erop gericht om een pilot plant onder verschillende condities te bedrijven om meer zicht te krijgen op de werking, prestaties en operabiliteit van de technologie van superkritisch vergassen van zuiveringsslib, zodat een onderbouwd go/no go besluit kan worden genomen voor verdere opschaling naar een eventuele demonstratie-installatie, gebaseerd op het ontwerp zoals gemaakt in SUPERSLUDGE 1. Ook is het idee dat de ervaringen kunnen worden meegenomen in het valideren of bijstellen van de technologie in een vervolgfase.

De uitgewerkte projectopdracht bevatte meerdere subdoelstellingen:

- Optimaliseer de operabiliteit van het installatieontwerp door beproeven, bedrijven en - waar nodig - aanpassen van de pilotplant;
- Bewaak daarbij de balans tussen efficiëntie en (kosten)effectiviteit. Maak deze balans expliciet;
- Genereer zo reproduceerbare prestatie informatie die de opschaling naar een demonstratie installatie overtuigend rechtvaardigt ('proof of design');
- Maak de business case inzichtelijk die fase 2a daadwerkelijk opleverde ten opzichte van de oorspronkelijke begroting;

### 1.3 RESULTATEN

In dit STOWA rapport wordt uiteengezet welke resultaten met de pilot plant zijn behaald. Dit vormt een belangrijke basis voor het besluit om al dan niet door te gaan naar Fase 2b, waar de daadwerkelijke opschaling zou kunnen plaatsvinden tot een demonstratieproject op commerciële schaal.

Gedurende de uitvoering van het praktijkonderzoek is contact gezocht met verschillende potentiële samenwerkingspartners en investeerders waarmee de technologie eventueel verder kan worden uitgerold. Verwacht wordt dat hierover in 2023 meer duidelijkheid zal ontstaan, zodat een gefundeerd besluit kan worden genomen over een mogelijk vervolg.

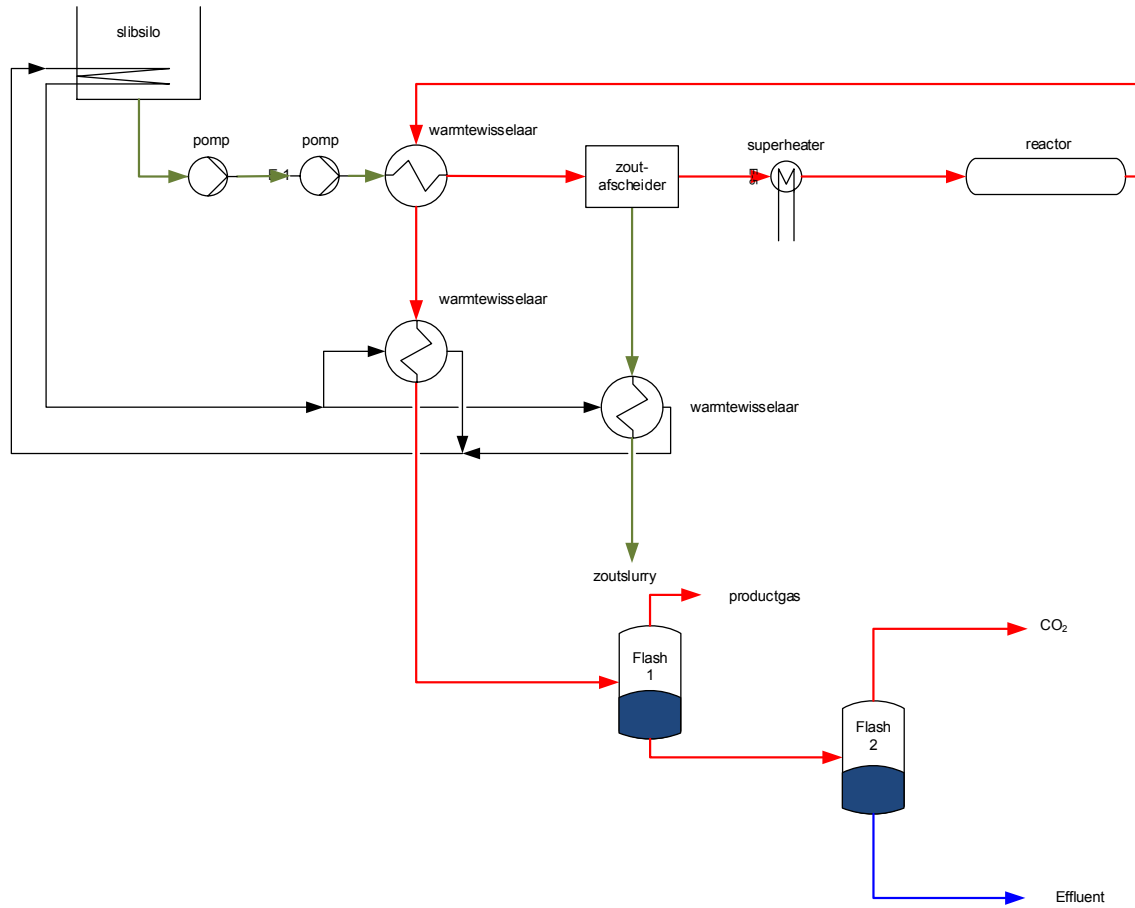
# 2

## TECHNISCH ONTWERP VAN DE PILOT PLANT

Het technisch ontwerp van de gebouwde pilot plant is afgeleid van het onder SUPERSLUDGE 1 gemaakte technische ontwerp voor een semi-commercieel te bedrijven installatie met een doorzet van 1 ton per uur bij een droge stof % van 16%. Destijds is veel aandacht gegeven aan energetische optimalisatie en het optimaliseren van de bedrijfscondities teneinde een goede omzetting en Cold Gas Efficiency te verkrijgen tegen acceptabele bedrijfsvoeringskosten. Voor de pilot plant zijn om kostentechnische redenen een aantal concessies in het ontwerp gedaan qua materiaalkeuze, mogelijkheden voor in situ reiniging, warmteuitwisseling en regelbaarheid. Een sterk vereenvoudigd processchema is weergegeven in Figuur 2.1.

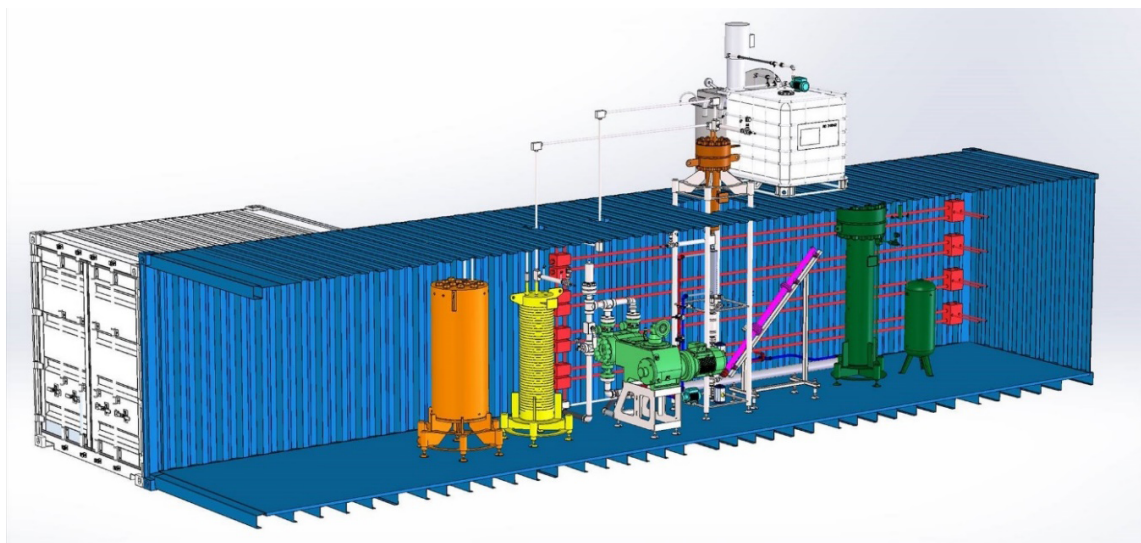
Het binnenkomende slib wordt vanuit een wormpomp op een lichte voordruk aangeboden aan een hogedruk pomp, welke het medium op de procesdruk brengt (300-350 Bar). Vervolgens wordt het door warmtewisselaars opgewarmd naar superkritische condities (ca 380 °C), waar zouten worden verwijderd met een speciaal ontworpen afscheidingsinstallatie. Met behulp van elektrische verwarming wordt het medium naverwarmd tot de reactietemperatuur is bereikt (600-650 °C). In de reactor worden de procescondities gedurende ca. 6 minuten gehandhaafd. Na afkoeling wordt het opgeloste gas in twee flashvaten van het effluent gescheiden. De eerste (hoge druk) flash bevat het productgas, het tweede (lage druk) flashvat product het resterende CO<sub>2</sub> rijke gas.

FIGUUR 2.1 PRINCIPESHEMA VAN DE PILOT PLANT

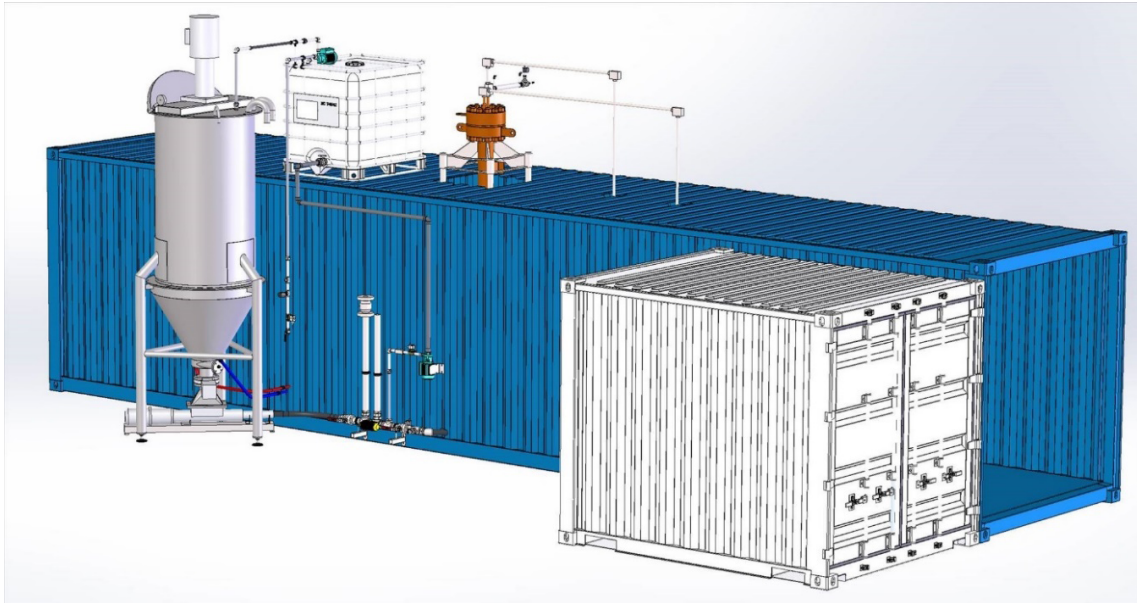


De pilotplant is opgesteld op de RWZI Dinther en is ondergebracht in twee containers: een 30 voet container voor de procesapparatuur en een 15 voet container als controlekamer. Figuur 2.2 en Figuur 2.3 geven de opstelling van de pilotplant schematisch weer.

FIGUUR 2.2 OPSTELLINGSTEKENING IN CONTAINER



**FIGUUR 2.3** OPSTELLINGSTEKENING RONDOM CONTAINER



**FIGUUR 2.4** DE INSTALLATIE MET EFFLUENT-NAKOELER EN SLIBSILO BIJ DE START VAN HET PROJECT. GEDURENDE HET PROJECT IS DE INSTALLATIE OP VERSCHILLENDE ASPECTEN AANGEPAST



Een meer gedetailleerde beschrijving van de installatie is hieronder weergegeven.

## 2.1 SLIBVOEDING

Het te verwerken slib wordt toegevoerd aan de proefinstallatie vanuit een RVS silosilo met een totale inhoud van ca 1,6 m<sup>3</sup>. In de silo is een roerwerk met verticale as geplaatst welke er voor zorgt dat het slib homogeen gehouden wordt en niet uitzakt. Ook is er een voorziening getroffen om het slib continu rond te pompen wanneer er geen afname is. Voorafgaand aan de proef wordt het slib toegevoerd via een mobiele lader met bak (Figuur 4.1).

Zuiveringslib is, afhankelijk van het droge stof gehalte, lastig verpompbaar door de relatief hoge viscositeit. Droge stof gehalte varieert tussen enkele procenten van ontwaterd spuislib/ingedikt spuislib tot ca 25% voor ingedikt slib. Omdat de viscositeit afneemt bij verhoogde temperatuur is de proefinstallatie voorzien van een opslagvoorziening waarin het te verwerken slib kan worden voorverwarmd. De onderste sectie van de silosilo is daarvoor dubbelwandig uitgevoerd en gevuld met water. Hierin is een verwarmbare slang gewikkeld waardoor koelwater vanuit het proces kan worden geleid. In het proces wordt warmte onttrokken aan het effluent en de uitgaande stroom van de zoutaflaat. Daarmee wordt slib opgewarmd tot ca. 70°C.

Ook de gebruikte wormpomp is uitgelegd op het verpompen van sterk viskeuze media. In de pilot plant is bovendien een extra verwarmingssysteem geplaatst om in de opstartfase van de installatie de opwarming van het slib te versnellen. De hele silo is aan de buitenzijde geïsoleerd.

In de silo zijn een temperatuuropmeter en verschillende level sensors geplaatst om tijdens de uitvoering van een proef het niveau en de temperatuur van het slib te kunnen monitoren.

Als er niet gevoed wordt naar de vergassingsinstallatie, wordt een driewegklep achter de wormpomp omgezet, zodat het slib wordt teruggeleid naar de silo. Dit draagt mede bij aan het homogeen houden van de tankinhoud. Tenslotte is er een overstort geplaatst in de toevoerleiding naar de hoge druk pomp om de maximale pompdruk tijdens het voeden te begrenzen. Het teveel aan opbrengst wordt teruggevoerd naar de silosilo.

## 2.2 OPWARMING EN ZOUTAFSCHEIDING

De verwarming van slib tot procescondities gebeurt in verschillende stappen. In de warmtewisselaar wordt de restwarmte in het uiteindelijk geproduceerde gas gebruikt om de slibvoeding op te warmen totdat superkritische condities net worden bereikt. Vanaf dat moment zijn de anorganische stoffen niet meer oplosbaar en kunnen als neerslag worden verwijderd. Dit gebeurt middels een cycloon, een koeler en een speciaal ontworpen sluisstelsel, waarna de zoutslurry wordt afgevoerd.

Het superkritische slib waaruit de zouten zoveel mogelijk zijn verwijderd wordt vervolgens verder verwarmd in een zgn. superheater, waarmee door elektrische tracing warmte wordt toegevoerd. Beoogd wordt daarbij een mediumtemperatuur van tenminste 600 °C te bereiken.

## 2.3 REACTOR

Na de superheater wordt het product in een reactor gebracht, waarbij het medium gedurende 6 minuten op tenminste 600°C zou moeten blijven.

## 2.4 GASAFSCHEIDING

Het afgekoelde product wordt in een systeem van twee flashvaten, bedreven op 300 Bar en 5 Bar, gescheiden in vloeistoffase en een gasfase. Daarbij zou vanuit de hoge druk flash vooral hoogcalorisch gas moeten vrijkomen waarin vooral waterstof en methaan voorkomen, terwijl vanuit de lagedruk flash vooral CO<sub>2</sub> vrijkomt. Het vrijkomende gas wordt gemeten qua flow door twee massaflowmeters en geanalyseerd middels een gaschromatograaf.



# 3

## EXPERIMENTEEL PROGRAMMA

Voorafgaand aan het eigenlijke experimentele onderzoek van slibvergassing zijn een aantal voorbereidende stappen uitgevoerd.

Na de bouw van de pilot plant bij projectpartner Electron Thermal Processing BV en de plaatsing op locatie te Dinther zijn experimenten uitgevoerd met opwarmen en het verpompen van zuiveringsslib via de wormpomp. Deze proeven gaven inzicht in het maximale drogestofgehalte van het slib dat kon worden toegevoerd aan de hogedruk pomp van de installatie.

Als tweede stap is de installatie getest met bedrijfswater en demi-water om de functionele werking, effectiviteit en bedrijfszekerheid te toetsen onder verschillende condities qua temperatuur en druk. Het onderzoek is ook gebruikt om de functionele werking van de verwarmingselementen en de warmtewisselaars te valideren.

Vervolgens zijn verschillende onderzoeken uitgevoerd met de vergassing van glycerol. Dit is gedaan om het gasaflaatsysteem te testen en de werking van de gasanalyse-apparatuur te valideren. Op basis van deze experimenten met de vergassing van glycerol konden massa- en energiebalansen worden opgesteld. Er is gekozen voor glycerol omdat dit als goed gedefinieerd modelmengsel vaker is gebruikt bij onderzoeken, zodat daaraan kon worden getoetst tijdens de experimenten.

Ten slotte zijn er proeven uitgevoerd met de vergassing van slib, waarbij syngas is gemaakt en massa- en energiebalansen konden worden samengesteld. De resultaten hiervan geven inzicht in de mate waarin slib wordt omgezet in gas, de samenstelling van het gas, de invloed van de gekozen procescondities, en de werking van de mineralenafscheider.

De resultaten van bovenstaande proefnemingen worden in onderhavige rapportage uitvoerig beschreven.

### 3.1 MEETMETHODEN

Tijdens de experimenten is getracht massa- en energiebalansen op te stellen over het proces. Ook zijn chemische analyses gemaakt van de in- en uitgaande stromen. De volgende methoden zijn daarbij gehanteerd:

#### **Voeding:**

De hoeveelheid aan het proces toegevoerd slib is bepaald aan de hand van niveaumetingen in de slibsilos. Bij het vullen van de slibsilos kon de hoeveelheid en het drogestofgehalte van het slib in de silos worden ingesteld door slib met een hoger drogestofgehalte te verdunnen met water. Slib werd daarbij geladen in een frontloader welke op de weegbrug stond. Het werkelijk gebruikte drogestofgehalte kon worden vastgesteld middels de droogstoof op de RWZI Dinther. De chemische samenstelling van het slib kon worden vastgesteld door Aquon.

**Effluent en zoutslurry:**

De hoeveelheid geproduceerd effluent en zoutslurry konden worden vastgesteld aan de hand van niveaumetingen in de IBC's waarin deze stromen werden opgevangen. De flow kon worden vastgesteld door periodiek de tijdsperiode op te nemen voor het vullen van een monsterfles van 1,5 liter

De chemische samenstelling is analyseerd door Aquan. Afhankelijk van het experiment en de interesse konden diverse analyses worden uitgevoerd.

**Gas uit de hoge druk (HD) en lage druk (LD) flash:**

De hoeveelheid vrijgekomen gas wordt gemeten door twee aparte KROHNE massaflowmeters, welke de uitgaande flow van de twee flashvaten meten in zowel m<sup>3</sup>/h als kg/h. De samenstelling van beide gasstromen wordt online bepaald middels een gaschromatograaf (ABB NGC8203). Deze kan twee kanalen tegelijkertijd meten op de volgende componenten:

TABEL 3.1

MEETBEREIK VAN DE GEBRUIKTE GASCHROMATOOGRAAF

Component	Meetbereik (mol%)
Stikstof (N <sub>2</sub> )	0,1-100%
Kooldioxide (CO <sub>2</sub> )	0,1-100%
Methaan (CH <sub>4</sub> )	0,05-100%
Ethaan (C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> )	0,1-100%
Propaan (C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> )	0,05-100%
Waterstofsulfide (H <sub>2</sub> S)	0,01-0,12%
Zuurstof (O <sub>2</sub> )	0,2- 20,0%
Koolmonoxide (CO)	0,2 -100%
Waterstof (H <sub>2</sub> )	0,5-100%
Ethyleen (C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> )	0,1-100%

# 4

## TESTEN VAN HET SLIBVOEDINGSSYSTEEM

Om de goede werking van dit onderdeel van de installatie te testen, zijn in augustus 2018 een tweetal series proeven uitgevoerd met de volgende doelstellingen:

1. Bepaling of de opwarmcapaciteit van het systeem afdoende is om het slib in de silo op de gewenste temperatuur van 70°C te brengen;
2. Bepaling of de wormpomp in staat is om de beoogde doorzet van 150 kg/h te kunnen halen bij de maximaal gewenste slibconcentratie van 18%<sub>m</sub> (beide uiteindelijk nodig voor een haalbare business case)
3. Bepaling van het maximale droge stof gehalte van slib dat nog verpompt kan worden;
4. Testen of het roerwerk in staat is de silo inhoud homogeen te houden bij hogere slibconcentraties.

### 4.1 OPZET EN DOEL PROEFNEMINGEN

Voor de uitvoering van de test is de silo aanvankelijk gevuld met bedrijfswater, waar vervolgens batchgewijs ingedikt slib aan toe wordt gevoegd om zo de concentratie stapsgewijs te kunnen verhogen.

De testen zijn gefaseerd uitgevoerd. Tijdens de eerste testfase zijn een aantal aanbevelingen voor aanpassingen aan het systeem naar voren gekomen die vervolgens zijn geïmplementeerd, waarna er in een tweede testfase is bepaald of de aanpassingen het gewenste effect hadden bereikt en of de installatie daarmee voldoet aan de doelstellingen

### 4.2 EERSTE RUN (8-10 AUGUSTUS 2018)

#### 4.2.1 VALIDERING OPWARMCAPACITEIT SLIBSILO MET WATER

Op 8-10 augustus zijn proeven gedaan om de werking te valideren. Daarbij bleek dat er relatief veel warmteverliezen optraden over het (niet geïsoleerde) recirculatiecircuit. Tijdens de proef is de recirculatie over het geïsoleerde leidingstelsel na 5,5 uur opwarmen daarom uitgeschakeld, dit resulteerde inderdaad in een toename van de opwarmingsnelheid en een eindtemperatuur van 68,3°C.

#### 4.2.2 VERHOGEN VAN HET DROGESTOFGEHALTE MET SLIB

Er is vervolgens stapsgewijs ingedikt slib met een concentratie van 22%<sub>ds</sub> toegevoegd aan de slibsilos, waarin aanvankelijk alleen demiwater zat. Daarmee is het drogestofgehalte van het aan het proces toegevoerde slib geleidelijk opgevoerd.

De exacte hoeveelheid slib welke tijdens de test is toegevoegd, is achteraf vastgesteld door analyse van tijdens de test genomen monsters. Deze analyses zijn uitgevoerd in het lab van Waterschap Aa en Maas.

FIGUUR 4.1 INBRENGEN VAN SLIB IN DE VOEDINGSSILO, VORAFGAAND AAN HET EXPERIMENT



FIGUUR 4.2 TOEVOER VAN SLIB AAN DE SLIBSILO



Tijdens de uitvoering van de proeven is een inschatting gemaakt van het droge stof gehalte op drie verschillende wijzen.

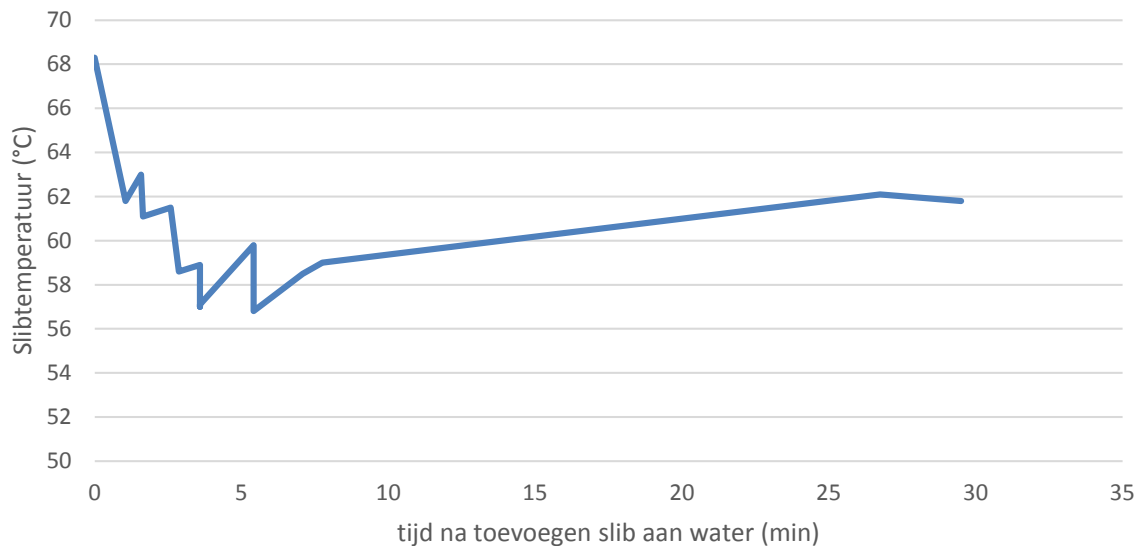
1. Weging van de shovel met doseerbak op de weegbrug. De weegbrug meet met een resolutie van 20 kg, daarom is deze meting relatief onnauwkeurig bij lage doseringen. Op basis van deze methode is de massa van het toegevoegde slib geschat op 410 kg met een indicatieve eindconcentratie van 12,7%.
2. Visuele inschatting inhoud doseerbak en hoeveelheid in de tank gedraaid slib ('emmers schatten'). Deze visuele inschatting komt op 390 kg toegevoegd slib met een geschatte eindconcentratie van 12,4 ds%.
3. Temperatuurdaling in de tank na toevoeging van het relatief koude slib. Op basis hiervan is bepaald dat er na vier batches totaal 264 kg slib is toegevoegd tot een eindconcentratie van 10,3 ds%. Er is wel geconstateerd dat het roerwerk bij hogere slibconcentraties boven 12,5% niet meer in staat is de hele inhoud goed in beweging te krijgen en te mengen. Om deze reden is er van af gezien de slibconcentratie nog verder te verhogen en is de test beëindigd bij genoemde eindconcentratie van 12,5 ds%.

FIGUUR 4.3 MONSTERFLESJES MET SLIB



Het temperatuurverloop in de silo na toevoeging van koud slib is weergegeven in Figuur 4.4. 8 uur na de eerste slibtoevoegingen was de temperatuur in de silo gezakt tot 59,0 graden. Na nogmaals een hele nacht doorwarmen is er een constante eindtemperatuur bereikt van 62,1 graden. Dit is met ingeschakelde recirculatie, noodzakelijk om de silo inhoud homogeen te houden. De ketel pendelde bij deze eindtemperatuur met een gemiddeld vermogen van 4,1 kW. Dit warmteverlies trad op bij ingeschakelde recirculatie, harde wind en een buiten-temperatuur van ca 15°C.

FIGUUR 4.4 TEMPERAATUURVERLOOP VAN DE SLIBSILO NA DE TOEVOEGING VAN SLIB



Geconcludeerd is dat zonder verbeteringen in de warmteoverdracht en/of de isolatie de gewenste minimale eindtemperatuur van 70°C niet haalbaar is bij een wat grotere slibinhoud en ingeschakelde recirculatie. De beperkende factor daarbij is de warmteoverdracht vanuit de warmtespiraal via de dubbele wand naar de silo-inhoud. In een verbeterd technisch ontwerp moet dit opgelost worden.

#### 4.2.3 WERKING VAN HET ROERWERK

Er is visueel gecontroleerd of het roerwerk de inhoud van de silo voldoende goed mengt. Bij hogere droge stof gehalten (>12,5 ds%) en een tankvulling van > 650 liter bleek het roerwerk niet meer in staat is om de vloeistofmassa geheel in beweging te krijgen. Ook bij 100% snelheid op het roerwerk blijft de bovenste laag in de tank stilstaan. Bij de vierde slibtoevoeging is er ook geen temperatuurreactie meer te meten, wat erop wijst dat het toegevoegde koude slib het thermokoppel wat onderin de conussectie zit niet meer bereikt. Pas na ca 15 minuten was er een kleine reactie zichtbaar in de tank temperatuur.

FIGUUR 4.5 HET ROERWERK IN DE SLIBSILO

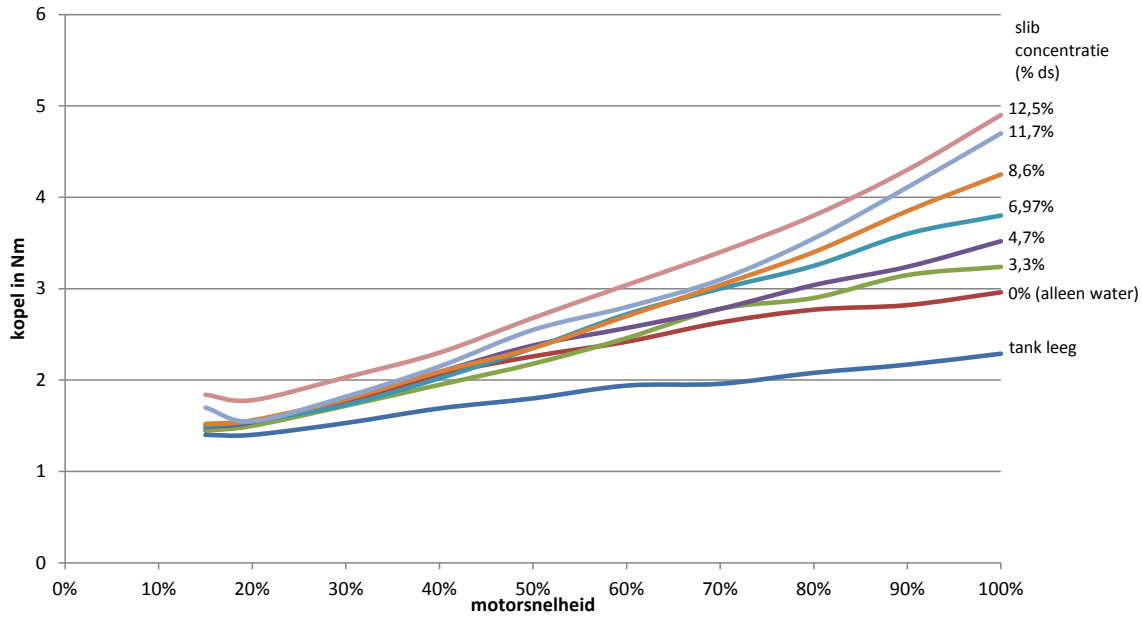


Het roerwerk bevat twee sets schoepen op een lange as, waarvan de bovenste set schoepen pas onder het vloeistofniveau geraakt bij tenminste 750-800 liter silo-inhoud. Bij deze test werd de bovenste set schoepen dus niet bereikt. Bij elke slibconcentratie is het koppel van de roermotor gemeten bij verschillende snelheden, teneinde een verband vast te kunnen stellen tussen dit koppel en de in de tank aanwezige concentratie.

Vanaf een motorsnelheid van ca 60% van het maximum is er een goede correlatie. Daaronder neemt de fout toe doordat het nullastkoppel relatief hoog is.

De afgelezen motorstroom bedroeg maximaal 2,8A, wat neerkomt op een vermogen van 1,7 kW. Dit is met 1 set schoepen in de vloeistof. De motor heeft een nominale capaciteit van 2.2 kW.

FIGUUR 4.6 KOPPEL VAN HET ROERWERK M110 ALS FUNCTIE VAN DE MOTORSNELHEID



#### 4.2.4 WERKING VAN DE WORMPOMP

De wormpomp die de voordruk moet leveren voor de hogedruk pomp heeft probleemloos gefunctioneerd tijdens de testen. Na afloop van de test is het debiet bepaald door de slibsilos met daarin slib met een ds gehalte van 12,5% leeg te pompen naar een IBC met behulp van deze schroefpomp. Hierbij is het debiet bepaald op 400 liter per uur (door middel van schaalverdeling op IBC's). Dit betekent dat de wormpomp geen moeite heeft slib van 12,5% te verpompen en er ruim voldoende capaciteit is om het proces te voeden. Hierbij de kanttekening dat de pomp bij het overpompen vrijwel drukloos kon werken.

Vanwege het potentiële risico op blootstelling aan  $H_2S$  en CO uit het opgewarmde verdunde rioolslib is er tijdens de testen gebruik gemaakt van een gasdetectiemeter en zijn er concentratiemetingen verricht. Bij metingen met een gasdetectiemeter in de slibsilos is een concentratie van 5 ppm CO gemeten. Bij metingen met de persoonlijke gasmeter zijn waarden gemeten van 50-100ppm  $H_2S$  in de slibsilos. Bij het verpompen van de silos inhoud naar de afvaltank na afloop van de test, is er veel gasvorming (schuim) geconstateerd en zijn er waarden gemeten van > 100ppm  $H_2S$  en 10 ppm CO bij de vulopening van de IBC. Deze waarden bevestigen de noodzaak voor alertheid op dit gebied.



FIGUUR 4.7 **MONSTER VAN OVERGEPOMPT SLIB IN DE AFVALTANK (DUS GEEN REGULIERE AFVALSTROOM UIT HET PROCES)**

#### 4.2.5 EVALUATIE RESULTATEN EN AANBEVELINGEN UIT EERSTE SERIE PROEFNEMINGEN

De belangrijkste conclusies van deze eerste serie testen zijn de volgende.

1. De warmteoverdracht van het systeem naar de inhoud van de slibsilos is onvoldoende. Dit leidt er toe dat de opwarming onwenselijk lang duurt en dat de gewenste eindtemperatuur niet bereikt kan worden. Om dit te verhelpen is het slangenpakket verwijderd waarbij de buitenmantel van het schuine deel onderin de slibsilos (de conus) direct wordt doorstroomd met het ketelwater. Ook is de aanvoertemperatuur uit de elektrische ketel verhoogd en de slibsilos beter geïsoleerd.
2. Het roerwerk is niet voldoende in staat om de tankinhoud homogeen te houden onder alle omstandigheden, vooral bij een hoog drogestofgehalte. Door aanpassing van het roerwerk is dit opgelost.
3. Om een eindconcentratie van 18% te halen moeten aanpassingen aan de warmteoverdracht worden doorgevoerd (om een hogere eindtemperatuur te bereiken) en/of verbeteringen aan het roerwerk.
4. De doseerpomp (wormpomp) van het systeem bleek geschikt om slib tot 12,5% ds. te verpompen.

### 4.3 TWEEDE RUN (29 AUGUSTUS 2018)

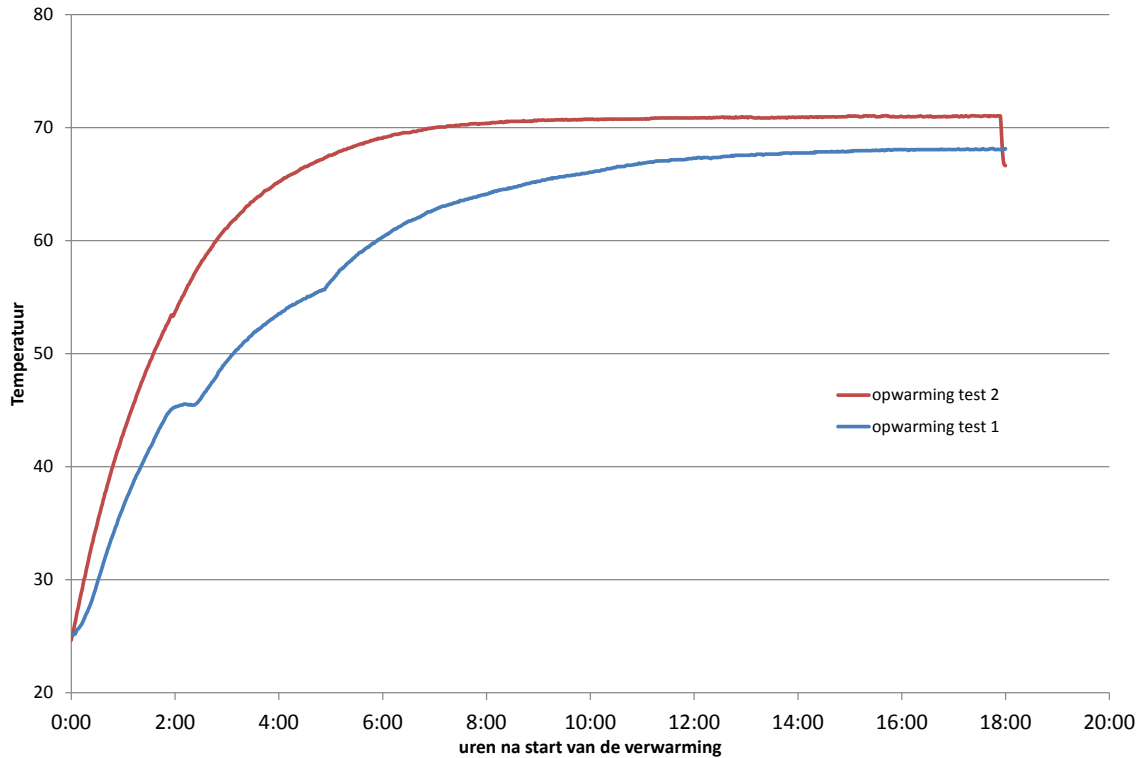
Voor de aanvang van deze test zijn de hierboven aangegeven aanpassingen aan de installatie doorgevoerd. Daarna zijn opnieuw testen met ingedikt en ontwaterd slib van de zuivering in Dinther gedaan om het effect van de aanpassingen te evalueren.

#### 4.3.1 BEPALING OPWARMCAPACITEIT MET BEDRIJFSWATER

Om een goed vergelijk mogelijk te maken is dit onderdeel van de test zo veel mogelijk uitgevoerd onder dezelfde condities als de eerste test. De slibsilos is daartoe weer gevuld met een hoeveelheid van 300 liter bedrijfswater. De recirculatie was aanvankelijk uitgeschakeld maar is aangezet vanaf de 3<sup>e</sup> toevoeging van slib. Ook de weerscondities (temperatuur, wind) tijdens deze test waren vergelijkbaar met de eerste test, waardoor de warmteafgifte aan de omgeving vergelijkbaar mag worden verondersteld.

Het temperatuurverloop van de inhoud van de silo is als functie van de tijd gemeten middels het thermokoppel in de silosilo. Deze testresultaten zijn naast die van de fase 1 test gelegd. Onderstaand is het temperatuurverloop tijdens de eerste run vóór de aanpassingen (blauw) en de tweede run na de aanpassingen (rood) grafisch weergegeven. Door de aanpassingen gaat de opwarming aanzienlijk sneller en wordt de gewenste eindtemperatuur van 70°C zonder problemen bereikt.

**FIGUUR 4.8 OPWARMING VAN DE INHOUD VAN DE SILO VOOR VERBETERINGEN VAN DE ISOLATIE (BLAUW) EN ERNA (ROOD)**



In onderstaande tabel zijn de belangrijkste resultaten van de opwarmingtest van de eerste en tweede run samengevat.

**TABEL 4.1 EVALUATIE WARMTEOVERDRACHT SLIBSILO**

		Test 1	Test 2
Eindtemperatuur	°C	68,1	70,9
Tijd tot 50°C	min	158	95
Tijd tot 60°C	min	325	169
Tijd tot 1°C van eindtemperatuur	min	670	405
piekvermogen	kW	6,6	9,2

Geconcludeerd wordt dat de warmteoverdracht door genoemde maatregelen met ongeveer 40% kon worden verbeterd. De opwarmingstijd van 300 liter water in de silo (van 25 naar 70°C) kon hierdoor worden gereduceerd van ruim 11 tot minder dan 7 uur.

#### 4.3.2 VERHOOGING VAN HET DROGE STOF GEHALTE MET SLIB

Er is slib toegevoegd in drie stappen volgens dezelfde methode als in de eerste run.

Een eerste toevoeging van ca 240 kg is gedaan, resulterend in een achteraf bepaalde concentratie van 10%. Hierna is er 30 minuten gewacht om het mengsel de kans te geven

goed homogeen te mengen. Er was een duidelijke temperatuur reactie meetbaar bij elke toevoeging, wat er op duidt dat de toevoeging goed mengt.

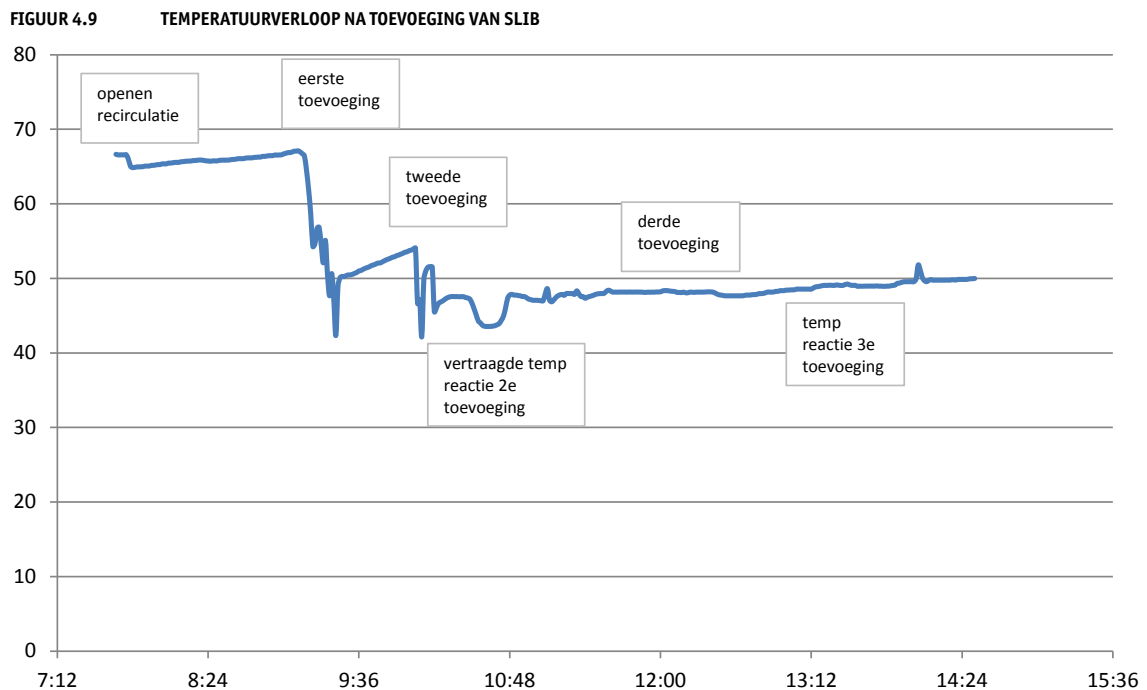
Een tweede toevoeging van ca 280 kg resulteerde in een achteraf bepaalde concentratie van 14,3%. Hierbij werd geen duidelijke temperaturdaling gemeten. Visueel werd geconstateerd dat het toegevoegde slib slechts zeer langzaam werd gemengd. Pas na ca 2 uur mengen werd een stabiel temperatuurverloop gemeten door het thermokoppel in de silo en was het mengsel ook visueel homogeen.

Er is een derde hoeveelheid van ruim 200 kg toegevoegd. Deze toevoeging mengt echter geheel niet meer. Er was geen enkele temperatuurreactie meetbaar en het toegevoegde slib bleef liggen als brokken vast materiaal op de reeds aanwezige tankinhoud. Daarbij bleek het roerwerk niet langer in staat de bovenlaag van het mengsel in beweging te zetten en de brokken op te nemen in het reeds aanwezige slibmengsel.

Na inschakeling van de wormpomp ontstaat er een retourstroom over de bypass. Door de hoge viscositeit vormt geen continue stroom, maar valt deze in klodders naar beneden. Omdat dit slecht bleek te mengen met de daaronder aanwezige silo-inhoud is besloten de verdere toevoeging van slib te staken en is een eindconcentratie van 18% niet bereikt.

Het mengsel in de tank heeft hierna een hele nacht door staan mengen en verder staan opwarmen. Uiteindelijk is hierbij een stabiele eindtemperatuur bereikt van ruim 71 graden. De retourstroom over de bypass vormde op dat punt wel een stroom van dikke vloeistof die enigszins mengt met de vloeistof in het vat. Hieruit blijkt een duidelijke positieve invloed van de temperatuur op de viscositeit. Van deze silo inhoud is een finaal monster genomen, de concentratie hiervan is in het lab bepaald op 15,94%.

Onderstaande grafiek geeft het temperatuurverloop in de silo weer tijdens de verschillende toevoegingen en tijdens het doorwarmen in de periode van ca 15 uur daarna.



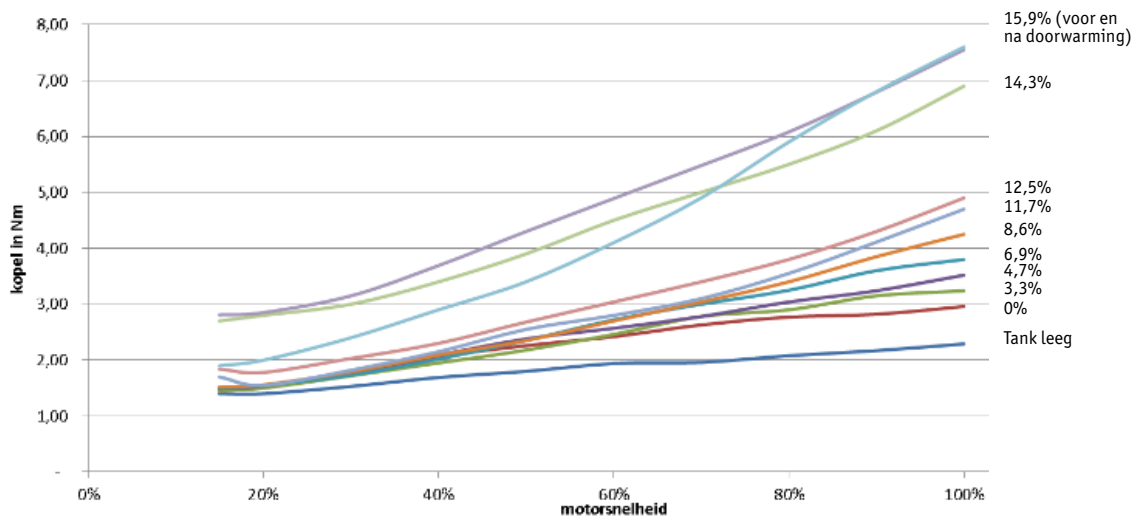
Na afronding van deze metingen is de silo leeggepompt naar een IBC met behulp van de wormpomp. Na afvoer van 50-100 liter was het niveau zover gedaald dat er wel menging optrad onder invloed van het roerwerk. Hierbij daalde de temperatuur in de silo snel van 71,3 naar 67 graden. Dit betekent dat de hoeveelheid slib aanvankelijk niet homogeen verwarmd en gemengd was.

Op dit punt is weer een monster genomen van de silo inhoud. Na bepaling in het lab is de concentratie hiervan vastgesteld op 16,34%. Dit kleine verschil met het voorgaande monster impliceert dat de hoeveelheid niet gemengd slib relatief klein was ten opzicht van de totale hoeveelheid.

#### 4.3.3 WERKING VAN HET ROERWERK

Na de aanpassingen is het koppel van het roerwerk opnieuw gemeten bij verschillende toeren-tallen en slibconcentraties. Alle koppelmetingen van voor en na de aanpassingen zijn samen-gevoegd in onderstaande grafiek. In de meetserie na de aanpassingen is een sprong zichtbaar in het koppel bij een concentratie van 14%, welke optreedt omdat er op dat moment zoveel slib is toegevoegd dat ook de 2<sup>e</sup> set schoepen in de vloeistof komt.

FIGUUR 4.10 MOTORKOPPEL (NM) ALS FUNCTIE VAN DE MOTORSNELHEID (0-100%). DE LICHTBLAUWE LIJN LAAT DE SITUATIE ZIEN NA EEN ETMAAL OPWARMEN TOT 71 °C, WAARBIJ DE VISCOSITEIT AFNEEMT



De motorstroom bedraagt op het einde van de test 3,2A. Dit komt overeen met bijna 2 kW opgenomen vermogen, wat betekent dat de roerwerkmotor van 2,2kW onvoldoende capaciteit over heeft om een eventuele derde set schoepen aan te drijven.

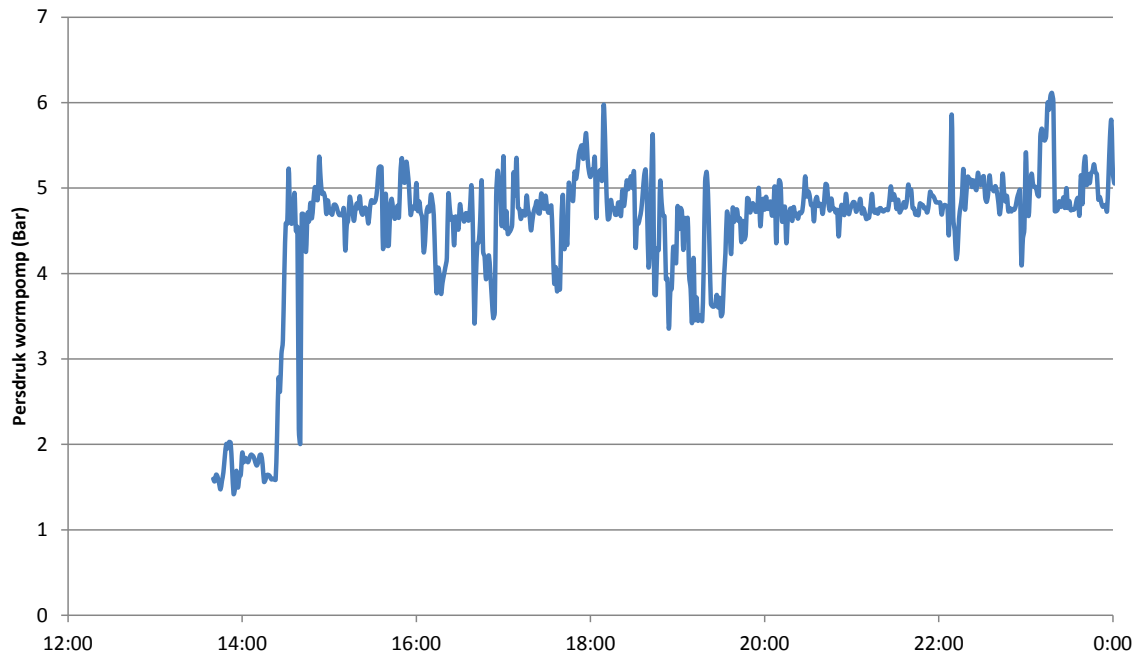
#### 4.3.4 WERKING VAN DE WORMPOMP ONDER DRUK

Bij de eerste serie testen is er gerecirculeerd over de open bypass waardoor de pomp nagenoeg drukloos werkte. Alleen de opvoerhoogte van ongeveer 4 meter (0,4 bar) hoefde overwonnen te worden.

Bij de tweede serie proefnemingen is er gerecirculeerd over een overdrukventiel met instelbare openingsdruk. Door middel van perslucht kan de openingsdruk worden ingesteld en zodoende de tegendruk die de pomp moet overwinnen. Hierbij is er een luchtdruk van 4,2 bar gebruikt. De opgebouwde druk in de toevoerleiding is gemonitord via druksensor PT201. Het drukverloop fluctueerde aanzienlijk in de tijd, waarschijnlijk door het werkings-

principe van het overdrukventiel en het nog niet geheel homogeen zijn van het mengsel tijdens deze test. Na langere tijd mengen werd het drukverloop merkbaar rustiger. Er zijn piekdrukken bereikt van ca 7 bar. Onderstaand een grafische weergave van de persdruk van de wormpomp tijdens de test. Na langere tijd (uren) vlt het drukverloop zichtbaar af door het langzaam homogener worden van het slibmengsel.

**FIGUUR 4.11 GEMETEN OPVOERHOOGTE VAN DE WORMPOMP (BAR) ALS FUNCTIE VAN DE TIJD BIJ EEN INGESTELDE DRUK VAN HET OVERDRUKVENTIEL VAN 4,2 BAR**



Visueel is bij de uitstroomopening van de bypassleiding in de tank beoordeeld wat de flow over de bypass was bij een tegendruk van 4 bar en bij verlaging van de druk tot de minimale druk van 0.4bar. Er was visueel geen verschil zichtbaar in de flow bij beide drukniveaus. Deze beoordeling is uitgevoerd bij slib met een drogestofgehalte van ca 15%.

Na afloop van de test is de silo wederom leeggepompt naar een afvaltank. Hierbij is een debiet gemeten van ca 325 liter per uur bij een slibconcentratie van 16,3%.

#### 4.3.5 EVALUATIERESULTATEN EN AANBEVELINGEN UIT TWEDE SERIE PROEFNEMINGEN

De belangrijkste conclusies van de tweede serie testen zijn:

1. Er is een slibconcentratie bereikt van 16,3%. Dit is vrijwel gelijk aan het vooraf gestelde doel van tenminste 17%. Gezien de consistentie van een dergelijk slibmengsel lijkt dit het maximum voor het voedingssysteem van de pilot plant zoals deze thans is ontworpen.
2. De warmteoverdracht van het warm watercircuit naar de inhoud van de silo is door de aanpassingen met ca 40% verbeterd. Alhoewel dit nog onvoldoende is om het volledige ketelvermogen van 20kW over te kunnen dragen, is dit wel afdoende om de gewenste eindtemperatuur van 70°C te bereiken. Ook de benodigde opwarmtijd is acceptabel: Voor een slibconcentratie van 15 ds% moet er totaal 600 kg slib worden toegevoegd aan de 300 liter (demi-) water in de slib silo. Op basis van de huidige resultaten is berekend dat er in dit geval een totale opwarmtijd benodigd zou zijn van ongeveer 24 uur.
3. Het roerwerk is ook bij een temperatuur van 70°C niet in staat om bij hogere slibconcentraties en grotere tankinhoud het mengsel voldoende door te roeren. Omdat de motor qua vermogen aan zijn limiet zit, is plaatsing van een derde set schoepen niet haalbaar. Daarom

de aanbeveling om de huidige schoepen anders uit te voeren en beter te verdelen over de lengte van de as.

4. Op grond van de behaalde resultaten is het de verwachting dat de wormpomp tot een slibconcentratie van minimaal 16% geen beperking is en in staat zal zijn de installatie te voeden met voldoende voordruk en debiet.
5. Omdat het gebruikte slib veel haren/vezels bevat, zou dit kunnen leiden tot extra verstoppingsrisico. Dit is inherent aan het uitvoeren van testen met een kleinere installatie dan uiteindelijk beoogd op commerciële schaal omdat leidingdiameters en procescomponenten relatief klein zijn uitgevoerd. Daarom is overwogen om te beginnen met testen met slib van rwzi Aarle-Rixtel, waar een influentzeef is geplaatst. Uiteindelijk is besloten om vervolgprouwen voor de vergassing van slib te starten met ingedikt of ontwaterd spuislib van de rwzi Dinther, waarvan door operators van Aa en Maas werd gesteld dat het relatief homogeen is.

# 5

## OPWARMING VAN DE INSTALLATIE NAAR PROCESCONDITIES

Dit hoofdstuk laat zien welke ervaring is opgedaan om de installatie betrouwbaar op procescondities te kunnen brengen. Aan de hand van proefnemingen is inzicht verkregen hoe dit het best kan worden uitgevoerd.

### 5.1 OPWARMING MET BEDRIJFSWATER NAAR PROCESCONDITIES

De eerste serie verwarmingstesten is uitgevoerd met water in oktober 2018. Daarbij is de installatie meerdere keren op procesdruk gezet en naar 200°C gestookt, waarna deze is doorverwarmd naar 400°C. Deze proeven moesten voortijdig worden afgebroken omdat thermokoppels zijn losgeschoten en pakkingen lekgeraakt. Beide typen problemen zijn vervolgens in overleg met toeleveranciers structureel en permanent opgelost.

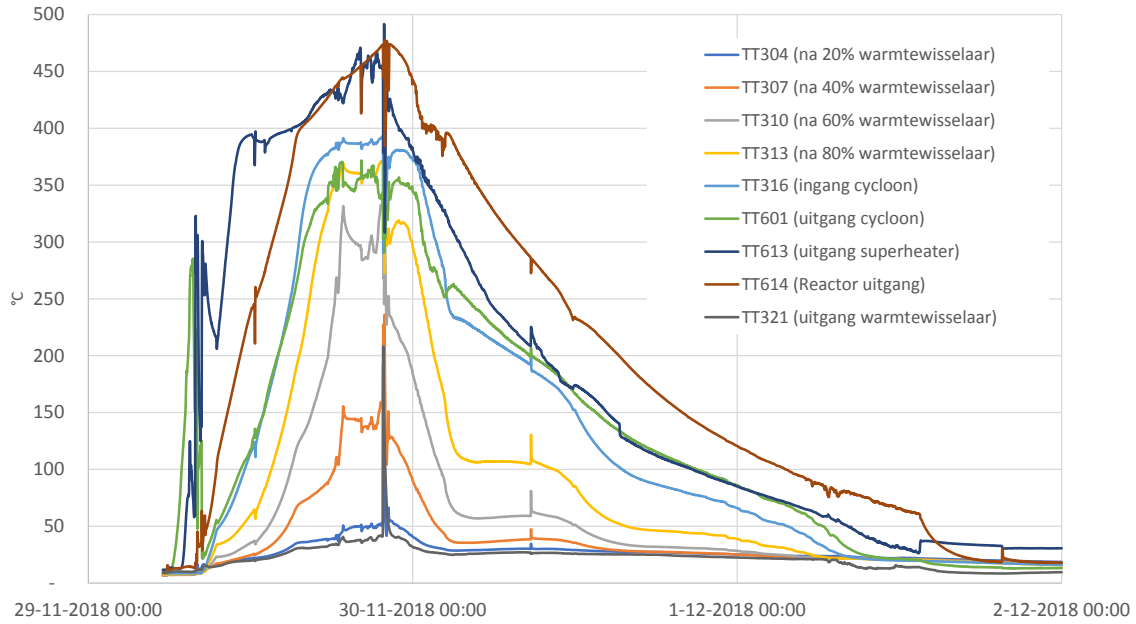
Op 13 nov 2018 is voor het eerst getracht de installatie op de beoogde procescondities te krijgen (>600°C en >300 Bar), gebruik makend van bedrijfswater (effluent) van de rwzi. De test had als doelstelling om te onderzoeken of het beschikbare verwarmingsvermogen voldoende is, of de druk- en temperatuurregeling werkte en of het debiet gedurende langere tijd kon worden gehandhaafd. Na een goede start is deze test helaas afgebroken door defecte tracing op de onderste zone van de superheater. Dit is op dezelfde manier defect gegaan als op de een ander deel van de tracing welke faalde op 30-10-2018. Dit gebeurde bij 410°C mediumtemperatuur uit de superheater, het metaal was op dat moment ca 550°C. Na overleg met de leverancier van de tracing is de elektrische aansluiting van de tracing op de stroomtoevoerleiding anders aangesloten.

Verder is er lekkage opgetreden op een van de blindpluggen van de superheater, ondanks dat deze volgens specificatie van de leverancier zijn vastgezet en gecontroleerd voor de run. Ook hierbij is met de leverancier onderzocht waarom de afdichting tijdens opwarmen lekte.

Op 21 nov 2018 is de testrun herhaald, helaas moest ook deze run voortijdig worden afgebroken door lekkages op druksensoren. Uit een analyse bleek dat de afdichtingen op deze sensoren te heet worden. Om dit probleem op te lossen is besloten om enkele drukopnemers weg te laten en andere drukopnemers actief te gaan koelen.

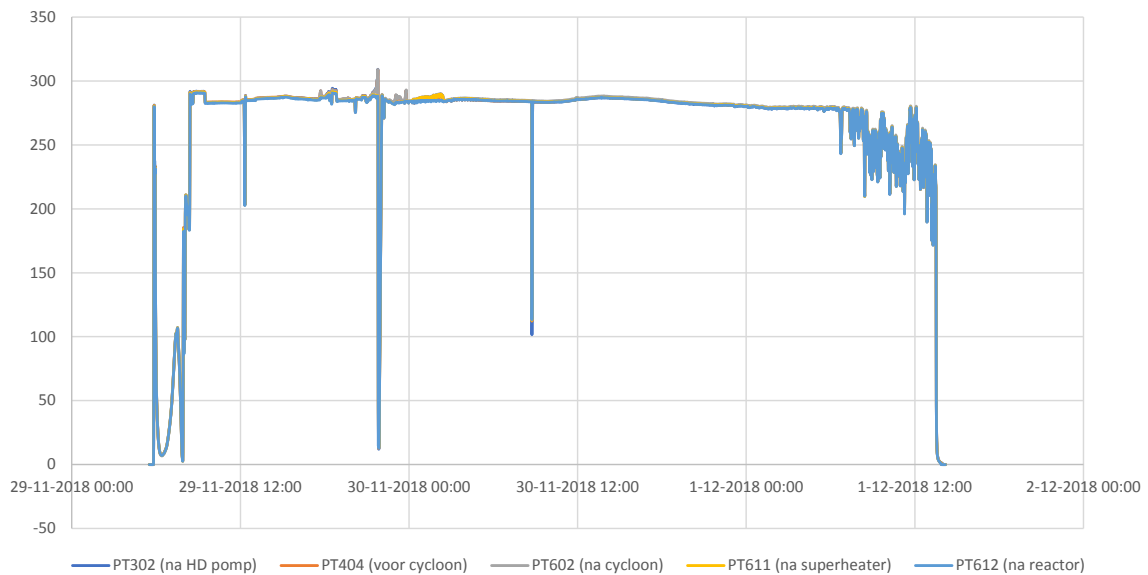
Na deze aanpassingen is op 29 nov 2018 de installatie opnieuw opgewarmd, de resultaten van deze eerste proef zijn weergegeven in Figuur 5.1. De verwarmingsinstallatie bleef daarbij de eerste drie dagen intact en er traden geen lekkages op. Bij een reactortemperatuur van 478°C moest de test wel worden afgebroken omdat de druk bij de pomp plotseling te ver opliep.

FIGUUR 5.1 GEMETEN TEMPERatuurVERLOOP OVER DE INSTALLATIE



In Figuur 5.2 is het drukverloop weergegeven op verschillende plekken in de installatie, in Figuur 5.3 is de drukval over superheater weergegeven. Hieruit blijkt dat op het moment van afbreken van de proef de drukval over de superheater plotseling flink was toegenomen tot 23 Bar, wat duidt op een verstopping. Om 17:43 was ook al een kleinere verstopping waargenomen, maar deze is uit zichzelf weggespoeld. Na stopzetten van de installatie is de verstopping vanzelf weer verdwenen.

FIGUUR 5.2 GEMETEN DRUK OP VERSCHILLENDE LOCATIES IN DE INSTALLATIE





FIGUUR 5.3 GEMETEN DRUKVAL (BAR) OVER DE SUPERHEATER



Omdat bedrijfswater significante hoeveelheden zouten bevat welke kunnen neerslaan onder superkritische condities is het de verwachting dat tijdens de opwarmfase afzettingen tot verstoppingen hebben geleid. Daarbij wordt onderscheid gemaakt tussen zouten die al bij normale condities afzettingen kunnen veroorzaken (op basis van Ca en Mg) en zouten welke alleen onder superkritische condities gaan neerslaan (op basis van Na, K, etc.). De hypothese is dat zouten uit het bedrijfswater tijdens de opwarmfase en de afkoelfase in de superheater kunnen neerslaan omdat het medium in de zoutafscheider op dat moment niet superkritisch is en deze daarom niet goed werkt. Omdat de afzettingen na afloop van de proef weer oplossen, wordt verwacht dat deze uit de tweede categorie zouten hebben bestaan. Om in de toekomst problemen met verstoppingen te voorkomen is daarom besloten om voortaan de fasen van het opwarmen en afkoelen uit te voeren met demiwater. Ook voor toepassing van een installatie onder bedrijfsomstandigheden zou dit betekenen dat opstarten en afkoelen bij voorkeur plaatsvindt met zoutvrij demiwater.

Na afloop van de proef is gebleken dat een van de blindpluggen op de onderkant van de reactor enigszins lekt. Deze is in overleg met de leverancier verder vastgedraaid op een hoger aandrainmoment. Ook was een deel van de tracing op de superheater opnieuw defect geraakt, deze is gerepareerd.

Uit een analyse van het temperatuurverloop over het systeem is geconstateerd dat de warmte-wisselaar presteert volgens verwachting, echter de warmteverliezen in de installatie zijn wel hoger dan beoogd. Er is daarom besloten om extra isolatie aan te brengen bij de cycloon, superheater en reactor en er is onderzocht of het mogelijk is om tracing op andere locaties aan te brengen, teneinde de beschikbare verwarmingscapaciteit uit te breiden en warmteverliezen te beperken.

FIGUUR 5.4

AFZETTINGEN OP KOPPELINGEN DOOR SCALING BIJ OPSTARTEN MET ZOUTHOUDEND BEDRIJFSWATER



## 5.2 OPWARMING MET DEMIWATER NAAR PROCESCONDITIES

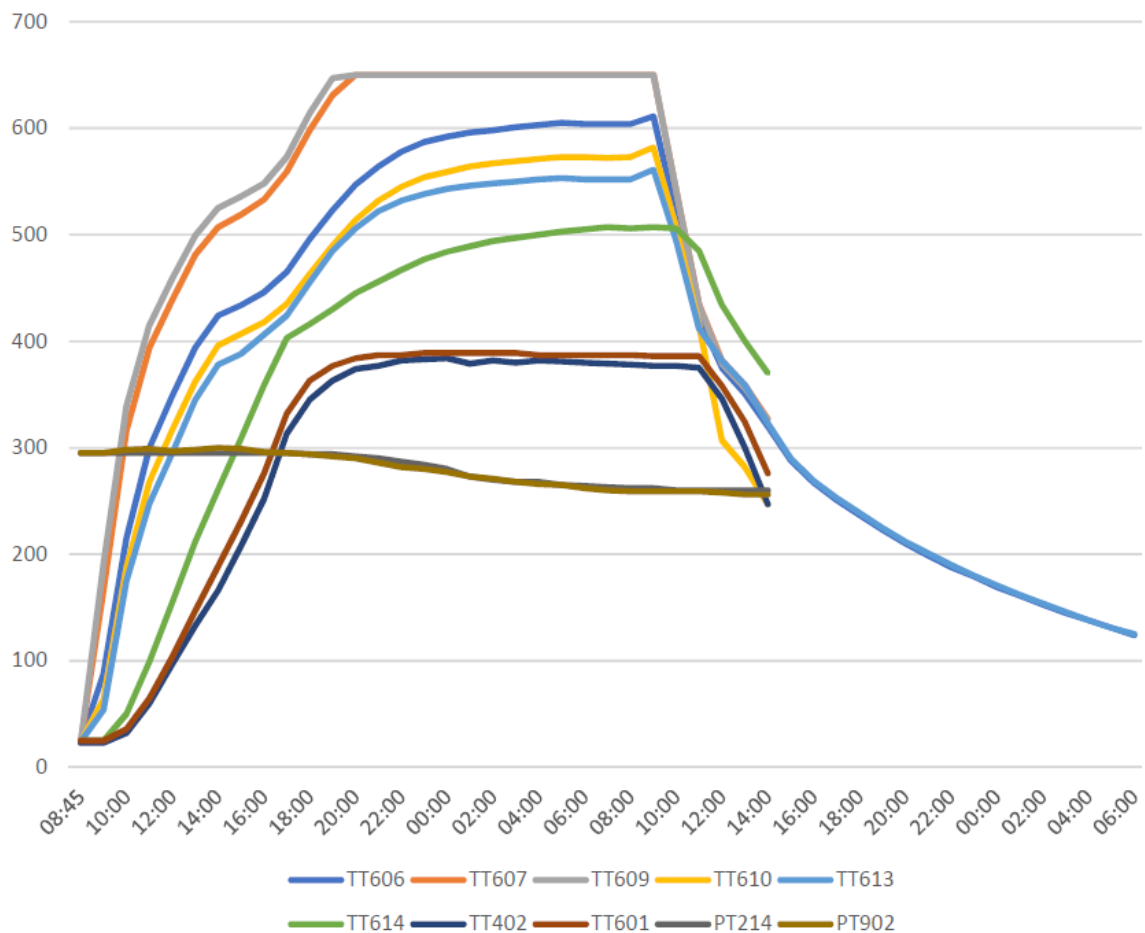
Op 21 jan 2019 is gepoogd opnieuw op druk en temperatuur te komen met de installatie. Om problemen met zoutafzettingen te voorkomen is er ditmaal gewerkt met demiwater. Bij 150°C en 340 bar is de proef echter afgebroken door lekkage van stoom aan de onderzijde van de reactor. Omdat bleek dat een van de blindpluggen lekte op een van de lasnaden is besloten de reactor uit te bouwen en te laten repareren door de fabrikant Robox. Dit is gebeurd in de periode februari-maart 2019. In april 2019 is de reactor teruggeplaatst en opnieuw in bedrijf gesteld.

Tijdens de eerste run na reparatie op 18 april 2019 is geconstateerd dat regelklep waarmee de procesdruk van 350 Bar wordt gehandhaafd, niet goed werkte. Deze druk kon vaak na korte perioden van bedrijfsvoering niet meer worden gehaald omdat het rvs-membraan in deze drukregelklep beschadigd raakte. Kleine beschadigingen op de afdichting of gaatjes in het membraan zorgen snel voor falen van de klep. Dit bleek een terugkerend probleem. Vanwege lange levertijden van een alternatieve klep en om storingen in de toekomst sneller te kunnen verhelpen is besloten dat Electron dit membraan beter in eigen beheer kon maken en voorafgaand aan een nieuwe run preventief vervangen.

Verder werd de procesdruk aanvankelijk begrensd door de druk van de gasfles, welke in nieuwstaat max 300 Bar bedraagt, maar naar verloop van tijd afneemt. Om dit te verhelpen is een instelbare boosterpomp geplaatst waarmee de gasdruk verhoogd kan worden tot boven de druk in de fles en ook na verloop van tijd de procesdruk gehandhaafd kon worden.

In de periode 30 juli – 2 aug 2019 zijn proeven gedaan met opwarmen op basis van demiwater. De resultaten hiervan zijn weergegeven in Figuur 5.5. In het opwarmtraject wordt water in de warmtewisselaar opgewarmd tot superkritische condities (typisch ca 370-380°C) en gaat dan via de cycloon naar de superheater. De aansturing van de verwarmingselementen van de superheater gebeurt op basis van een temperatuursregeling van het staal in de directe nabijheid van de tracing, omdat de mechanische sterkte van dit staal boven een temperatuur van 650°C sterk vermindert. Door beperkingen in de warmteoverdracht van het staal naar het medium is de mediumtemperatuur in de praktijk substantieel lager dan de staaltemperatuur, deze bedroeg tijdens de test maximaal 552°C bij een staaltemperatuur van 650 °C. Uit Figuur 5.5 blijkt dat de temperatuur van het superkritische water verderop in het proces (na de reactor) nog slechts 506°C bedroeg, het temperatuurverlies in de reactor wordt veroorzaakt door de warmteverliezen van de reactor naar de omgeving. De procesdruk bedroeg tijdens deze run 260 bar.

**FIGUUR 5.5 OPWARMPROEF MET DEMIWATER. BIJ EEN STAALTEMPERATUUR VAN 650 °C (TT609) WORDT DE MAXIMALE MEDIUMTEMPERATUUR 552 °C VOOR DE REACTOR (TT613) EN 506°C NA DE REACTOR (TT614). DE TEMPERATUUR IN DE CYCLOON IS NET BOVEN HET SUPERKRITISCHE PUNT (380°C, TT402 EN TT601)**



Na afloop van de test ontstonden er gedurende de afkoeling van de installatie (waarschijnlijk vanwege materiaalspanningen) lekkages bij een aantal drukopnemers. Desondanks wordt deze test als geslaagd beschouwd omdat deze inzicht heeft verschaft in de procesdynamiek en een aantal verbeterpunten aan het licht heeft gebracht, waaronder de noodzaak tot het toevoegen van extra verwarmingsvermogen op de reactor om warmteverliezen daar te kunnen compenseren.

Op 19 augustus 2019 is geconstateerd dat er een aantal blindpluggen op de superheater lekten. Om verdere problemen en tijdvertraging te voorkomen is in overleg met Robox besloten de blindpluggen dicht te lassen. De engineering en uitvoering van dit traject door Robox zijn in november 2019 afgerond. In de periode dec 2019-feb 2020 zijn deze aanpassingen uitgevoerd, waarna de superheater weer is teruggeplaatst in maart 2020. Met het dichtlassen is de mogelijkheid van inspectie achteraf ontnomen, maar is het risico op uitval komen te vervallen. De noodzakelijke reparatie heeft helaas wel een substantiële vertraging in het project veroorzaakt.

# 6

## VERGASSING VAN GLYCEROL

Om de correcte werking van het vergassingsproces te valideren zijn een aantal proeven uitgevoerd met glycerol. Glycerol is gekozen omdat het vrij is van zouten (wat dus ook niet voor verstoppingen kan zorgen). Verder is het een goed modelsubstraat: er zijn verschillende literatuurreferenties beschikbaar over de productie van syngas uit vergassing van glycerine onder verschillende condities, waarmee de resultaten van proeven met de pilot plant kunnen worden vergeleken. Tenslotte is glycerine goed mengbaar met water en verpompbaar.

In 2021 zijn in de pilot plant op de rwzi Dinther verschillende proeven uitgevoerd met vergassing van glycerine. Daarbij was het doel om de massa- en energiebalansen op te maken bij een vergelijkbaar vermogen aan syngas te halen als het geval zal zijn bij vergassing van 150 l/h aan slib. Bij slib met een drogestofgehalte van 20% en 20% as betekent dit dat er 150 kW<sub>HHV</sub> aan gas kan vrijkomen bij volledige conversie. Om een vergelijkbare gasproductie te krijgen bij glycerine (19 MJ<sub>HHV</sub>/kg) betekent dit dat er een oplossing van ca. 19% glycerine zou moeten worden gebruikt.

### 6.1 EERSTE RUN MET GLYCERINE (19 MEI 2021)

Een eerste succesvolle proef met glycerinevergasning is uitgevoerd op vrijdag 19 mei 2021. De proef is uitgevoerd op 320 Bar en bij 610°C ingangstemperatuur in de reactor. De uitgangspunten hiervoor waren:

- Beoogde doorzet installatie 150 kg/h
- Na bijmenging van glycerine in het slibvat ter verhoging van de concentratie is niet gewacht tot het mengsel bijgewarmd is. De temperatuurdaling in slibvat is acceptabel omdat verpompbaarheid geen issue is met glycerine en de invloed op de warmtebalans van het hele systeem relatief gering is.
- Gewenste test concentraties glycerine ca 19%

Na enkele opstartproblemen met de wormpomp draaide het proces stabiel. In werkelijkheid is de proef gedaan met ca. 12% glycerine (bepaald op basis van gemeten inhoud van de silo aan demiwater en toevoer van twee cans glycerine (totaal 40 kg) en een doorzet van ca. 100 l/h. Dit komt overeen met 78 kW<sub>HHV</sub>.

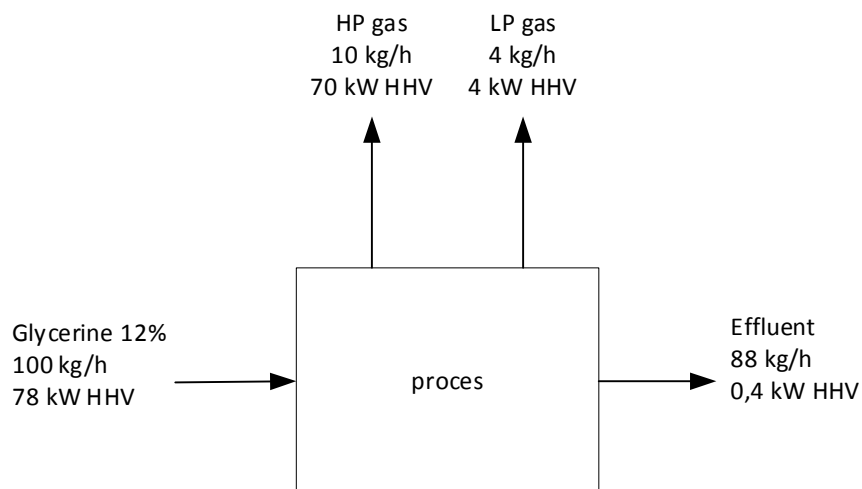
Aan de achterzijde van het proces kwam licht gekleurd effluent uit het proces, zoals weergegeven in Figuur 6.1. Er zijn geen TOC-metingen uitgevoerd op het effluent.

FIGUUR 6.1 LICHT VERKLEURD EFFLUENT UIT DE VERGASSINGINSTALLATIE



De middels de gasflowmeters gemeten gasproductie bedraagt ca 10 kg/h productgas en ca. 4 kg/h aan lage druk gas, met onderstaande samenstelling en eigenschappen. Dit komt overeen met 70 kW<sub>HHV</sub> en 4 kW<sub>HHV</sub>. Afwijkingen in de massa- en energiebalans kunnen worden verklaard uit foutmarges in de aflezing van meetgegevens.

FIGUUR 6.2 DE GEMETEN MASSA- EN ENERGIEBALANS VAN DE VERGASSINGPROEF MET GLYCERINE OP 19 MEI 2021



TABEL 6.1 GASSAMENSTELLING UIT DE HOGE DRUK EN LAGE DRUK FLASHVATEN

	Hoge druk flash	Lage druk flash
H <sub>2</sub> (%)	39,0%	17,4%
O <sub>2</sub> (%)	0,0	0,0%
N <sub>2</sub> (%)	0,0%	0,0%
CO (%)	1,3%	0,3%
CH <sub>4</sub> (%)	21,9%	5,4%
CO <sub>2</sub> (%)	27,6%	75,4%
C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> (%)	0,0%	0,0%
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> (%)	10,1%	1,5%
C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> + (%)	0,0%	0,0%
H <sub>2</sub> S (%)	0,0%	0,0%
HHV (MJ/m <sup>3</sup> )	21,0	5,46
Wobbe index (MJ/m <sup>3</sup> )	25,3	5,0
Dichtheid (kg/m <sup>3</sup> )	0,89	1,6
Methaangetal	61,6	70,7

Voor de goede werking van de gaschromatograaf is geconstateerd dat het nodig is om voor beide kanalen een minimale druk te garanderen van 1,5 Bar. De huidige wijze van gasaflaat door de lange leidingen zorgt ervoor dat deze druk niet altijd gegarandeerd is, hetgeen resulteerde in foutmeldingen bij de chromatograaf. Als praktische oplossing is ervoor gekozen de bestaande afvoerleidingen te voorzien van een drukregelventiel welke pas open gaat als de druk boven 1.5 Bar komt. Op deze wijze blijft de druk op de chromatograaf gegarandeerd op niveau.

Na afloop van de proef zijn lekkages geconstateerd op pluggen aan de zijkant van de superheater. Uit nader onderzoek is geconstateerd dat deze van een andere staalsoort zijn gemaakt dan de reactor zelf. Om deze lekkages door thermische spanningen in de toekomst te voorkomen zijn vervangende pluggen van het juiste materiaal geproduceerd en geplaatst.

Verder bleek tijdens de proefneming dat signalen voor de gaschromatograaf zijn omgewisseld in de PLC software. Dit is vervolgens opgelost.

## 6.2 TWEDE RUN MET GLYCERINE (6 AUGUSTUS 2021)

Op 6 aug 2021 zijn opnieuw vergassingsproeven uitgevoerd met glycerine, waarbij vergelijkbare resultaten zijn behaald als in de eerste proef met 220 liter van een 12,5% glycerine oplossing in water. Hier zijn echter opnieuw enkele praktische problemen geconstateerd:

- de beoogde flow van 150 l/h werd niet gehaald omdat de wormpomp te weinig opbrengst gaf
- de chromatograaf registreerde de Hoge Druk van flashtank 1 (HD) gasflow niet, er zijn wel metingen van de Lage druk van flashtank 2(LD) gassamenstelling (zie Tabel 6.2)
- de afvoer van gas uit het LD flashvat werkt nog niet optimaal, omdat de hier geplaatste regelklep (SV922) onvoldoende blijkt te kunnen afvoeren. De handmatig te openen bypassklep SV926 is niet bedoeld voor continue procesregeling en handmatig gebruik zorgt voor een slechte regelbaarheid, waarbij de gasstroom pulserend wordt afgevoerd en de druk in het LD vat niet stabiel is. Door een aanpassing in de gasafvoer na de regelklep kon dit worden opgelost.

TABEL 6.2 GASSAMENSTELLING UIT DE LAGE DRUK FLASH

	Lage druk flash
H <sub>2</sub> (%)	24,5%
O <sub>2</sub> (%)	0,0%
N <sub>2</sub> (%)	0,1%
CO (%)	0,3%
C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> + (%)	0,0%
CH <sub>4</sub> (%)	7,8%
CO <sub>2</sub> (%)	63,3%
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> (%)	2,9%
H <sub>2</sub> S (%)	0,0%
HHV (MJ/m <sup>3</sup> )	9,4
Wobbe index (MJ/m <sup>3</sup> )	9,0
Dichtheid (kg/m <sup>3</sup> )	1,4
Methaangetal ?	55,9

Tijdens het experiment zijn nog verschillende andere problemen met de installatie onderzocht welke pas aan het licht kwamen nadat er gas werd geproduceerd. Dit betreft problemen met de ijking van de gaschromatograaf, de gasflowmeters, etc. Ook deze problemen zijn na afloop van het experiment opgelost.

### 6.3 DERDE RUN MET GLYCERINE (1 SEPT 2021)

Op 1 september 2021 zijn opnieuw vergassingsproeven uitgevoerd met glycerine. Daarbij is ook de zoutaflaat voor het eerst getest, zie par. 7. In vergelijking met eerdere proeven zijn deze vergassingsproeven relatief succesvol verlopen en kon er (na correctie voor niveauverschillen in flashvaten) redelijk goed sluitende massa- en energiebalansen worden opgesteld.

#### 6.3.1 VOORBEREIDING EXPERIMENT

Voorafgaand aan dit vergassingsexperiment is de installatie (zoals gebruikelijk) opgewarmd met demiwater. Daarbij werd al tijdens het opwarmen een significante gasproductie geconstateerd, mogelijk vanwege achtergebleven organische residuen in de koelere delen van de installatie na het plotseling moeten stopzetten van eerdere experimenten. Het effluent is tijdens dit opwarmproces ook enigszins gekleurd, wat duidt op een hogere TOC vanwege een te lage procestemperatuur. Met het recirculeren van effluent over de installatie en het verder verhogen van de temperatuurniveaus tijdens de opwarmfase liep de gasproductie geleidelijk terug en werd het niveau in beide flashvaten vrijwel stabiel, waarbij ook de kleur van het effluent veranderde van verkleurd naar helder. Dit duidt er op dat organische componenten in de vloeistof langzaam maar zeker alsnog werden afgebroken. Geconcludeerd werd dat de installatie op dat moment klaar was voor de volgende stap. De mediumtemperatuur na de superheater was op dat moment 597°C.

Na opwarmen van de installatie met demiwater is gestart met het testen van de zoutaflaat. Tijdens de test is 12 kg keukenzout toegevoegd aan 300 liter water om de werking van de zoutaflaat te testen. Daarbij is de geleidbaarheid van influent, effluent en zoutaflaat gemeten. Helaas gaf dit onverwachte meetwaarden en is de test niet naar tevredenheid verlopen, naar later bleek omdat de cycloon inwendig defect was. Zie hoofdstuk 7 voor meer details.



Na afloop van de test met de zoutaflaat is eerst gespoeld met demiwater, waarna is overgeschakeld naar een 9,1% glycerineoplossing in de silo. Daarbij verminderd de werking van de wormpomp vanwege de lage viscositeit, er kon slechts een beperkte doorzet van 75 l/h worden bereikt in plaats van de beoogde 150 l/h.

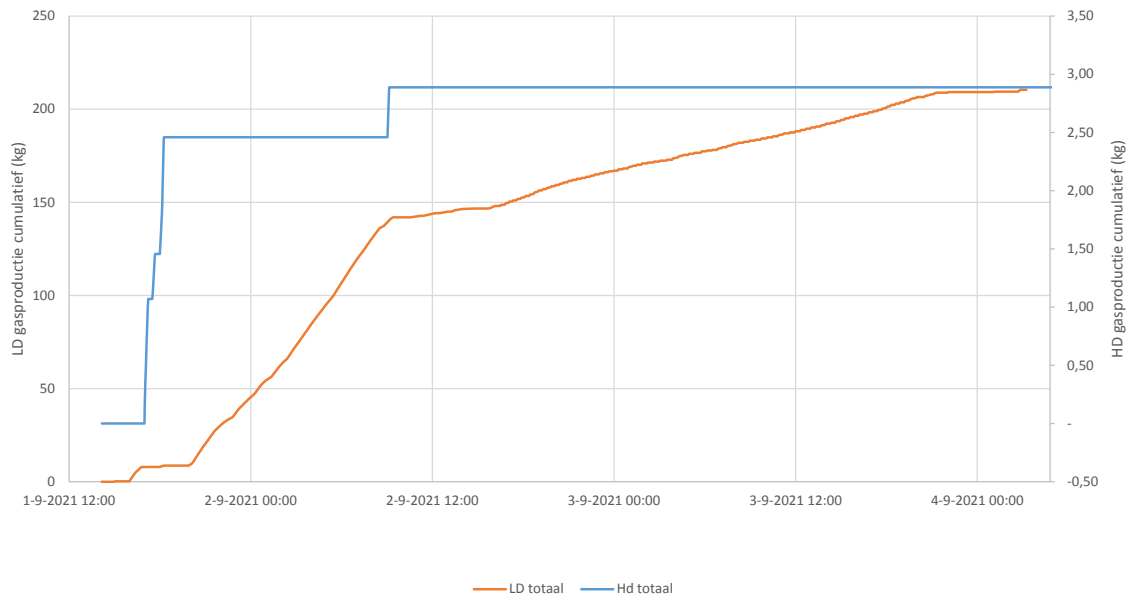
De behaalde temperaturen en drukken op verschillende locaties in de installatie zijn weergegeven in Figuur 6.4. Te zien is dat de temperatuur na de reactor (gele lijn) achterblijft op de temperatuur voor de reactor (grijze lijn), omdat de totale warmteinput naar het systeem afnam door de kapotte de tracing op de reactor. De gemiddelde temperatuur in de reactor tijdens de run was ca 560°C.

### 6.3.2 GASPRODUCTIE

Om 14:10 is gestart met de toevoer van glycerine. In Figuur 6.4 is te zien dat het eerste LD gas de installatie na 20 minuten verlaat. Het LD flashvat is op dat moment zover gevuld met gas dat de bovenste niveausensor geen vloeistof maar gas detecteert. De productie van gas uit het HD flashvat komt later op gang omdat het door de hogere druk en de lagere productie langer duurt voordat de bovenste niveausensor wordt bereikt met gas.

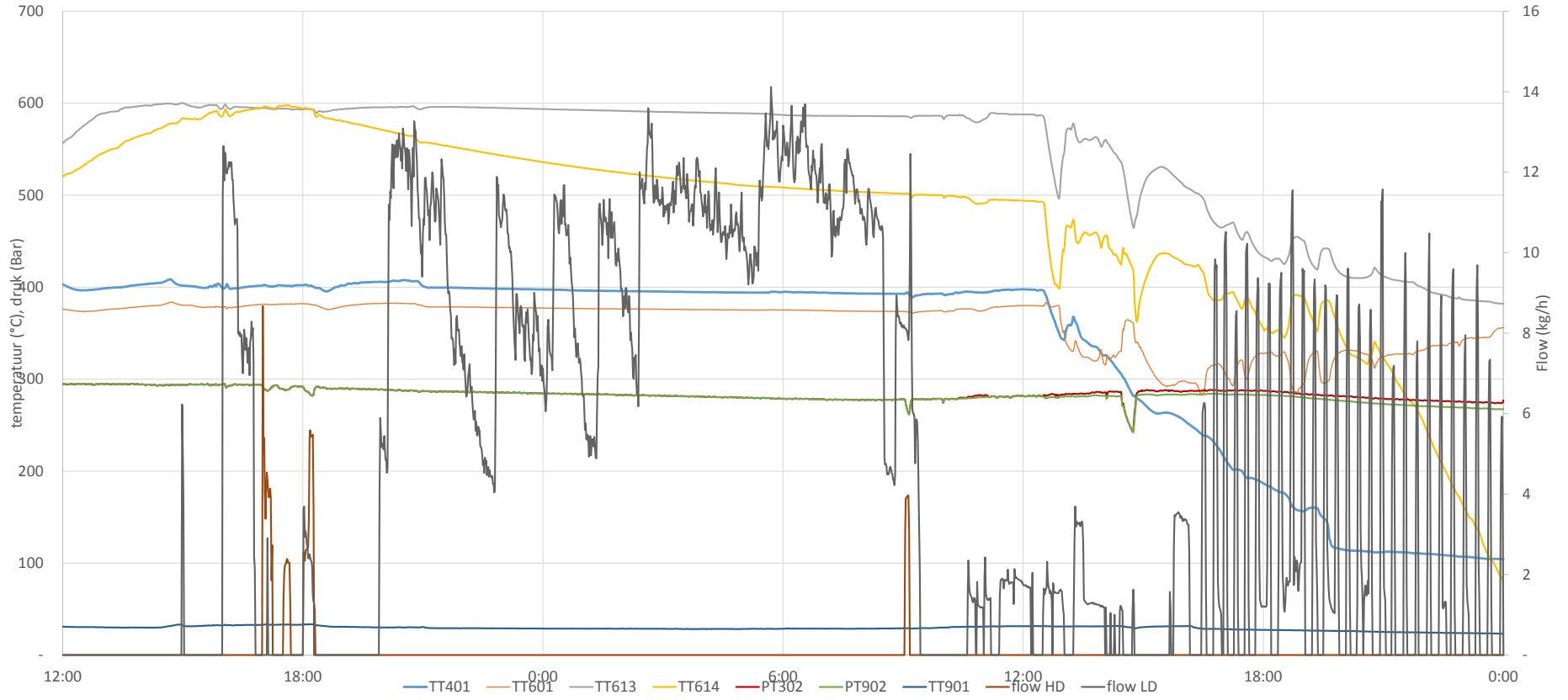
De cumulatieve gasproductie is weergegeven in Figuur 6.3. Hieruit blijkt dat de LD gasproductie nog dagen doorliep tijdens het afkoelen van de installatie, na afbreken van de proef om 18:30 op 1 sept. Uiteindelijk is er 2,89 kg HD gas en 210 kg LD gas gemeten.

FIGUUR 6.3 AAN DE HAND VAN DE FLOWMETERS BEPAALDE CUMULATIEVE GASPRODUCTIE IN DE LD EN HD FLASH



De samenstelling van het geproduceerde gas is weergegeven in Tabel 6.3. Hieruit blijkt dat het HD gas voor bijna de helft bestaat uit waterstof en voor het overige vrijwel gelijke delen methaan en kooldioxide. Het gas uit de LD flash bestaat voor driekwart uit CO<sub>2</sub>, daarnaast is er nog steeds ca 20% H<sub>2</sub> aanwezig.

FIGUUR 6.4 TEMPERATUREN OP VERSCHILLENDE LOCATIES IN HET PROCES EN FLOWS VANUIT DE LD EN HD FLASH



TABEL 6.3 SAMENSTELLING VAN HET GEPRODUCEERDE GAS

Component	Chemische formule	HD gas	LD gas
		% vol db	% vol db
waterstof	H <sub>2</sub>	49,5%	18,6%
zuurstof	O <sub>2</sub>	0,0%	0,0%
stikstof	N <sub>2</sub>	0,0%	0,0%
koolmonoxide	CO	1,2%	0,2%
methaan	CH <sub>4</sub>	22,3%	5,0%
kooldioxide	CO <sub>2</sub>	26,7%	74,7%
ethyleen	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	0,0%	0,0%
ethaan	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	0,0%	1,4%
waterstofsulfide	H <sub>2</sub> S	0,0%	0,0%
propane	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	0,2%	0,0%
HHV	MJ/m <sup>3</sup>	15,5	5,4
Wobbe	MJ/m <sup>3</sup>	20,4	5,0
Dichtheid	kg/m <sup>3</sup>	0,75	1,55
Methaangetal		103,9	69,4

Wanneer deze eigenschappen worden gecombineerd met de hoeveelheden geproduceerd gas, volgt de massa- en energie-inhoud van het geproduceerde gas uit Tabel 6.4.

TABEL 6.4 MASSA EN ENERGIE-INHOUD VAN HET GEPRODUCEERDE GAS

		HD gas	LD gas	totaal
		mass	kg <sub>wb</sub>	2,9
volume	m <sup>3</sup>	3,9	136,1	140,0
density	kg/m <sup>3</sup>	0,75	1,54	1,52
LHV	MJ/kg	18,04	3,05	3,25
	MJ/m <sup>3</sup> <sub>db</sub>	13,44	4,70	4,94
HHV	MJ	52,15	640,22	692,4
	MJ/kg	20,52	3,46	3,70
	MJ/m <sup>3</sup> <sub>db</sub>	15,29	5,34	5,62
	MJ	59,31	727,44	786,8

Omdat uit de verdeling van gasproductie over beide flashvaten blijkt dat vrijwel al het geproduceerde gas over de lage drukflash vrijkomt, is na afloop van dit experiment door middel van evenwichtsberekeningen onderzocht in hoeverre de bedrijfscondities van de beide flashvaten optimaal zijn voor de gevonden gassamenstelling. Uit deze analyse blijkt dat het beter zou zijn geweest om de eerste flash te bedienen op een lagere druk, bijvoorbeeld 100 Bar. Dit zou praktisch kunnen worden gerealiseerd door middel van een extra drukregelklep welke voorafgaand aan het hogedruk flash vat wordt gemonteerd.

### 6.3.3 TOTALE MASSA- EN ENERGIEBALANS

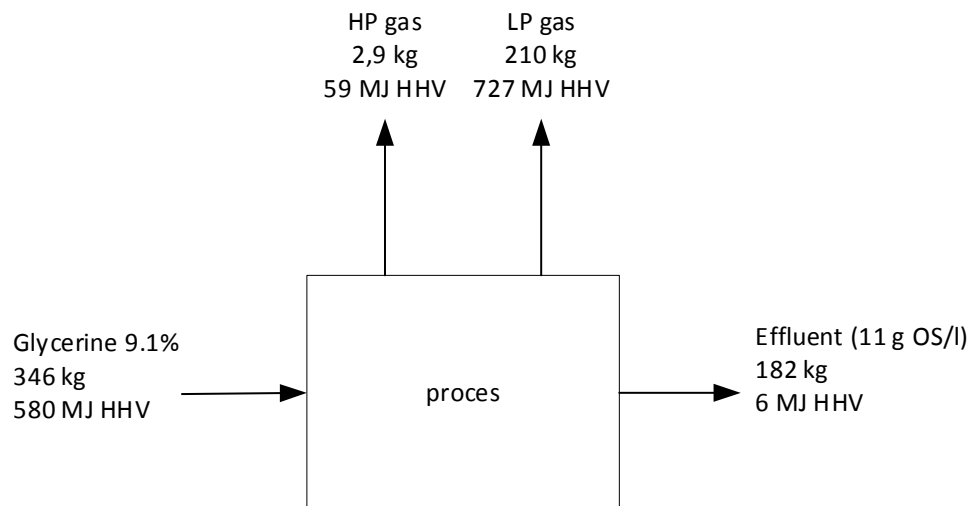
Er is tijdens de proef 31,6 kg glycerine verwerkt in een totaal van 346 kg influent (9,1%). Met een energie-inhoud van 18 MJ/kg HHV/16 MJ/kg LHV vertegenwoordigt dit een energieinhoud van 580 MJ<sub>HHV</sub> / 515 MJ<sub>LHV</sub>.

Er is tijdens de proef 260 liter aan effluent uit gekomen, exclusief mogelijke niveauverschillen in de flashvaten tussen voor en na de test. Omdat de inhoud van beide flashvaten niet nauwkeurig kan worden vastgesteld vanwege de vrij grove stapsgewijze niveaumeting, is de daadwerkelijke productie bepaald op 140-224 liter (gem 182 kg). Dat levert een massaver-

schil tussen influent en effluent van 122 tot 206 kg, wat er als gas uitgekomen zou moeten zijn gekomen. Dat lijkt redelijk in overeenstemming met de gemeten gasproductie (193 kg). Uit een labanalyse blijkt dat het effluent nog 11 g per liter organische stof bevat. Dit komt overeen met 2 kg organische stof over het hele experiment, ofwel een conversie (Cold Gas Efficiency) van ca 95%. Organische residuen die achterblijven in het systeem (of achtergebleven zijn van een vorige proef) kunnen deze bepaling beïnvloeden. Om dit effect te minimaliseren is steeds gewacht met het stopzetten van de installatie tot het moment dat de gasproductie stopte.

Voor wat betreft de energiebalans geldt dat in het geproduceerde gas  $786 \text{ MJ}_{\text{HHV}} / 692 \text{ MJ}_{\text{LHV}}$  is teruggevonden, dit is 42% meer dan in de input aanwezig kan zijn. Een mogelijke verklaring is dat er bij de start van de proef al organische afzettingen van vorige proefnemingen aanwezig zijn geweest in de installatie, die langere tijd voor gasproductie hebben gezorgd. Een andere mogelijkheid is dat de samenstelling van het gas dat na de proef is geproduceerd, anders is dan hetgeen tijdens de proef is geproduceerd. In dat geval kan het zijn dat de energie-inhoud substantieel lager is. Naar aanleiding van deze resultaten is wel besloten om bij vervollexperimenten ook na beëindiging van de proeven de gassamenstelling en het alsnog vrijkomende gas na verlaging van de druk te blijven monitoren.

FIGUUR 6.5 MASSABALANS EN CHEMISCHE ENERGIEBALANS VAN DE VERGASSINGPROEF MET GLYCERINE OP 1 SEPT 2021



Het externe energiegebruik van de installatie tijdens de proef bestaat uitsluitend uit elektriciteit. Tijdens de proef is 105 kWh (378 MJ) aan elektriciteit gebruikt, hoofdzakelijk in de tracing voor de compensatie van warmteverliezen en voor een klein deel aan pompenergie. Dit komt overeen met 65% van de chemische energie-inhoud van het influent. Een groot deel hiervan is nodig voor de compensatie van warmteverliezen naar de omgeving. Daarmee is het energetisch rendement van het proces op de gehanteerde pilot schaal nog beperkt, en de noodzaak tot verdere thermische isolatie van procescomponenten bij eventuele opschaling evident.

Omdat de temperatuur van het effluent slechts ca 30-40 K hoger is dan het influent, is het ontwerp van de warmtewisselaar juist zeer effectief gebleken en conform ontwerp.

# 7

## ZOUTAFSCHEIDING

De afscheiding van zouten bestaat uit een cycloon, slurrykoeler en sluismechanisme. De cycloon is geplaatst in het proces na de warmtewisselaar bij de overgang van subkritische naar superkritische condities. Hierbij worden neergeslagen, vaste zouten als een slurry afgescheiden van de rest van het medium. Dit wordt vervolgens afgekoeld in een kleine warmtewisselaar, waarna het via een sluismechanisme wordt afgescheiden uit de installatie.

Om de werking van de zoutaflaat te testen is op 6 augustus 2021 een extra proef uitgevoerd met de zoutaflaat. Daarbij is gewerkt met een modelmengsel van 12 kg keukenzout in een 300 l demiwateroplossing (40 g/liter). Geconstateerd werd dat de software voor het regelen van de hydraulische kleppen waarmee de zoutaflaat wordt bediend nog geen automatische bedrijfsvoering toestaat, het is echter wel mogelijk de zoutafvoer te bedienen op de handmatige stand. Met een geleidbaarheidsmeter zijn toen proeven uitgevoerd waarbij de geleidbaarheid van het effluent en van de zoutaflaat zijn bepaald. Vreemd genoeg werd daarbij geconstateerd dat de zoutconcentratie in de zoutaflaat (86 mg/l) juist lager is dan dat van het effluent (10 g/l) en influent (40 g/l). Geconstateerd is daarom dat er waarschijnlijk een intern probleem is met de cycloon.

FIGUUR 7.1

DE VERVORMDE IN- EN UITLAAT VAN DE CYCLOON



Bij demontage van de cycloon enkele dagen na de proef bleek inderdaad dat deze intern beschadigd was, mogelijk door drukschommelingen zoals ontstaan bij de eerder opgetreden verstoppingen. Hierdoor werd niet alleen de werking van de cycloon nadelig beïnvloed, maar ook de afvoer van zoutslurry aan de onderkant belemmerd terwijl relatief schoon water uit de tussenruimte tussen de cycloon en het omliggende drukvat uit de onderzijde kon worden afgevoerd. Na afloop van het experiment is een nieuwe cycloon gemaakt waarmee vervolgent experimenten konden worden uitgevoerd. Hiermee zijn experimenten uitgevoerd met vergassing van slib.

# 8

## VERGASSING VAN SLIB

Na het testen van de individuele componenten zoals hiervoor beschreven is gestart met een experimentele fase waarin slib is vergast. Er zijn daarop verschillende proeven uitgevoerd waarbij slib is toegevoerd aan de installatie, met uiteenlopende resultaten.

### 8.1 EERSTE RUN MET SLIB (15 - 16 DEC 2021)

Na opwarming van de installatie vanaf 10 december is op 15 en 16 december 2021 voor het eerst slib in de installatie gebracht en daarbij opnieuw de zoutaflaat te testen met de vernieuwde cycloon. Dit betrof vers spuislub van de installatie te Dinther. Om mogelijke problemen door verstopping uit te sluiten is daarbij het slib met een grove zeef voorbehandeld en werd de installatie gevoed vanuit een IBC ipv de slibsilos.

FIGUUR 8.1 GROVE FILTERING VAN SPUISSLIB VOOR INVOER IN DE INSTALLATIE



Bij het omschakelen van demiwater naar slib bleek echter al snel dat de installatie slechts een debiet van 68 l/h haalde i.p.v. de beoogde 150 l/h, gemeten aan de hand van de hoeveelheid geproduceerd effluent.

Als gevolg hiervan daalde de warmteoverdracht in de superheater en reactor waardoor de cycloon onvoldoende warm werd om zout af te kunnen vangen (328°C i.p.v. 380°C). Omdat dit het risico significant verhoogt op ongewenste neerslag in de superheater en reactor is de run voortijdig afgebroken. De temperatuur in de reactor was door de verminderde warmteoverdracht gezakt van 597°C naar 528°C.

Door een softwarefout verliep het automatisch afvoeren nog niet optimaal. Het afvoeren geschiedde in te grote hoeveelheden, waardoor de slurry-koeler deze goed kon afkoelen. Hierdoor werden diverse procescomponenten na de koeler blootgesteld aan te hoge temperaturen. Om dit te voorkomen en een meer gelijkmatige procesvoering te bewerkstelligen is besloten om na afloop van het experiment de positie van de aanslag van de drukcilinder aan te passen, zodat er vaker kleinere hoeveelheden zoutslurry worden afgevoerd en er meer tijd is om een batch af te koelen.

Later bleek dat de te lage flow met slib werd veroorzaakt doordat in de hoge druk pomp de terugslagkleppen niet goed sloten. Dit kon worden verholpen door deze door de fabrikant te laten leppen (dit is een gebruikelijke handeling bij lekkende kleppen, waarbij kleine onregelmatigheden zoals slijtsproten door polijsten uitgevlakt worden zodat de kleppen weer optimaal sluiten).

## 8.2 TWEDE RUN MET SLIB (15 FEB 2022)

Na het leppen van de terugslagkleppen in de HD pomp en het aanpassen van de zoutaflaat zijn op 15 februari opnieuw testen uitgevoerd. Daarbij is eerst de werking van de zoutaflaat getest en vervolgens slib toegevoerd aan de installatie.

Bij het opstarten bleek meteen dat het leppen van de kleppen succesvol is geweest, nu kon eenvoudig een flow van 170 l/h demiwater worden gehaald over het systeem. De werking van de zoutaflaat is getest door na de opwarmfase met demiwater keukenzout toe te voeren aan het gerecirculeerde demiwater. Door de geleidbaarheid te meten van voeding, effluent en de zoutaflaat kon worden bekeken of de zoutaflaat naar behoren functioneert.

Aan het demiwater in de slibsilos is keukenzout toegevoerd tot een concentratie van 40 g/liter. Dit verhoogde de geleidbaarheid van de voeding van 0,3 mS/cm naar 1,8 mS/cm. In een periode van 30 minuten is de zoutaflaat 3 keer geactiveerd. Daarbij werd 41 liter zoutslurry met een donkere kleur afgetapt uit het proces met een geleidbaarheid van 11-40 mS/cm, inclusief een verdunning van het effluent met een factor 7 vanwege het spoelen van het systeem. Dit komt neer op een verhoging van de zoutconcentratie ten opzichte van de voeding met een factor 45-150. Er is dus sprake van een duidelijke concentratie in de zoutaflaat, echter de zoutbalans is niet sluitend te krijgen (voor Na en Cl was er een afwijking tot 22% in de massabalans).



FIGUUR 8.2

## SNELLE METING VAN DE ZOUTCONCENTRATIE A.D.H.V. DE GELEIDBAARHEID



Gedurende het experiment zijn monsters genomen van de voeding, zoutaflaat en effluent om naderhand door Aquon te laten analyseren op de concentratie anorganische componenten. Daarbij is naast Na en Cl ook getoetst op de aanwezigheid van metalen uit de constructie van de installatie (Fe, Ni, Cr). De aflaat kan ook niet omgezette organische stof bevatten maar hierop is niet geanalyseerd. Hieruit bleek dat de zoutconcentratie van Na en Cl in het effluent ca 20-30% lager was dan in de voeding, in tegenstelling tot wat de geleidbaarheidsmetingen suggereren duidt dit erop dat de cycloon slechts 20-30% zou afvangen. Wel bleek dat er relatief hoge concentraties Fe, Ni en Cr aanwezig waren in zowel effluent als zoutslurry, wat duidt op significante corrosie van de warmtewisselaar, wellicht door de aanwezigheid van de bewust toegevoegde hoge concentraties chloor. De genoemde componenten worden bijna volledig afgevoerd via de zoutafvoer. De zoutaflaat was verder bruin van kleur. Omdat er op het moment van de proeven met de zoutaflaat nog geen slib werd toegevoegd, kan dit niet worden veroorzaakt door niet omgezet organisch materiaal, maar moet het gerelateerd zijn aan de hoge concentratie Fe, Ni en Cr.

Er traden onverklaarbare druk- en temperatuur wisselingen op in het systeem. Het vermoeden bestaat dat deze veroorzaakt worden door afzettingen op plaatsen waar de overgang naar superkritische condities plaatsvindt. De drukwisselingen zijn reden om de test verder af te breken, zonder dat er slib is toegevoerd aan het systeem.

**TABEL 8.1 LABANALYSE VAN ZOUTEN EN DE WERKING VAN DE ZOUTAFVOER OP 15 FEBRUARI 2022**

	Cl	Cr	Fe	Na	Ni
	mg/l	ug/l	mg/l	mg/l	ug/l
Voeding	24.000	10	0,5	15.000	76
Slurry	34.500	2.000	140	34.000	39.000
gecompenseerd voor verdunning	241.500	14.000	980	238.000	273.000
concentratiefactor	10x	1.400x	1.960x	16x	3.592x
Effluent	16.900	220	5,3	12.000	920
Fractie van input	0,70x	22x	10,6x	0,80x	12,1x

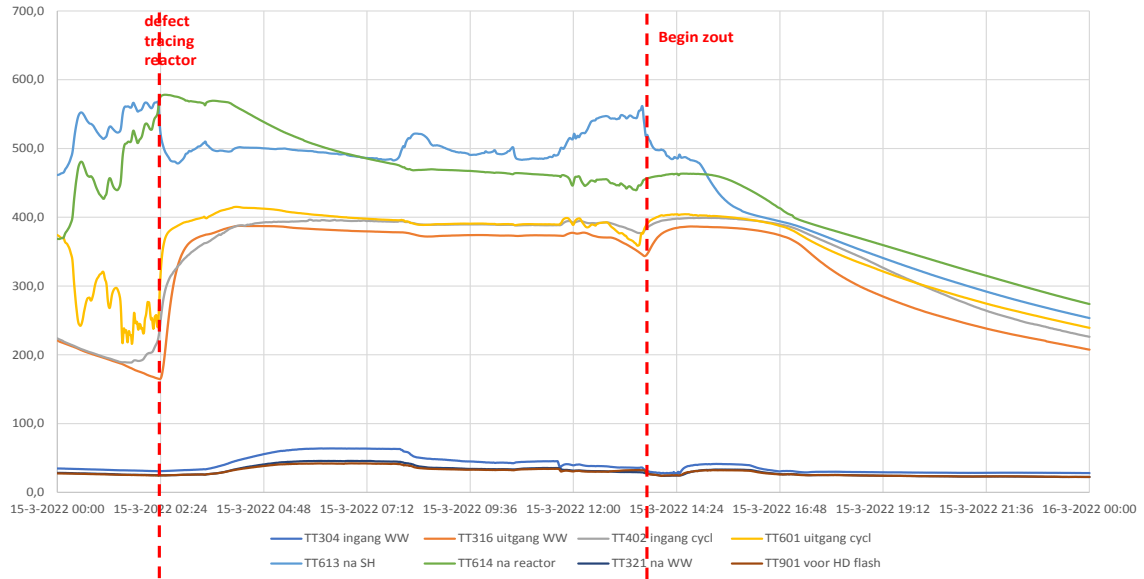
### 8.3 DERDE RUN MET SLIB (15 MAART 2022)

Op 15 maart 2022 is de zoutaflaat nogmaals getest. Daarbij is na het opwarmen van de installatie helaas de tracing op de reactor opnieuw defect geraakt, waardoor de uitgaande temperatuur uit de reactor terugliep van ca 580 °C naar ca. 550 °C. Omdat na stabilisatie van de condities de cycloon nog wel net onder superkritische condities werkte (zie Figuur 8.3) is besloten de zoutafvang kort te testen, alvorens de installatie uit te schakelen. Uit Tabel 8.2 blijkt dat ca 2% van de hoeveelheden natrium en chloor ook in het effluent terecht komen, zodat de cycloon goed lijkt te werken. Tijdens deze proef trad echter lekkage op bij de cycloon, waarop is besloten de proef alsnog af te blazen.

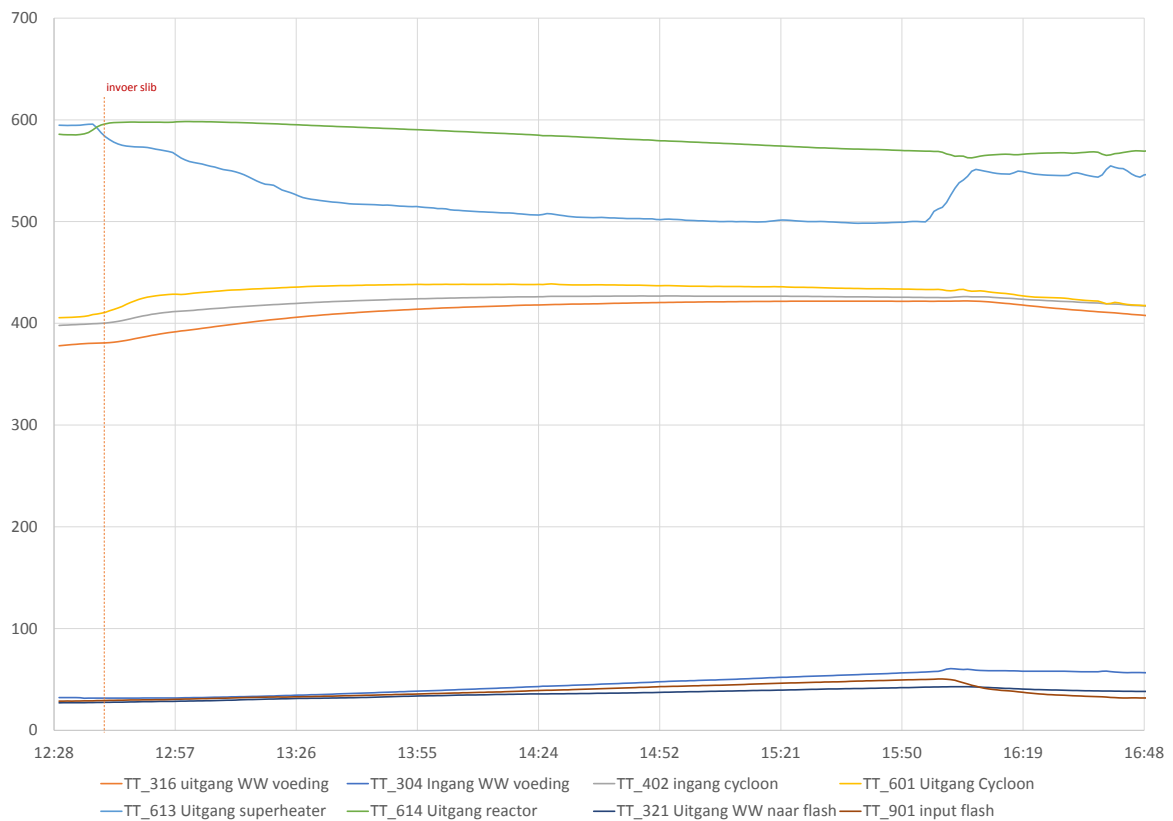
**TABEL 8.2 LABANALYSE VAN ZOUTEN EN DE WERKING VAN DE ZOUTAFVOER OP 15 MAART 2022**

	Cl	Fe	Na
	mg/l	mg/l	mg/l
Voeding	20.000	0,5	14.000
Slurry (na verdunning met spoelwater)	1.310	5,6	870
Effluent	342	0,59	240
Fractie van input	0,02x	0,9x	0,02x

Er zijn 3 monsters genomen van influent, effluent en brine. Deze zijn geanalyseerd in het lab. Uit de analyses blijkt dat de cycloon niet goed functioneert. Ook worden er wederom zeer hoge concentraties metalen gemeten in de brine. Deze was wederom zwart/bruin van kleur.

**FIGUUR 8.3** TEMPERATUURVERLOOP OP VERSCHILLENDE LOCATIES IN HET PROCES**8.4 VIERDE RUN MET SLIB (28 APRIL 2022)**

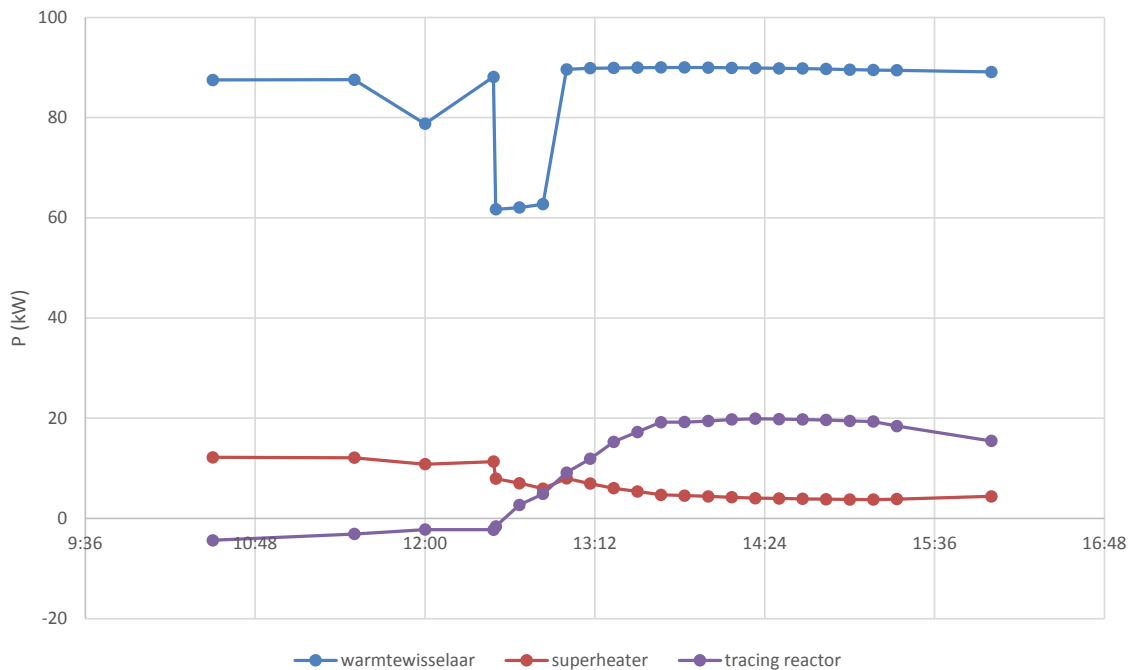
Na verschillende experimenten met slib waarbij verschillende componenten in het systeem faalden en proeven voortijdig moesten worden afgebroken is er op 28 april 2022 eindelijk een succesvolle testrun gedraaid gedurende 4 uur waarbij 100 l/h aan slib is vergast uit de zuivering te Dinther. Gebruik was gemaakt van ingedikt en gecentrifugeerd slib wat vervolgens was verdund vanaf ruim 20% naar ca. 5% droge stof.

**FIGUUR 8.4** TEMPERATUURVERLOOP OP VERSCHILLENDE LOCATIES IN HET PROCES TIJDENS DE VIERDE RUN

Vanaf 12:30 uur is dit slib ingevoerd in het proces. Uit Figuur 8.4 blijkt dat de temperatuur van het medium uit de superheater vrijwel direct na het omschakelen daalt, van ca 600°C naar 500°C na ca. 1.5 uur, en vervolgens redelijk stabiel blijft. De temperatuur van het medium uit de daarna geschakelde reactor daalt minder snel, maar zakt na enkele uren ook van 600°C naar ca. 560°C. Dit is eigenlijk te laag voor een goede conversie. Het effluent uit de installatie vertoonde dan ook aan het eind van de proef een enigszins geelbruine kleur (Figuur 8.7). De externe toevoer van proceswarmte verschuift daarmee van de superheater naar de reactor, zie ook Figuur 8.5. De temperatuur van de cycloon steeg tijdens de verwerking van slib van ca 400°C naar 420°C en was daarmee gedurende de gehele proef steeds voldoende superkritisch.

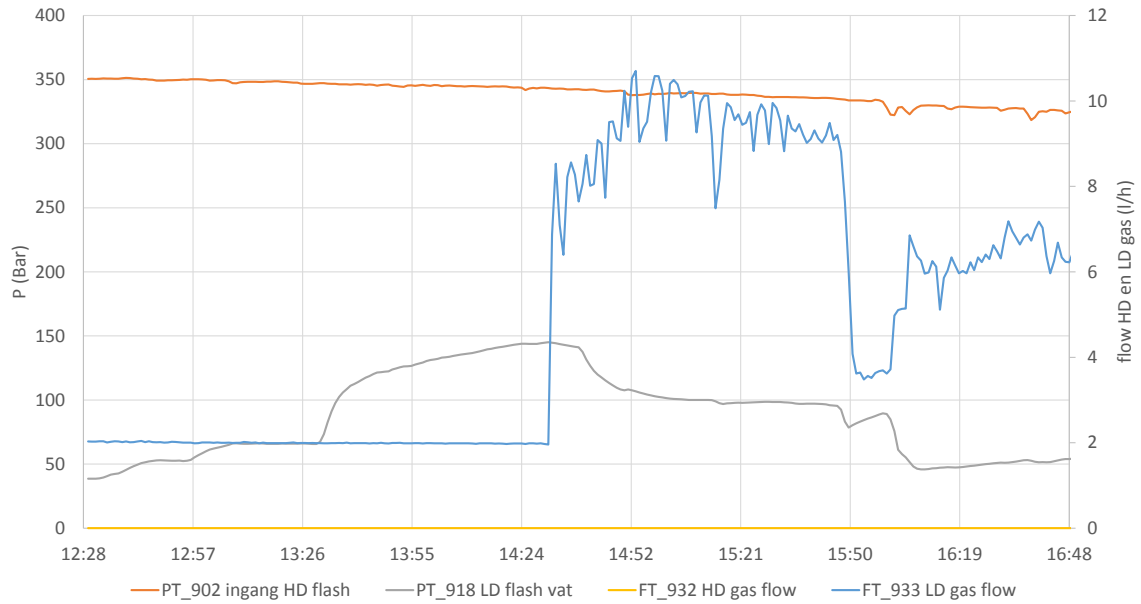
Door een storing in het drukhoudsysteem zakte de druk net voordat de proef begon naar ca. 275 Bar. Omdat de handmatige instelling van de procesdruk niet heel accuraat kan plaatsvinden, was er daarna sprake van een oplopende druk tot 350 Bar waardoor de HD-pomp korte tijd naar een minimum toerental terugging en ook de flow korte tijd werd verlaagd naar 70 liter per uur. Na korte tijd herstelde dit zich weer tot 100 liter per uur. Dit veroorzaakte de korte dip in de warmteoverdracht van de warmtewisselaar.

FIGUUR 8.5 TOEVOER VAN WARMTE VANUIT WARMTEWISSELAAR, SUPERHEATER EN REACTOR NAAR HET MEDIUM TIJDENS DE VIERDE RUN



Het is aannemelijk dat deze verandering in warmteoverdracht gerelateerd is aan de vorming van productgas, wat zich uiteindelijk verzameld in het lage druk flashvat. Uit onderstaande figuur blijkt dat na ruim 2 uur toevoer van slib er zoveel gas in de LD flash is verzameld dat de grenswaarde van 5 Bar wordt bereikt waarboven het wordt afgevoerd zodat het kan worden geanalyseerd. In de HD flash is er na uren draaien nog vrijwel geen meetbaar volume aan gas verzameld.

FIGUUR 8.6 OPBOUW EN AFLAAT VAN LD GAS UIT HET PROCES BIJ VERGASSING VAN SLIB



Helaas was de bemonstering van de gaschromatograaf op het moment van het vrijkomen van het gas nog niet goed ingesteld, waardoor er geen analyse kon worden gemaakt. De proef is daarom voortijdig afgebroken. Er zijn wel monsters genomen van voeding, zoutaflaat en effluent.

FIGUUR 8.7 MONSTERS VAN SLIB, ZOUTFRACHTIE EN EFFLUENT TIJDENS DE VIERDE RUN



Uit analyses hiervan door Aquon bleek dat de input voor 10% van de droge stof anorganisch van aard was, in de zoutslurry was dit 96% en vanuit de effluent 55%. Dit duidt er op dat de zoutafscheider inderdaad vooral zouten lijkt af te voeren, en de omzetting inderdaad nog

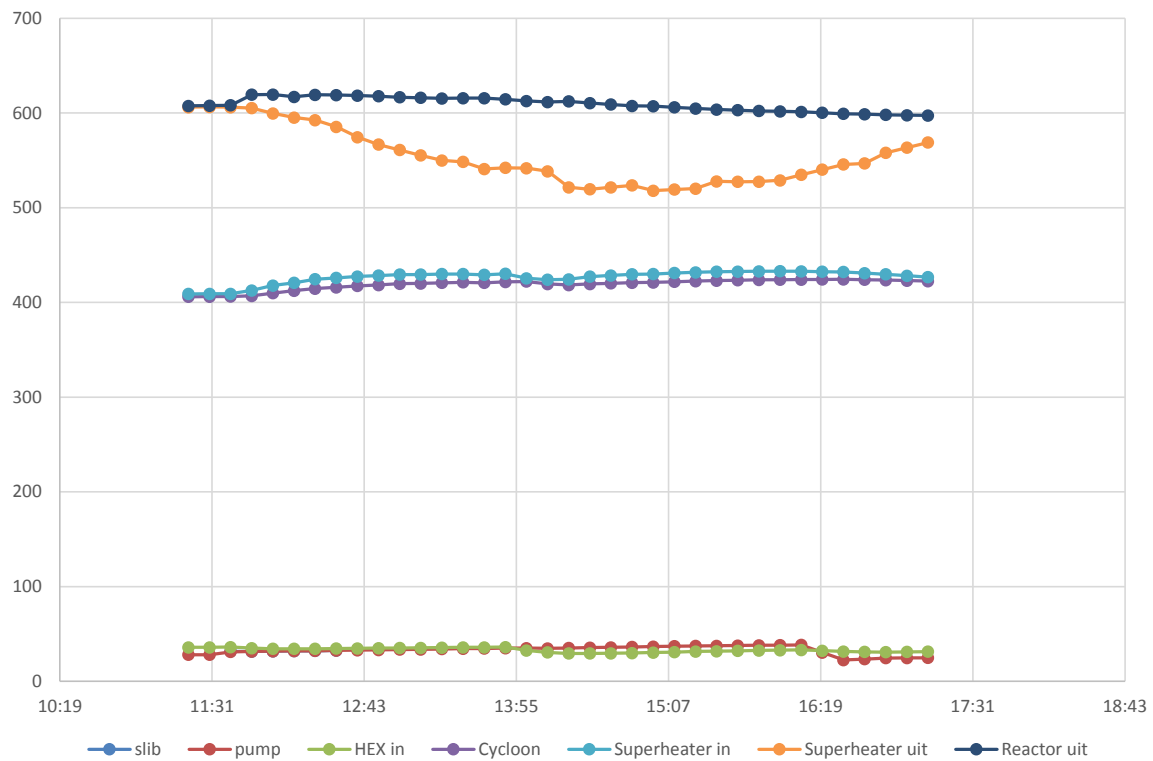
niet compleet is (hoogstwaarschijnlijk vanwege de te lage reactortemperatuur). De zoutaflaat was redelijk donker van kleur en deze bevatte bovendien aardig wat zand. De donkere kleur kan worden verklaard doordat het materiaal bij de heersende temperatuur (ca 400°C) nog niet goed de kans heeft gehad om volledig om te worden gezet. Verwijdering van het zand+zout mengsel voorkomt dat het in de superheater of reactor voor problemen zorgt.

Er kon geen goede massabalans worden gemaakt op basis van de beschikbare gegevens.

### 8.5 VIJFDE RUN MET SLIB (19 MEI 2022)

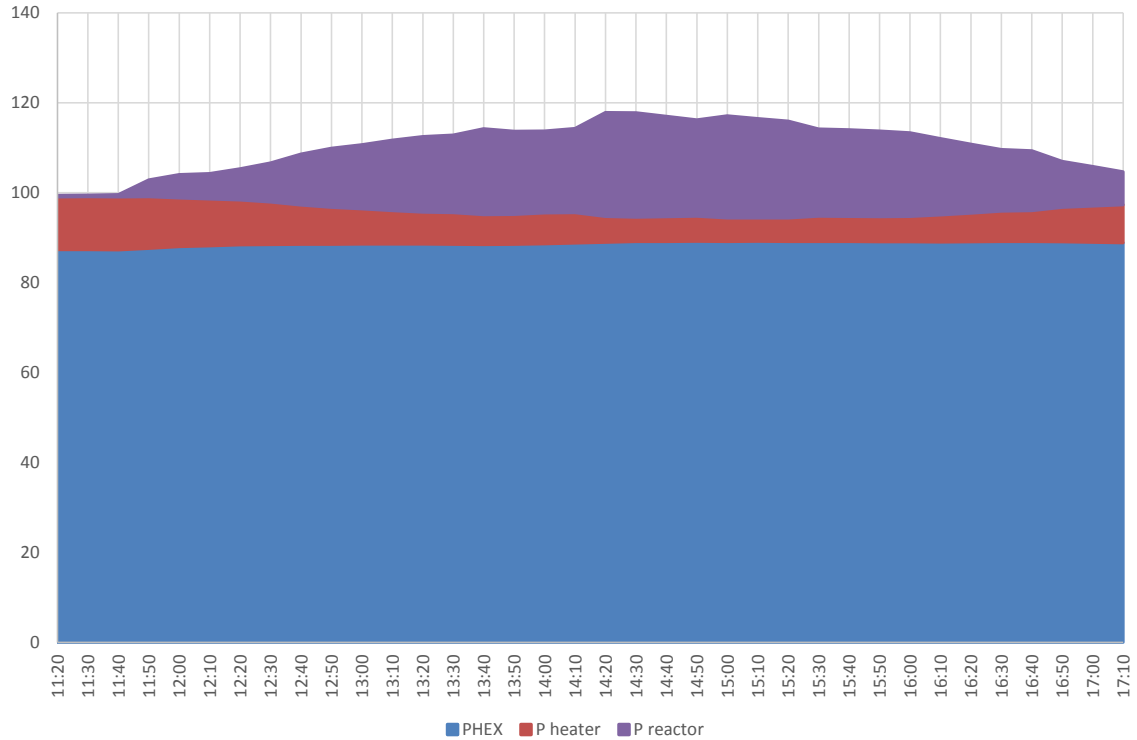
Op 19 mei is opnieuw een vergassingsexperiment uitgevoerd met slib, waarbij de installatie wel stabiel gedurende 6 uur kon worden bedreven en de vrijgekomen productstromen konden worden geanalyseerd. Bovendien werden de verwarmingselementen op hogere temperatuur bedreven dan gebruikelijk (675°C) waardoor ook de temperatuur van het medium relatief hoog was. Dit leidde tot een goede omzetting.

FIGUUR 8.8 TEMPERatuurVERLOOP OP VERSCHILLENDE LOCATIES IN HET PROCES TIJDENS DE VIJFDE RUN



Tussen 11:30 en 16:30 is er 150l/h aan slib met ca 8% droge stof ingevoerd in het proces. Figuur 8.8 laat zien dat de warmteoverdracht in de superheater vanaf moment dat er slib wordt ingevoerd net als bij eerdere experimenten vrijwel direct terugloopt tot ongeveer 50% van de warmteoverdracht bij water (zie ook Figuur 8.9). Dit wordt bijna volledig gecompenseerd door de warmteoverdracht in de reactor, welke juist lijkt te verbeteren. Daarbij daalde de ingangstemperatuur in de reactor naar ca 520 °C, waarna deze zich weer herstelde tot bijna het oude niveau. De uitgaande stroom uit de reactor bleef gedurende de volledige run boven de 600°C. Net als bij de vierde run daalt ook deze temperatuur na verloop van tijd. Het gedrag van de installatie is daarmee vergelijkbaar met de vierde run.

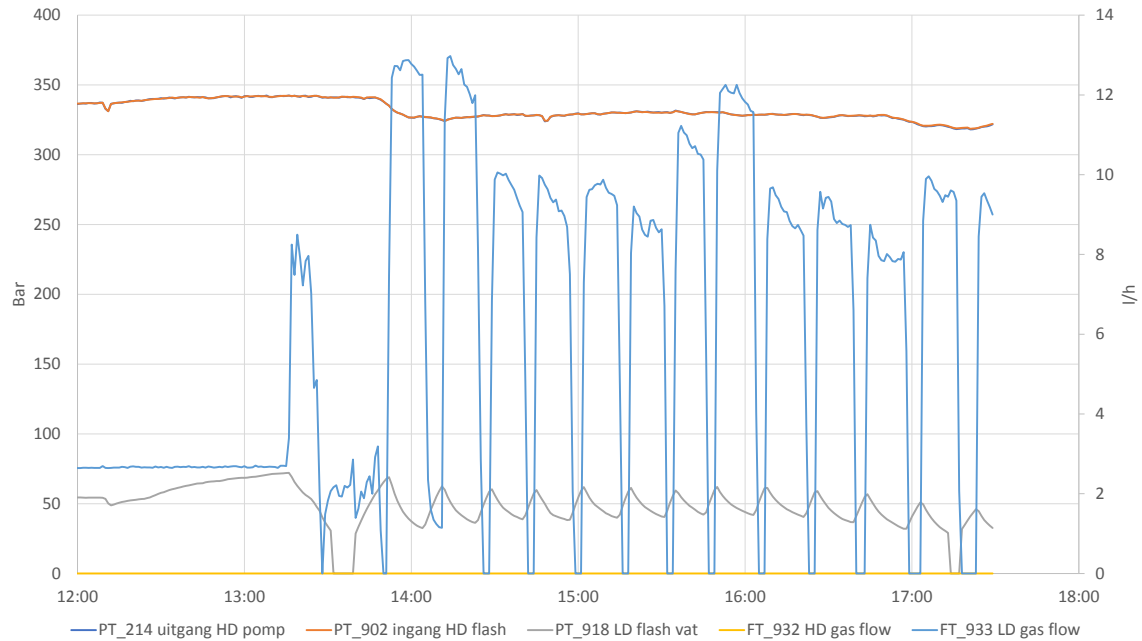
FIGUUR 8.9 WARMTEBALANS VAN DE INSTALLATIE (KW) TIJDENS DE VIJFDE RUN



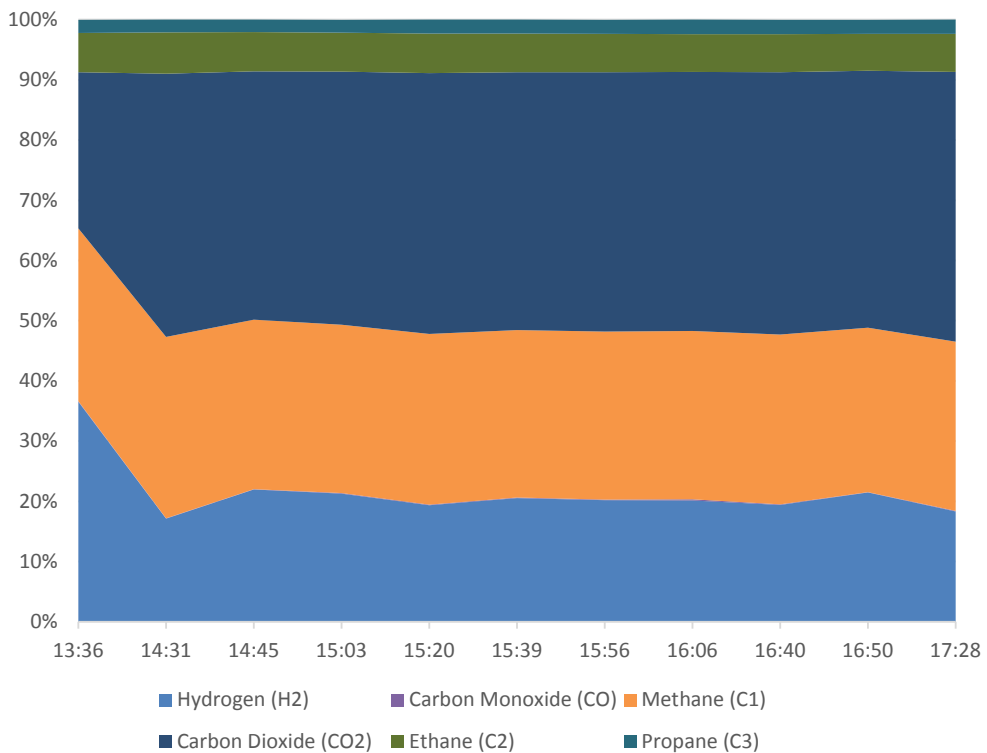
Tijdens het proces heeft zich gas verzameld in de LD flash. Na ruim een uur was er voldoende druk aanwezig om dit af te voeren en te bemonsteren. De gassamenstelling hiervan is weergegeven in Figuur 8.11 en bedroeg gedurende het experiment gemiddeld 43% CO<sub>2</sub>, 28% methaan, 20% waterstof, 6,4% ethaan en 2,3% propaan. Gedurende het experiment bleek dat de fles Helium dragergas voor de GC leeg was om onbekende redenen, daarom is snel lokaal een andere fles Helium betrokken en aangesloten. Omdat achteraf bleek dat dit dragergas naast helium ook een kleine hoeveelheid zuurstof bevatte, zijn deze waarden teruggerekend vanaf de gemeten waarden naar een zuurstofconcentratie van 0%. De door de GC berekende waarden van Wobbe, dichtheid en methaantal kunnen hierdoor echter niet worden gebruikt.

Wanneer de gemeten gasconcentraties worden vergeleken met latere runs met slib welke zijn uitgevoerd bij een lagere procestemperatuur, valt op dat er tijdens deze proef vrijwel geen CO (0,1-0,2%) is gemeten. Dit duidt op een goede omzetting en onderstreept de noodzaak het proces op hoge temperatuur te bedrijven.

FIGUUR 8.10 Drukverloop en afvoer van gas uit de LD flash tijdens de vijfde run



FIGUUR 8.11 Samenstelling van het gas uit de LD flash tijdens de vijfde run



Met de daling van de gemiddelde temperatuur in de reactor wordt er minder organische stof omgezet naar gas. Dit blijkt uit een dalende hoeveelheid gloeirest en toenemende hoeveelheid organische stof in het effluent (zichtbaar aan het aandeel Onopgeloste Bestanddelen (OB)). Ook neemt de toxiciteit van het effluent toe (uitgedrukt als een genormeerd effect ten opzichte van een afgesproken standaard).



**TABEL 8.3 EIGENSCHAPPEN VAN HET EFFLUENT TIJDENS DE RUN. VANWEGE DALING VAN DE GEMIDDELDE REACTORTEMPERATUUR NEEMT DE OMZETTING AF. DIT WORDT ZICHTBAAR IN EEN TOENEMENDE HOEVEELHEID ONOPGELOSTE BESTANDELEN EN TOXICITEIT**

	Gem reactortemperatuur (°C)	Gloeirest (% droge stof)	Onopgeloste Bestanddelen (mg/l)	Toxiciteit (%)
12:30	602,3	110%	100	10%
13:00	589,5	91%	110	30%
13:30	583,6	79%	100	10%
13:50	578,4	58%	380	40%
16:30	571,9	58%	550	50%

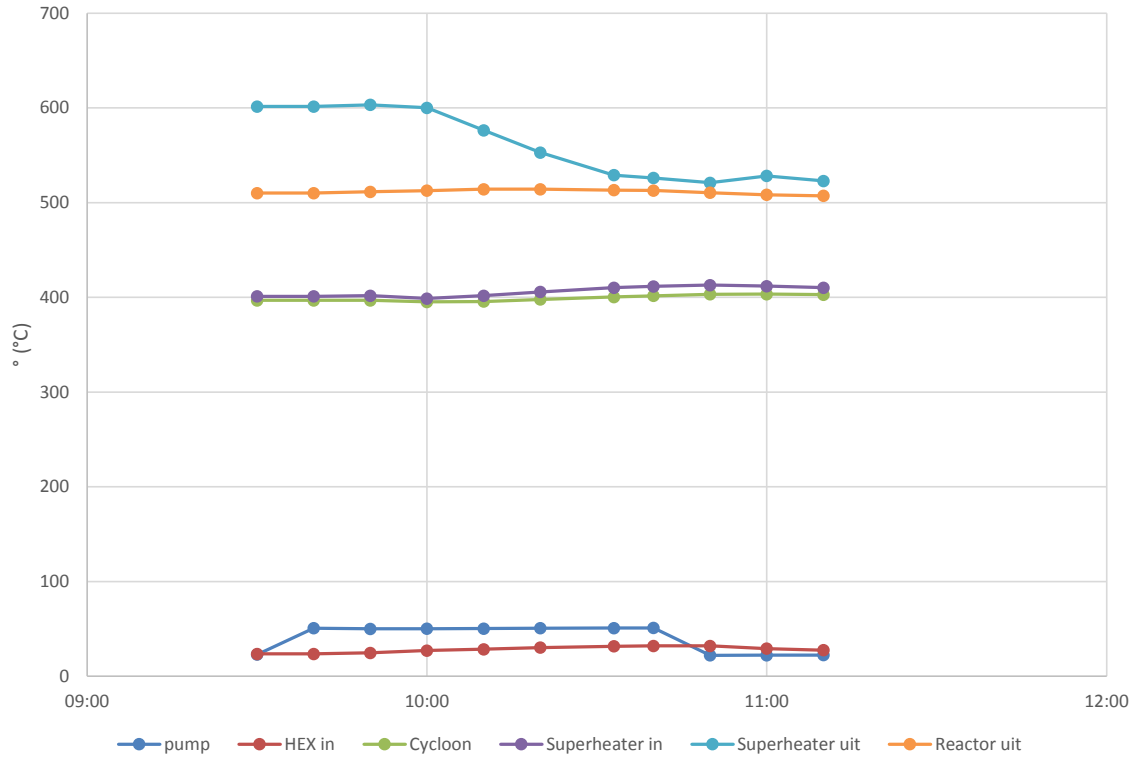
Tijdens deze proef is er 1934 liter LD gas gemeten. Uitgaande van de door de GC bepaalde gemiddelde hogere verbrandingswaarde van 20,5 MJ/Nm<sup>3</sup> komt dit overeen met 1,6 GJ.

Deze gasproductie kan worden vergeleken met de energiehoud van het toegevoerde slib. Er is ca 750 liter toegevoerd in 5 uur. Bij een aangenomen energiehoud van 25 MJ per kg droge organische stof en 8% ds komt dit overeen met ca 1,0 GJ aan energie-input. De gemeten energiehoud van het geproduceerde gas ligt dus hoger dan de aangenomen energie-inhoud van het verwerkte slib. Dit kan worden verklaard door de relatief hoge onnauwkeurigheid in beide getallen vanwege de relatief korte duur van de proef en mogelijke niveauverschillen in de flashvaten voor en na de proef. Ook zijn er tijdens deze proef geen technische problemen met de installatie voorgekomen.

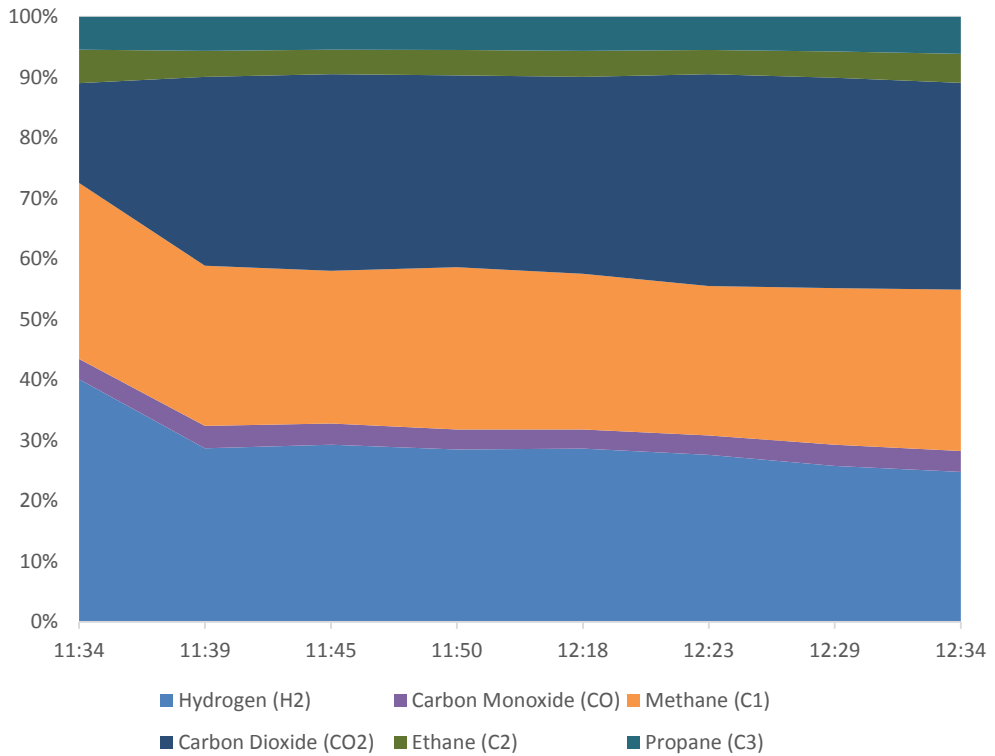
## 8.6 ZESDE RUN MET SLIB (9 JUNI 2022)

Op 9 juni 2022 is opnieuw een vergassingsproef gestart, waarbij slib met 2,44% ds is verwerkt. Helaas bleek al na korte tijd dat de tracing op de reactor niet goed werkte, waardoor de reactortemperatuur te laag was voor een goede omzetting (de gemiddelde reactortemperatuur zakte gedurende de run geleidelijk van 555°C naar 515°C). Daarom is besloten de proef kort na de start al af te breken. Gedurende een uur is er gasproductie geweest en is de gassamenstelling bepaald, zie Figuur 8.13. Wanneer deze run wordt vergeleken met de 5<sup>e</sup> run welke op hogere temperatuur is bedreven, blijkt o.a. dat de lage reactortemperatuur heeft geleid tot verhoogde concentraties CO, propaan en waterstof in het LD gas, terwijl het aandeel methaan en CO<sub>2</sub> lager ligt (ca 25% t.o.v. 28%). Dit is overeenstemming met verwachtingen uit de literatuur.

FIGUUR 8.12 TEMPERATUURVERLOOP OP VERSCHILLENDE LOCATIES IN HET PROCES TIJDENS DE ZESDE RUN



FIGUUR 8.13 SAMENSTELLING VAN HET GAS UIT DE LD FLASH TIJDENS DE ZESDE RUN



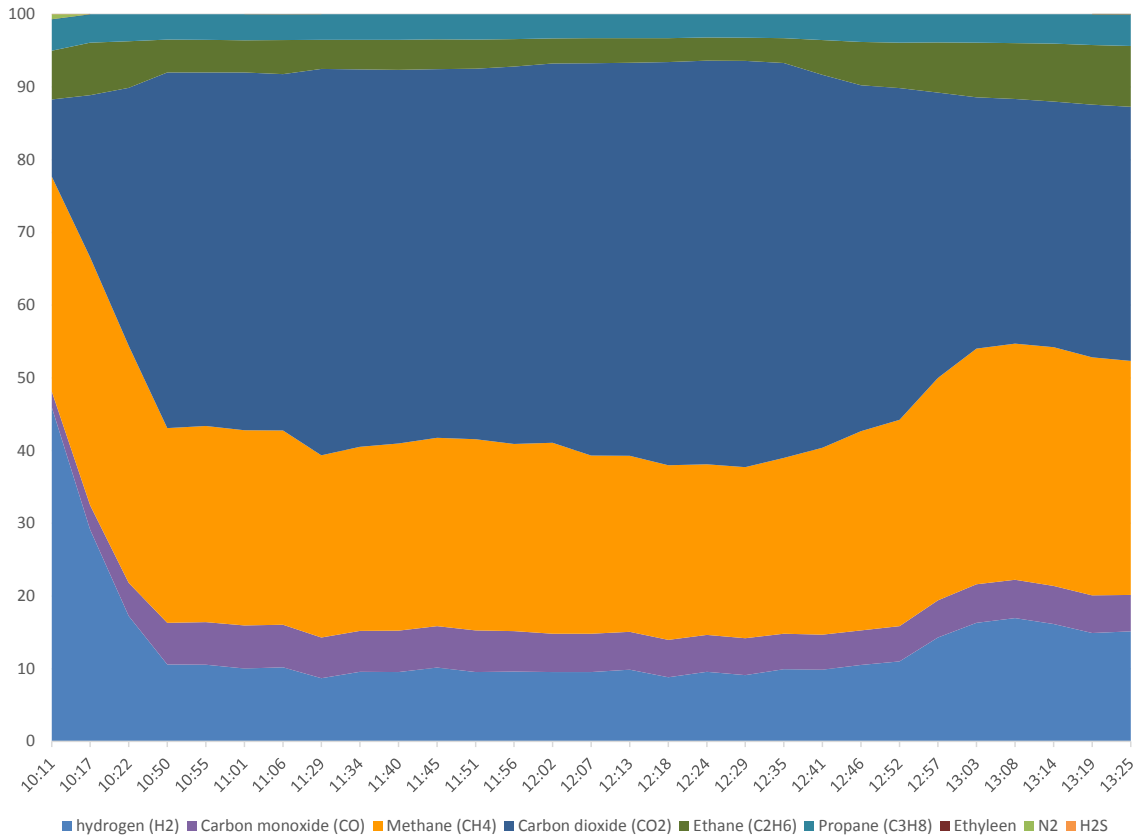
FIGUUR 8.14 TOEVOER VAN SLIB AAN DE SLIBSILO



### 8.7 ZEVENDE RUN MET SLIB (15 JUNI 2022)

Op 15 juni 2022 is wederom een run gestart met slib van 4,7% ds. Daarbij is gestart met een flow van 110 liter per uur. Vrijwel direct na het toevoeren van slib zakte de temperatuur van het medium uit de superheater weg van 600°C naar 550°C, waardoor ook de reactor-temperatuur daalde. Na een uur draaien werd ook LD gas geproduceerd wat kon worden geanalyseerd (Figuur 8.15). De dalende reactortemperatuur uit zich opnieuw in een hogere CO productie en lagere waterstofproductie, zoals ook duidelijk blijkt uit Figuur 8.15.

FIGUUR 8.15 SAMENSTELLING VAN HET GAS UIT DE LD FLASH TIJDENS DE ZEVENDE RUN



Na twee uur draaien echter viel de hogedrukpomp in storing. Later bleek omdat de pakking van de wormpomp niet meer goed afdichtte, waardoor deze moest worden vervangen. Er is toen overgeschakeld van slib naar water, om de installatie schoon te spoelen zodat de pomp (na afkoelen) enkele dagen later kon worden geïnspecteerd.

In het tijdsslot tussen 10:50 en 12:50 waarop wel continu is gedraaid is een gemiddelde gassamenstelling gemeten van 10% waterstof, 26% methaan, 5% koolmonoxide, 52% CO<sub>2</sub>, 4% ethaan en 3% propaan. In verhouding tot eerdere proeven met slib was er relatief weinig waterstof aanwezig in het gas, en relatief veel langere koolwaterstofketens. Dit duidt op een onvolledige conversie, wat ook zichtbaar was in een relatief donkere kleur van het effluent.

### 8.8 ACHTSTE RUN MET SLIB (27 OKTOBER 2022)

Op 27 oktober 2022 is de laatste run met slib uitgevoerd. Het gebruikte slib had een ds gehalte van 6,1%. Bij deze run traden problemen op met de regeling van de procesdruk, waardoor deze voortijdig moest worden afgebroken. Er is geen gas geproduceerd tijdens deze run.

### 8.9 EVALUATIE VAN DE UITGEVOERDE RUNS MET SLIB

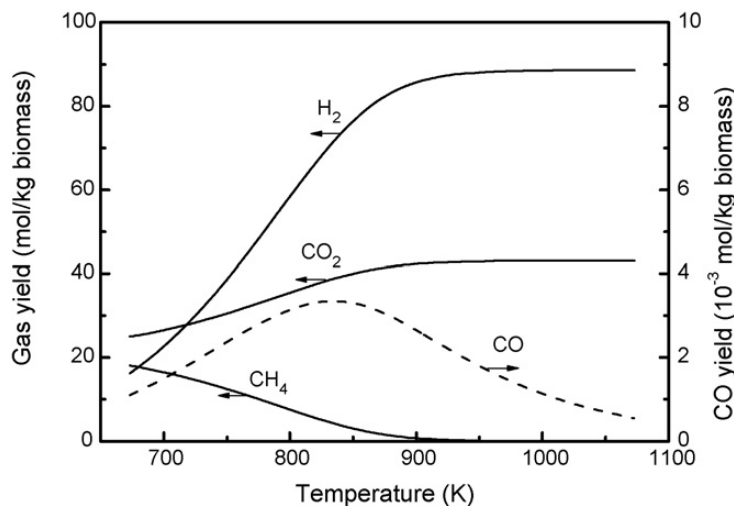
Gedurende het laatste jaar van het project zijn acht runs uitgevoerd met slib, met wisselende resultaten. Een aantal keren is het gelukt om de installatie stabiel te bedienen op ontwerpcondities en daarbij slib stabiel te vergassen, vooral de vijfde run was daarbij succesvol. Het is echter ook meerdere keren voorgekomen dat een run voortijdig moest worden afgebroken

vanwege technische problemen met de installatie. Ook is het niet gelukt om een onafgebroken duurtest van een week uit te voeren, zoals oorspronkelijk beoogd.

De belangrijkste ervaringen van de runs met slib zijn:

- De installatie heeft een aantal keren stabiel gedraaid op slib met een drogestof gehalte van typisch ca 5% op de beoogde procescondities (boven 600 °C en 300 Bar) waarbij ook syngas is geproduceerd. Terwijl bij de proeven met glycerine ook syngas in het hoge druk flashvat werd verzameld en apart vrijkwam, werd bij de proeven met slib vrijwel alleen gas verzameld in het lage druk flash vat, wat ook bemonsterd kon worden. Er werd bij de proeven met slib te weinig gasvolume gevormd in het hoge druk flashvat om dit al tijdens de run af te laten, dit kon dan ook niet worden geanalyseerd. Het geproduceerde LD gas bestond typisch voor 10-27% uit waterstof, ca 26-28% methaan, 33-51% CO<sub>2</sub>, 0-5% CO, 4-6% ethaan en 0-6% propaan. Daarbij valt op dat het evenwicht bij hogere reactortemperaturen verschuift van langere ketens (bijv ethaan, propaan) naar kortere moleculen (bijv waterstof), zie ook Tabel 8.4. Vergelijkbare trend worden weergegeven in de literatuur, zie bijvoorbeeld Figuur 8.16.

FIGUUR 8.16 EVENWICHTSCONCENTRATIES BIJ VERGASSING VAN BIOMASSA VAN 5% DS BIJ 25 MPA (LU ET AL., 2007)



De duur van de runs was helaas te kort om met voldoende nauwkeurigheid een sluitende massa- en energiebalansen op te stellen voor slib. Dit komt mede door de relatief grote inhoud van de beide flashvaten voor en na de test. Omdat deze vaten een inhoud hebben die erg groot is tov de totale doorzet, is de onzekerheid die dit oplevert dusdanig groot dat het lastig is een sluitende massabalans op te kunnen stellen. Een betere niveaumeting in de vaten zou dit kunnen ondervangen.

- Het tijdens het proces gevormde productgas blijkt een grote invloed te hebben op de warmteoverdracht in verschillende onderdelen van het proces. Zodra wordt overgeschakeld van demiwater naar slib wordt de warmteoverdracht in de superheater drastisch verlaagd. Dit lijkt vanwege het relatief lage organische stofgehalte van het slib slechts ten dele het gevolg van het endothermische karakter van de vergassingsreactie. Het is waarschijnlijker dat het wordt veroorzaakt door de veranderde samenstelling van het gas en (oplosbare) zoutafzettingen. In ieder geval leidt de verminderde warmteoverdracht in de superheater tot een daling van de ingangstemperatuur in de reactor, wat een significante impact heeft op de warmtebalans van de hele installatie. Uit de runs 5, 6, en 7 blijkt dat de reductie van de gemiddelde reactortemperatuur ook leidt tot een verschuiving in de gassamenstelling, waarbij het aandeel waterstof daalt terwijl de hoeveelheid CO, CO<sub>2</sub> en

langere koolwaterstoffen sterk toeneemt. Alhoewel de daling in ingangstemperatuur van de reactor wel leidt tot een verbeterde warmteoverdracht van het reactorstaal naar het medium, is dit onvoldoende om het medium voldoende op te warmen voor een goede conversie. Uit run 5 blijkt dat de gemiddelde reactortemperatuur eigenlijk tenminste 600°C zou moeten zijn voor een goede conversie. Dit was oorspronkelijk ook beoogd bij het ontwerp van de installatie. Doordat de maximale temperatuur van het RVS staal in de installatie uit veiligheidsoverwegingen is begrensd op 650°C, is het verder verhogen van de staaltemperatuur niet mogelijk en zal een hogere mediumtemperatuur bereikt moeten worden door het verbeteren van de warmteoverdracht.

- Uit uitgevoerde evenwichtsberekeningen kon worden verklaard dat er relatief weinig gas in het hoge druk flashvat werd afgescheiden. Het zou dan ook beter zijn geweest om het hoge druk flashvat niet op procesdruk, maar op ca 100 Bar te bedienen zodat daarin eerder gas zou verzamelen met o.a. meer waterstof en juist minder CO<sub>2</sub>.
- Tijdens verschillende runs hebben specifieke onderdelen van de installatie gefaald waardoor een run voortijdig moest worden afgebroken. Terwijl verschillende problemen definitief konden worden opgelost door een beter ontwerp, zijn er ook technische problemen ondervonden met de installatie waarvan het lastig is deze permanent op te lossen. Zo zijn in de eerste serie testen met glycerine veel praktische problemen ondervonden met afdichtingen als gevolg van de combinatie van hoge druk en temperatuur, terwijl bij de testen met slib vooral problemen zijn ondervonden met de wormpomp en de hoge drukpomp ten gevolge van de verhoogde slijtage. Daarnaast zijn meermaals problemen opgetreden met het handhaven van een constante procesdruk, veroorzaakt door hoge slijtage aan het drukregelmembraan.
- In de derde run met slib is aangetoond dat zouten in het slib goed afgevangen kunnen worden. Tijdens deze proef werd de concentratie zouten in het effluent teruggebracht met 98% t.o.v. de voeding. De speciaal voor dit project ontwikkelde zoutaflaat op basis van een cycloon en een hydraulisch bediende sluis lijkt dan ook in de basis goed qua ontwerp voor deze toepassing.

**TABEL 8.4 VERGELIJK VAN GEMETEN GASSAMENSTELLINGEN TIJDENS DE VERSCHILLENDE RUNS**

		Glycerine, run 1		Glycerine, run 3		Slib, run 5	Slib, run 6	Slib, run 7
Gemiddelde reactortemperatuur		580		560		575	535	520
Component	Chemische formule	HD gas	LD gas	HD gas	LD gas	LD gas	LD gas	LD gas
		% vol db	% vol db	% vol db	% vol db	% vol db	% vol db	% vol db
waterstof	H <sub>2</sub>	39,0%	17,4%	49,5%	18,6%	27,6%	20,0%	9,8%
zuurstof	O <sub>2</sub>	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%
stikstof	N <sub>2</sub>	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%
koolmonoxide	CO	1,3%	0,3%	1,2%	0,2%	3,4%	0,0%	5,4%
methaan	CH <sub>4</sub>	21,9%	5,4%	22,3%	5,0%	25,9%	28,1%	25,6%
kooldioxide	CO <sub>2</sub>	27,6%	75,4%	26,7%	74,7%	33,1%	43,1%	51,6%
ethyleen	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%
ethaan	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	10,1%	1,5%	0,0%	1,4%	4,3%	6,4%	4,1%
propane	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	0,0%	0,0%	0,2%	0,0%	5,6%	0,0%	3,4%
waterstofsulfide	H <sub>2</sub> S	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%
HHV	MJ/m <sup>3</sup>	21,0	5,5	15,5	5,4	22,9	20,5	18,5
Wobbe	MJ/m <sup>3</sup>	25,3	5,0	20,4	5,0			
Dichtheid	kg/m <sup>3</sup>	0,89	1,57	0,75	1,55			
Methaangetal		61,6	70,7	103,9	69,4			

# 9

## ONDERVONDEN TECHNISCHE PROBLEMEN EN DOORGEVOERDE OPLOSSINGEN

Gedurende het doorlopen proefprogramma zijn verschillende technische problemen met de installatie ondervonden. In veel gevallen kon (in gezamenlijkheid met de projectpartners en toeleveranciers) de oorzaak worden achterhaald en een oplossing uitgewerkt en geïmplementeerd worden. Wel hebben de ondervonden problemen tot diverse vertragingen geleid in de uitvoering van het project en zijn hierdoor uiteindelijk aanzienlijk minder runs uitgevoerd dan oorspronkelijk beoogd.

Een beknopt chronologisch overzicht van ondervonden problemen en hiervoor geïmplementeerde oplossingen is hieronder weergegeven, De issues met de belangrijkste gevolgen voor het project qua opgelopen vertraging zijn:

- Oververhitting van opnemers voor temperatuur en druk op verschillende plekken op de installatie. Om dit te verhelpen is een systeem van water/luchtkoeling gerealiseerd.
- Het lage druk flashvat heeft het begeven en moest worden vervangen, inclusief overdrukventielen.
- Lekkage van blindpluggen op de superheater. Deze zijn in overleg met de fabrikant aangepast. Een lekkende las is gerepareerd.
- Blindpluggen in de reactor bleven lekken. Alhoewel daarmee de mogelijkheid tot inspectie achteraf kwam te vervallen, is uiteindelijk besloten deze permanent dicht te lassen.
- Om onafhankelijk van het in werking zijn van de installatie de slibsilos snel op temperatuur te krijgen is een elektrische CV-ketel geplaatst. Dit om een kortere voorbereidingstijd voor de proeven mogelijk te maken
- De slibsilos verloor aanvankelijk te veel warmte en mengde niet homogeen. Er is betere isolatie aangebracht en een aanpassing aan het roerwerk doorgevoerd
- Het membraan van het regelventiel waarmee de systeemdruk wordt geregeld heeft het vaak begeven. Uiteindelijk is ervoor gekozen om in eigen beheer steviger membranen te maken en deze voorafgaand aan iedere run preventief te vervangen
- Thermokoppels en niveausensoren zijn enkele keren losgeschoten. Later zijn deze anders bevestigd en is wegschieten uitgesloten middels een mechanische borging.
- Lekkages zijn opgetreden bij pakkingen op verschillende plekken. Deze zijn vervangen door een ander type grafiet pakkingen
- De inspectiecamera is defect gegaan door stoomvorming en vervangen
- Tracing van zowel de superheater als de reactor is meerdere malen doorgebrand en vervangen. Een van de oorzaken is het optreden van hotspots op locaties met een suboptimale warmteoverdracht.
- Oververhitting van de drukopnemers waardoor deze uitvielen. Dit is voorkomen door langere afstandhouders te plaatsen met luchtkoeling
- Lekkage bij checkvalves van de zoutaflaat.
- De gasbooster (benodigd om naar hogere procesdrukken te kunnen gaan) is defect gegaan en gerepareerd

- Pluggen op de reactor lekten omdat daarvoor een andere staalsoort bleek te zijn gebruikt dan het materiaal van de reactor zelf, met licht afwijkende uitzettingscoëfficiënt. In eigen beheer zijn daarom nieuwe pluggen gemaakt van het juiste materiaal.
- Bij stevige buien kon regenwater in de container intreden. Er is een overkapping gemaakt over de gehele opstelling om de opstelling tegen weersinvloeden te beschermen.
- De plaatsing van de gasflowmeters in het proces bleek niet geheel correct te zijn. Om ook handmatige afluut mee te kunnen nemen is het leidingwerk daarom aangepast
- Er is extra tracing op de reactor aangebracht om warmteverliezen te beperken en indien nodig extra warmte toe te kunnen voeren
- De ontwerpflow werd enkele malen niet gehaald door verminderde werking van de wormpomp. Vervanging van de afdichting heeft hier het probleem opgelost
- Keerleppe in de hogedrukpomp vertoonden interne lekkage vanwege slijtage. Door deze te leppen kon de functionaliteit weer volledig worden hersteld
- De interne cycloon was beschadigd en vervormd. Hierdoor is het stromingsprofiel dusdanig aangetast dat ook de afscheiding niet meer goed werkte. Een nieuwe cycloon is gemaakt en geplaatst. Deze heeft tijdens verschillende runs aangetoond goed te kunnen werken.



# 10

## EVALUATIE EN TOEKOMSTPERSPECTIEF

De aanleiding voor uitvoering van het project Supersludge 2A was om middels proefnemingen met een pilot plant inzicht te verkrijgen in de mogelijkheden en beperkingen om zuiveringsslib op efficiënte en betrouwbare wijze te vergassen tot een bruikbaar syngas als opmaat voor verdere opschaling. Daarbij kan onderscheid worden gemaakt in de betrouwbaarheid van de technologie en de werking van het proces.

### 10.1 WERKING VAN DE TECHNOLOGIE

De uitvoering van het praktijkonderzoek met de pilotplant is om verschillende redenen vertraagd en regelmatig onderbroken. Een belangrijke oorzaak hiervoor was het technisch falen van verschillende procesonderdelen van de installatie. Een aantal van de onderzochte problemen zijn gedurende het project permanent opgelost, terwijl een aantal andere problemen meer hardnekkig van aard bleken.

Voorbeelden van relatief eenvoudige verbeteringen die al tijdens het project zijn doorgevoerd zijn de verbeterde isolatie en verwarming van de silos, tracing van de reactor, koeling van drukopnemers en verbeterde of dichtgelaste blindpluggen en lekke afdichtingen. Voor het oplossen van een aantal andere problemen zijn inzichten ontwikkeld voor meer ingrijpende technische verbeteringen waarmee een volgend ontwerp beter zou kunnen werken. Dit betreft o.a. een extra drukregelventiel waarmee de druk in het eerste (hogedruk) flashvat kan worden verlaagd naar ca 100 Bar en een herontwerp van de superheater voor verbeterde warmteoverdracht, zodat de gebleken kwetsbare tracing achterwege kan blijven en er meer warmteuitwisselend oppervlak beschikbaar is om het gevormde gas verder door te verwarmen. Met het regelen van de systeemdruk in een extra stap wordt bovendien bereikt dat een meer robuuste regeling wordt gerealiseerd ten opzichte van de gekozen uitvoering met slechts één drukregelventiel. Verder wordt een beter mechanisch ontwerp van het gas sampling systeem aanbevolen vanwege ondervonden problemen met vocht in de flowmeters. Deze wijzigingen konden niet worden uitgevoerd als onderdeel van het lopende project vanwege beperkingen in beschikbare tijd en budget, maar zijn goed uit te voeren in een eventueel vervolg. Ook zijn er een aantal technische problemen ondervonden waarvoor nog geen oplossingen in beeld zijn. Onder deze categorie hardnekkige problemen vallen verhoogde slijtage bij interne keerkleppen in de hogedruk pomp en bij het membraan voor regeling van de procesdruk.

### 10.2 WERKING VAN HET PROCES EN AANBEVELINGEN VOOR EEN MOGELIJK VERVOLG

Ondanks het feit dat het aantal proefnemingen aanzienlijk minder is dan gepland, zijn er wel een aantal successen behaald met de installatie. Zo is er succesvol glycerine vergast met een thermisch vermogen wat vergelijkbaar is met het beoogde doelvermogen op basis van slib (ca 150 kW). Daarbij is een omzetting van de organische stof van ca 95% van de voeding gehaald. Hierbij is zoals beoogd ook gas van twee verschillende kwaliteiten geproduceerd.

Ook is bij de eerste serie proeven aangetoond dat slib tot een drogestofgehalte van 16% in het voorbehandelingssysteem kan worden rondgepompt om in te voeren in het proces. Dit was een van de eisen voor een sluitende business case. De beperking daarbij zat in de roerder in de slibsilos welke moeilijk in staat is om inhomogeen slib van hoger drogestofgehalte goed te mengen. In de vergasser is slib tot een drogestofgehalte van ca 5% ingebracht. Alhoewel er geen tijd in het project resteerde om aanvullende proeven te doen met hogere drogestofgehalten mag vanuit chemisch oogpunt worden aangenomen dat ook slib met hogere drogestofgehalten kunnen worden omgezet, mits de procescondities dan kunnen worden gehandhaafd. Wel is het de verwachting dat in dat geval effecten als corrosie en slijtage evenredig veel vaker zullen optreden dan bij lagere percentages.

Verder is aangetoond dat de ontwikkelde warmtewisselaar goed in staat is om slib op te warmen tot in het superkritische gebied, waarbij ca 90% van de benodigde warmte wordt teruggewonnen uit het proces. Daarmee wordt de hoeveelheid extern toe te voeren warmte in de vorm van elektriciteit beperkt tot 10% van de warmte-input. Uit de eerder uitgevoerde haalbaarheidsanalyse bleek dat dit cruciaal is voor een economisch verantwoorde bedrijfsvoering. Daarbij was ook aangetoond dat bedrijfsvoering op een druk van tenminste 300 Bar gunstiger is voor de warmtebalans dan een druk net boven het superkritische punt (221 Bar). Met de pilotplant is inzichtelijk gemaakt dat dit kan.

Ook het subsysteem voor de aflat van zouten bleek (na het doorvoeren van een aantal aanpassingen waaronder een aanpassing in de software en het compleet vervangen van de interne cycloon) naar behoren te functioneren.

Er zijn een aantal succesvolle runs gedraaid met slib met ca 5% drogestof, waarbij anorganische stof is afgevangen in de zoutaflat en syngas is geproduceerd in de lage druk flash. Bij vergassing op een temperatuur van tenminste 600°C (zoals bij run 5) was er ook sprake van een goede omzetting en acceptabele gassamenstelling. Bij alle vergassingsproeven trad wel het probleem op dat de warmteoverdracht in de superheater door het geproduceerde gas snel terugliep waardoor de gemiddelde temperatuur in de nageschakelde reactor daalde en de samenstelling van het geproduceerde syngas verschoof van waterstof naar CO. Dit duidt er op dat een beter ontwerp van de superheater nodig is met een betere warmteoverdracht door een groter warmteuitwisselend oppervlak, zodat de mediumtemperatuur eerder de metaaltemperatuur nadert. Dit kan bijvoorbeeld door een gesignaliseerde buis waardoor het medium stroomt in een verwarmde oven te plaatsen. Voor een eventueel vervolgproject wordt aanbevolen hier meer aandacht aan te geven en de installatie te bedienen op een mediumtemperatuur van tenminste 600°C. Qua procesdruk lijkt de in de experimenten gehanteerde druk van 300 Bar goed gekozen. Een lagere druk zorgt voor een verminderde warmteoverdracht in de warmtewisselaar, terwijl een hogere druk zorgt voor een verschuiving in de gassamenstelling van waterstof richting methaan en CO. Voor een betere werking van het hogedruk flashvat is het nodig dat hiervoor een extra drukreducerend ventiel wordt geplaatst, zodat de werkdruk in dit vat kan worden ingesteld op ca 100 Bar.

### 10.3 SAMENVATTING EN TOEKOMSPERSPECTIEF

Samengevat zijn er veel praktische lessen geleerd tijdens het project Supersludge 2A en nieuwe inzichten verkregen in de wijze waarop de technologie zou kunnen worden uitgerold. Ook is het consortium erin geslaagd om het technische ontwerp op een aantal belangrijke punten te valideren, zoals het concept voor de zoutaflat en het ontwerp van de warmtewis-

selaar voor een efficiënte warmtebalans. De combinatie van hoge druk en temperatuur blijft echter een grote uitdaging voor veel onderdelen van de installatie, niet alleen bij pakkingen en koppelingen maar ook bij reactoren en verwarmingselementen vanwege het verlies aan materiaalsterkte bij hoge temperaturen.

De belangrijkste praktische knelpunten voor het vervolg waarvoor nog geen oplossing wordt voorzien betreffen de relatief hoge mate van slijtage van de hogedruk pomp en het drukhoudsysteem (membraan) bij de inzet van slib.

In de pilot plant zijn om kostentechnische redenen een aantal aspecten achterwege gelaten waarvan wel de intentie was deze op te nemen in het ontwerp voor een (semi)commerciële installatie en waarmee een aantal ondervonden problemen wellicht zouden kunnen worden voorkomen. Een voorbeeld hiervan is een extra warmtewisselaar tussen cycloon en superheater welke deels kan worden gebypassed, zodat de bedrijfstemperatuur van de cycloon beter kan worden geregeld op het superkritische punt en zoutafzettingen kunnen worden tegengegaan. Een ander aspect in de demonstratie-installatie betreft de mogelijkheid om de warmtewisselaars tijdens gebruik te reinigen door segmenten periodiek van temperatuurniveau te laten wisselen. Verder bleek ook al uit de relatief korte proeven waarin zout water is toegevoerd dat er significante corrosie kan optreden bij de gekozen staalsoort (AISI 316), getuige de relatief hoge concentraties Ni, Cr en Fe in het effluent. Alhoewel dit van tevoren bekend was, bevestigt dit dat betere (maar ook fors duurder) staalsoorten (zoals Inconel) nodig zijn voor een praktijkinstallatie. Genoemde aanpassingen moeten bijdragen aan een meer betrouwbare en continue bedrijfsvoering van een installatie zoals die eventueel op termijn kan functioneren. Voor de volgende stap in de ontwikkeling van de technologie (de bouw van een continu te bedrijven demonstratie-installatie op praktijkschaal) is het wel van belang dat de nu nog ervaren knelpunten en gesuggereerde oplossingsrichtingen verder worden uitgewerkt en waar nodig wellicht apart getest.

Gezien de complexiteit van de technologie, de gehanteerde procescondities en de noodzaak om de bedrijfsvoering nauwgezet te volgen lijkt het nodig om de technologie op voldoende schaalgrootte toe te passen. Een eerder door RHDHV uitgevoerde haalbaarheidsstudie (vertrouwelijk) wees ook al in de richting van tenminste ca 5 ton per uur, wat overeen komt met een grote rwzi van 500.000 i.e. waar slib uit wellicht meerdere locaties wordt verwerkt. In dat kader wordt tevens opgemerkt dat de oorspronkelijke uitgangspunten in de business case wellicht te optimistisch waren qua storingsgevoeligheid c.q. O&M kosten van de technologie (een nieuwe business case is nog niet opgesteld).

Gegeven de huidige status van de technologie is het nog te vroeg om de vergassingstechnologie commercieel toe te passen voor slib. Aanvullend onderzoek en ontwikkeling in de vorm van een demonstratieproject lijkt daarvoor noodzakelijk. Langdurige proeven waarbij voldoende tijd beschikbaar is om lange termijn effecten als scaling en corrosie te kunnen beoordelen moeten daar onderdeel van uit maken. Daarbij kan het verstandig zijn om wederom te starten met relatief schone organische monostromen voordat wordt overgegaan tot (slib)stromen met een meer complexe samenstelling. Om dit vorm te geven is een grotere technologiepartner met meer technische en economische draagkracht nodig. Een aantal commerciële marktpartijen hebben al tijdens het project interesse getoond in de status van de technologie en het verloop van het project. Daarmee wordt nog verder onderzocht hoe een eventueel vervolg zou kunnen worden ingestoken. Vanuit het Supersludge consortium is besloten dat ProBiomass BV en Electron Thermal Processing BV daarbij als ondernemende partijen het voortouw nemen.