



MINISTERIE VAN ECONOMISCHE ZAKEN

N<sup>r</sup> 890.724

Internat. Klassif: C 12 P/coje

Ter inzage  
gelegd op:

14-04-1982

De Minister van Economische Zaken ;

*Gezien de octrooiwet van 24 mei 1854 :*~~*Gezien het Unieverdrag tot bescherming van de nijverheidsrechten ;*~~*Gezien het proces-verbaal op 14 oktober 1981 te 15 uur 30**ter griffie van het provinciaal Bestuur van Antwerpen opgemaakt ;***BESLUIT :**

**Artikel 1.** — *Er wordt aan* : STUDIEBUREAU O. DE KONINCKX, naamloze vennootschap en RIJKSUNIVERSITEIT GENT,  
resp. : Valkenveld, 1-12, 2610 Wilrijk  
en : Coupure 533, 9000 Gent,  
vert. door Dhr. M. Bockstael te Antwerpen,

*een uitvindingsoctrooi verleend voor* : Werkwijze en inrichting voor het produceren van methaangas uiteen zuiveren van waterige suspensies van organische verbindingen door middel van een anaëroob gistingsproces  
(Uitv. : W. Verstraete, V. De Proost, J.P. Ombregt en P. Pipyn)

**Artikel 2.** — *Dit octrooi wordt hem verleend zonder vooronderzoek, op zijn eigen verantwoording, zonder waarborg hetzij voor de wezenlijkheid, de nieuwigheid of de verdiensten der uitvinding, hetzij voor de nauwkeurigheid der beschrijving, en onverminderd de rechten van derden.*

*Bij dit besluit moet het dubbel gevoegd blijven van de beschrijving en van de tekeningen der uitvinding, door de belanghebbende getekend, en tot staving van zijn octrooiaanvraag ingediend.*

Brussel, de 14 april 1982

BIJ SPECIALE MACHTIGING :

**L. SALPATEUR**  
Directeur

# BESCHRIJVING

neergelegd tot staving van een aanvraag voor

## BELGISCH OCTROOI

geformuleerd door

STUDIEBUREAU O. DE KONINCKX, naamloze vennootschap en  
RIJKSUNIVERSITEIT GENT

voor

"Werkwijze en inrichting voor het produceren van methaangas  
uit en zuiveren van waterige suspensies van organische verbin-  
dingen door middel van een anaëroob gistingsproces"

(Uitvinders : W. VERSTRAETE, V. DE PROOST, J.P. OMBREGT  
en P. PIPYN)

als

UITVINDINGSOCTROOI



stof ontmengd en het slib weer in cirkulatie wordt gebracht. In dit geval bedraagt de slibbelasting eveneens maximaal 5 kg vervluchtigbare organische bestanddelen per m<sup>3</sup> per dag.

- 3.- De anaërobe filter, waarbij het afvalwater doorheen een filter wordt gestuurd, gevuld met pakkingmateriaal waarop anaërobe bacteriën gevestigd zijn. Hier bedraagt de maximale volumebelasting 7 kg vervluchtigbare organische bestanddelen per m<sup>3</sup> per dag.
- 4.- De anaërobe upflow reaktor, waarbij het afvalwater opwaarts doorheen een bed van anaëroob slib wordt gevoerd en vervolgens door middel van een speciale techniek wordt ontmengd in gezuiverd afvalwater, gas en slib, waarbij het slib terug in de reaktor afzinkt. De maximale volumebelasting bedraagt 15 kg vervluchtigbare organische bestanddelen per m<sup>3</sup> per dag.

De hierboven geschetste klassieke methaangisting welke tot op heden toegepast werd vertoont echter het grote nadeel dat ze bijzonder moeilijk te controleren en te sturen is en bovendien kwetsbaar is voor stootbelastingen met toxische verbindingen. Dit grote nadeel, dit imago van onbetrouwbaarheid is de grote oorzaak waarom de anaërobe waterzuiveringstechnieken nog niet op grote schaal zijn doorgebroken.

Tot op heden werd het proces uitgevoerd steunend op empirische bevindingen en werd de reaktor gestuurd aan de hand van pH-aflezingen en van de hoeveelheid geproduceerd methaan. De problemen zijn grotendeels te wijten aan een gebrekkige theoretische kennis van het reaktiemekanisme van het gistingproces en aan het feit dat genoemd proces tot op heden in zijn geheel in één enkele reaktor wordt uitgevoerd. Hier zijn meerdere nadelen aan verbonden. Ten eerste worden biochemisch totaal ver-

schillende deelprocessen onder dezelfde omstandigheden bedreven zodat onvermijdelijk vroeg of laat ontkoppelingen het gevolg kunnen zijn. Konkreet betekent dit dat het traagst en delikaatst verlopende deelproces, namelijk de methaanvormende stap, het onderspit kan delven ten opzichte van een ongecontroleerde en snel verlopende voorafgaande fase. Dit kan resulteren in een opstapeling van tussenprodukten zoals bijvoorbeeld vluchtige vetzuren, ammoniak, waterstofsulfiden en dergelijke die wanneer zij een bepaald concentratieniveau bereiken het methaanvormingsproces kunnen stilleggen, hetzij door rechtstreekse vergiftiging van de bacteriën verantwoordelijk voor de verdere omzetting van hogervernoemde tussenprodukten, hetzij door de milieu-omstandigheden zoals bijvoorbeeld de pH zo te modificeren dat laatstgenoemde bacteriën buiten hun optimale aktiviteitszone komen te liggen. Ten tweede kan het proces als dusdanig moeilijk verzekerd worden tegen mogelijke vergiftigingen door allerhande externe omstandigheden. Inderdaad kan een binnenkomende toxische stof het ganse proces onherroepelijk stilleggen wat een maandenlange heropstart vergt. Tenslotte is het proces weinig of niet beveiligd tegen organische of hydraulische overbelastingen en schommelingen waardoor zich opnieuw ernstige rendementsverlagingen kunnen voordoen.

Onderhavige uitvinding heeft tot doel hogergenoemde nadelen van de klassieke methaangisting op te heffen door een werkwijze voor te stellen, waarbij uitgegaan wordt van de exacte theoretische benadering van het methaangistingsproces.

Teneinde het ~~geen~~ ~~van~~ uitvinding beter te doen begrijpen, zullen in hetgeen volgt de theoretische grondslagen van het anaëroob gistingproces meer in detail besproken worden.

Anaërobe gisting wordt meestal beschreven als zijnde een tweefasig proces. In de eerste fase worden complexe organische substraten in oplossing gebracht en daaropvolgend omgezet door fermentatieve bacteriën tot voornamelijk vluchtige vetzuren,

melkzuur, ethanol,  $\text{CO}_2$  en waterstof. Deze tussenprodukten worden verder omgezet door de methanogene bacteriën tot methaan en  $\text{CO}_2$

Recent werd gevonden dat van de tussenprodukten alleen methanol, waterstof,  $\text{HCOOH}$  en acetaat direkt door de methanogene bacteriën kunnen worden gebruikt terwijl alle andere, de zogenaamde "electron sink compounds", naar deze produkten dienen te worden omgezet door een derde, speciale groep micro-organismen, de zogenaamde obligaat waterstof producerende acetogene (OHPA) bacteriën. Deze laatste groeien in zeer nauwe associatie met de methanogene bacteriën. Inderdaad moeten de methanogene bacteriën onmiddellijk de door de OHPA bacteriën gevormde waterstof verwijderen om de thermodynamische kondities voor de groei van hun syntrofen, de OHPA bacteriën, gunstig te beïnvloeden.

Aldus moeten de OHPA bacteriën en de methanogene bacteriën praktisch in elkaars nabijheid leven, met andere woorden in één reaktor. In de praktijk worden echter meestal ook de solubilisatie-hydrolyse en de verzuringsreacties in diezelfde reaktor uitgevoerd. Twee-fasige systemen zijn bekend, hebbende een solubilisatie-hydrolyse en verzuringsfase enerzijds en een methaanvormende fase anderzijds. Tot hiertoe waren de basismotieven voor deze fasenscheiding enkel het bewezen feit dat de twee hoofdgroepen van bacteriën (dit is de zuurvormende bacteriën en de methaanbacteriën) substantieel verschillende fysiologie, behoefte aan nutriënten, groeisnelheden en optimum proceskondities hebben.

Men is evenwel gebleken dat de fasenscheiding een sturing toelaat van de solubilisatie-hydrolyse en verzuringsfase naar bepaalde tussenprodukten of "electron sink compounds" zo dat de methanogene fase optimaal kan werken. Deze sturing is een der hoofddoelen van deze uitvinding.

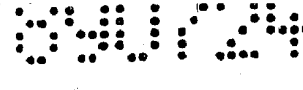
Onder axenische omstandigheden is het mogelijk de fermentatie te sturen door het in bedrijf stellen van een bepaald micro-

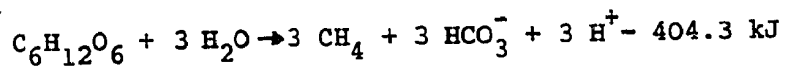
organisme, zoals bijvoorbeeld een *Lactobacillus* species dat voornamelijk melkzuur produceert, of een *Saccharomyces* die voornamelijk ethanol vormt. Onder niet axenische omstandigheden is de beste manier om een fermentatie in een bepaalde richting te sturen het opdringen van bepaalde selectieve milieu-omstandigheden. De eerste vraag is wat de meest gunstige tussenprodukten zijn voor de methaanbacteriën en de tweede vraag is hoe de hydrolyse- en verzuringsfase moet worden gestuurd om deze produkten te bekomen.

Als antwoord op de eerste vraag werd er vooreerst theoretisch nagegaan door thermodynamische berekeningen wat de gunstigste tussenprodukten zijn voor de methaanbacteriën (zie Pipyn, P. & Verstraete, W, 1981 - Lactate and ethanol as intermediates in two-phase anaerobic digestion. *Biotechnology & Bio-engineering*, 13 : 1145-1154). Hieruit is gebleken dat ethanol en melkzuur energetisch gezien veruit de meest energierijke substraten zijn voor de bacteriën van de methanogene fase (OHPA bacteriën + methanogene bacteriën = syntrofen).

Er komt namelijk theoretisch circa viermaal zoveel energie vrij voor de syntrofen per eenheid geproduceerd methaan respectievelijk uit ethanol en melkzuur dan uit bijvoorbeeld het mogelijke intermediaire propionzuur. Per mol glucose omgezet naar methaan ( $\text{CH}_4$ ) bedraagt het energie-aandeel van de syntrofen, uitgedrukt in kJ, voor azijnzuur 197, propionzuur 45, boterzuur 150, ethanol 179 en melkzuur 206.

Beschouwt men de fermentatie vertrekkend van een koolhydraat, bijvoorbeeld glucose, dan vindt men dat van de totale omzetting van glucose naar methaan en koolzuurgas bij een tweefasig systeem (zonder doorsturing van het gas van de verzuringsfase naar de methanogene fase) slechts respectievelijk 15.4, 11.3 en 20.2% van de verandering van de totale vrije energie die vrijkomt door de hieronder beschreven biochemische reactie ten goede komt van

7   
de syntrofen, dit indien de eerste fase gestuurd wordt naar  
respektievelijk azijnzuur, propionzuur of boterzuur.



Dit percentage wordt echter 44.1 en 51.1 % indien de voorver-  
zuring gestuurd wordt naar respektievelijk ethanol en melkzuur.  
Men ziet dus dat het energiekwantum, wat aan de OHPA en methaan-  
bacteriën ten goede komt, ongeveer met een faktor 3 vermenig-  
vuldigd wordt indien een ethanol en/of melkzuur gisting in plaats  
van een gemengde vetzuurgisting de methaangisting voorafgaat.

Experimenten hebben de theorie bevestigd (Pipyn & Verstraete  
1981). De effluenten van een vóorgisting naar melkzuur/ethanol  
(heterolaktische fermentatie) en van een gemengde vetzuur vóór-  
gisting werden parallel aan een methaangisting onderworpen. De  
methaanreactoren waren van het type opstroomreaktor met inge-  
bouwd gas-slib-vloeistof afscheidingssysteem. De voordelen van  
de melkzuur/ethanol gisting zijn duidelijk :

- 1) verdere doorgedreven afbraak van de COD doordat het ge-  
halte van het moeilijk afbreekbare proprionzuur in het  
effluent gering is. Dit uit zich in een 50% geringere  
residuele COD waarde van het effluent;
- 2) betere slibretentie in de methaanreaktor, wat zich uit  
als een 50% geringer gehalte aan gesuspendeerde stoffen  
in het effluent;
- 3) veel geringere reukhinder normaal veroorzaakt door de  
hogere vetzuren waaronder voornamelijk boterzuur.

Het is zonder meer duidelijk dat bij een éénfasige gisting  
of bij een niet gecontroleerde twee-fasige gisting het moeilijk  
af te breken propionzuur (dit is thermodynamisch weinig interes-  
sant voor de OHPA bacteriën) meestal gedeeltelijk in het effluent  
van de methaanreaktor overblijft. Dit is een in de praktijk be-  
kend gegeven en heeft als gevolg een geringer rendement van de

zuiveringsinstallatie in het algemeen.

Als antwoord op de voornoemde tweede vraag heeft men waargenomen (Pipyn & Verstraete 1981) dat de verzuring van bijvoorbeeld melasse grotendeels naar melkzuur en ethanol kan worden gestuurd (=heterolaktische fermentatie) door diskontinue ("batch") voeding wat zich uit als diskontinue en hoge slibbelastingen. Dit gaat doorgaans gepaard met belangrijke pH schommelingen, namelijk met een daling van 7 tot 4 (zie Pipyn, Verstraete en Rygole, 1979 - Winnen van methaangas uit organische afvalstoffen. Wetenschappelijk eindrapport - Nationaal programma R & D afvalstoffen - Ministerie Wetenschapsbeleid, Brussel, België).

Verdere studies, met kontinu gestuurde fermentors tonen echter aan (zie Verstraete, 1981 - Phase separation in anaerobic digestion. Motives and methods. Belgisch-Nederlandse studiedag KVIV-NVA over Biogas - Antwerpen) dat een heterolaktische fermentatie niet over een lange periode stabiel kan worden in stand gehouden.

Afhangend van de hydraulische- en slibretentietijd, de pH en de belasting worden verschillende fermentatiepatronen waargenomen. Zo wordt propionzuur een belangrijke komponent wanneer lange slibretentietijden (meerdere weken) en een neutrale pH worden ingesteld of wanneer de voorzuring beperkte verstoringen van substraatvoer ondergaat. Bij kortere retentietijden en licht-zure pH-voorwaarden domineren normaal de boterzuurvormende bacteriën. In het pH interval 5.2-5.5 en belastingen gaande tot verzadiging (geen substraat limitatie) wordt de azijnzuur fermentatie bevorderd.

Een fermentatie onder niet axenische voorwaarden, waarbij de mengcultuur selektief gericht is naar ethanol is het gevolg van een pH regeling rond een waarde beneden 5 en ongeveer gelijk aan 4 en het toepassen van een slibverblijftijd van meerdere dagen.

Een andere mogelijkheid om de taak van OHPA bacteriën te

vergemakkelijken bestaat erin een zo klein mogelijk aantal verschillende tussenprodukten te bekomen tijdens de verzuringsfase (zie Lescuré & Bourlet, 1979 - Epuration des eaux de sucrerie par fermentation méthanique mésophile - Comptes Rendus de la XVI-ième Assemblée Générale de la Commission Internationale Technique de Sucrerie - Amsterdam). Dit is mogelijk door bepaalde sturingsparameters extreem te houden, zoals extreem hoge slibbelasting, lage pH, zeer lange of zeer korte slibverblijftijd, hoge temperatuur, enz...

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor de produktie van methaangas uit en de zuivering van waterige suspensies van organische verbindingen met een twee-fasig anaëroob fermentatieproces. De eerste fase bestaat hoofdzakelijk uit een biologische konditioneer- en controle tank (Biological Conditioning and Control Vessel of BCCV) en heeft als doel de voeding naar de 2e fase zo optimaal en zo konstant mogelijk te maken, met diverse middelen, waarop later zal worden ingegaan. De tweede fase bestaat hoofdzakelijk uit een methaanreaktor waar uit de aldus gekonditioneerde voeding methaangas wordt geproduceerd.

Het resultaat van de volgens deze methode werkende installatie is :

- stabiele en betrouwbare werking van de methaanreaktor;
- hogere volumetrische belastingen van de methaanreaktor;
- hogere specifieke methaangasprodukties;
- hogere totale zuiveringsrendementen.

De middelen aangewend voor de controle en de konditionering in de 1ste fase kunnen als volgt worden samengevat.

#### Konditionering

- solubilisatie en hydrolyse onder optimale omstandigheden;
- vorming van vluchtige vetzuren, melkzuur of ethanol onder specifieke proceskondities om de produktie van de gewenste metabolieten te maximaliseren;

- voldoende buffering naar kwaliteit en kwantiteit;
- toevoeging van nutriënten;
- $H_2S$  verwijdering;
- $NO_2^-$  en  $NO_3^-$  verwijdering.

#### Regeling

- pH-regeling;
- temperatuurregeling;
- regeling van de voeding naar de biologische konditioneer- en kontroletank (BCCV) naargelang de  $\Delta pH$  (pH verschil) vóór en na de BCCV en de  $\Delta pH$  vóór en na de methaanreaktor;
- regeling van het gehalte aan gesuspendeerde stoffen.

Naargelang het te behandelen influent zullen alle of enkele dezer middelen worden aangewend. Ze worden hierna verder beschreven.

Volgens de uitvinding wordt de solubilisatie-hydrolyse bevorderd door de voornoemde BCCV te laten volgen door een slib-afscheidingsstap - dit kan zijn een gravitaire bezinking met behulp van een parallelle platenafscheider of een andere techniek en het aldus afgescheiden slib, welke rijk is aan enzymen vormende organismen die de solubilisatie-hydrolyse bevorderen, partieel of geheel naar de biologische konditioneer- en kontroletank (BCCV) te recirkuleren. De solubilisatie-hydrolyse kan verder worden bevorderd door toevoeging van enzymepreparaten in de BCCV.

Volgens de uitvinding wordt de produktie in de BCCV van geschikte metabolieten voor de methaanproduktie door de zuurvormende fermentatieve bakteriën gemaximaliseerd volgens één der volgende werkwijzen.

In een eerste werkwijze wordt in de BCCV de vorming van propionzuur zoveel mogelijk tegengegaan door bij zure pH te werken t.t.z. kleiner dan 6.0 en een slibretentietijd kleiner of gelijk aan 10 dagen toe te passen bij volumebelastingen groter dan 15

à 25 kg COD/m<sup>3</sup>.dag afhankelijk van de temperatuur en de aard van het afvalwater.

In een tweede werkwijze wordt in de BCCV de vorming van boterzuur begunstigd door te werken bij een pH begrepen tussen 5 en 6,5 en bij een slibverblijftijd begrepen tussen 2 en 10 dagen.

In een derde werkwijze wordt de vorming van azijnzuur bevorderd in de BCCV indien bij een pH gewerkt wordt van 5,2 en 5,5 en een slibverblijftijd gelijk aan de hydraulische verblijftijd en een volumebelasting van ongeveer 15 kg COD/m<sup>3</sup>.dag.

In een vierde werkwijze wordt een homolactische tot heterolactische fermentatie bekomen (fermentatie naar melkzuur of naar melkzuur + ethanol) door discontinue substraattoevoer en subsekwente pH daling van neutraal tot uitgesproken zuur (pH ongeveer 4). De slibverblijftijd dient dan gelijk te zijn aan de hydraulische verblijftijd en van de grootte orde te zijn van enkele uren tot 2 dagen afhankelijk van de substraatconcentratie. Dit kan bijvoorbeeld worden verwezenlijkt door twee BCCV's in parallel te bedienen en alternerend de ene of de andere te voeden.

In een vijfde werkwijze wordt een ethanol gisting bekomen door bij een uitgesproken zure pH te werken (rond pH 4), en met een lange slibverblijftijd (meerdere dagen) door middel van door-gedreven slibafscheiding en recirculatie.

Volgens de uitvinding wordt een buffering naar kwaliteit van de waterige suspensie van organische verbindingen voorzien door mechanische menging in de BCCV; buffering naar kwantiteit bij diskontinue voeding wordt voorzien door te werken met een variërend vloeistofpeil in de BCCV, zodat de tweede fase in principe gevoed wordt met een konstant debiet en sterk gedempte concentratieschommelingen.

Verder worden volgens de uitvinding, de nodige nutriënten zoals stikstof en fosfor toegevoegd volgens de behoeften van de bacteriën-populaties zowel in de BCCV, na de BCCV of beiden.



Hoge concentraties aan sulfaat in het influent worden volgens de uitvinding gereduceerd in de eerste reaktor tot sulfide en verwijderd door stripping bij zure pH, ten einde aldus de methaangisting in de tweede reaktor optimaal te laten verlopen en zodat het gevormde biogas van optimale kwaliteit zou zijn.

Volgens de uitvinding worden hoge concentraties aan nitraat en nitriet in het influent gereduceerd in de eerste reaktor tot stikstofgas en aldus onschadelijk gemaakt voor de navolgende methaangisting in de tweede reaktor.

Volgens de uitvinding wordt de betrouwbaarheid van het methaanvormingsproces verder bevorderd door een doorgedreven regeling en automatisatie.

De gewenste optimum pH in de BCCV wordt in stand gehouden door een pH-regelkring onder eventuele toevoeging van zuren of basen. De gewenste optimum pH van de voeding naar de tweede fase wordt in stand gehouden door een tweede pH regelkring op het effluent van de BCCV onder eventuele toevoeging van zuren of basen.

De gewenste temperatuur in de BCCV wordt in stand gehouden door een temperatuurregelkring op de voeding naar de BCCV, door opwarming of afkoeling in een warmteuitwisselaar. Op dezelfde manier wordt door een tweede temperatuurregelkring de gewenste optimum temperatuur in de tweede fase in stand gehouden.

De pH verandering of  $\Delta pH$  tussen voeding en effluent van de BCCV is een maat voor de hoeveelheid organische zuren gevormd in de BCCV. Afhangend van de concentratie, buffercapaciteit en fermenteerbaarheid van de voeding kan deze  $\Delta pH$  min of meer uitgesproken zijn.

Volgens de uitvinding wordt deze  $\Delta pH$  gebruikt om veranderingen in de biologische kwaliteit van de voeding, door ongewone belastingen, zowel van vergistbare of van toxische produkten, te detecteren en de voeding naar de installatie eventueel af te sluiten.



Er zijn praktische gevallen waarbij de te behandelen waterige suspensie geen stoffen meer bevat die tot organische zuren kunnen worden omgezet, maar alleen reeds gevormde organische zuren (bijvoorbeeld : afvalwater van vlasroterijen, afvalwater van de kringloop voor het wassen van suikerbieten in een suikerfabriek).

Volgens de uitvinding kan een verandering in de biologische kwaliteit van de voeding toch nog worden gedetecteerd door een kleine BCCV te voorzien in parallel met de hoofdstroom, en na toevoeging van een gemakkelijk verzuurbaar substraat zoals bijvoorbeeld suiker, de  $\Delta pH$  te meten vóór en na deze kleine BCCV en in functie daarvan de voeding naar de installatie eventueel af te sluiten.

De pH verandering of  $\Delta pH$  tussen voeding en effluent van de tweede fase methaanreaktor anderzijds is een maat voor het rendement van de methaangisting. Afhangend van de buffercapaciteiten en concentratie van organische metabolieten kan deze  $\Delta pH$  min of meer uitgesproken zijn.

Volgens de uitvinding wordt deze  $\Delta pH$  gebruikt om het voedingsdebiet naar de methaanreaktor bij te regelen teneinde een gewenst methaangistingsrendement te bereiken, en om de voeding naar de installatie eventueel af te sluiten.

Volgens de uitvinding wordt het gehalte aan gesuspendeerde stoffen van de voeding naar de 2e reaktor geregeld op een waarde kleiner dan ongeveer 0.2 à 0.25 maal het gehalte opgeloste COD (chemisch zuurstofverbruik, is een maat voor de organische stoffen.) Dit wordt verwezenlijkt door de BCCV te laten volgen door een slibafscheidingstrap (zie solubilisatie-hydrolyse) en door een gekontroleerde gehele of gedeeltelijke afvoer van het afgescheiden slib.

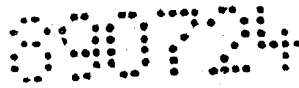
In de tweede trap van de werkwijze volgens de uitvinding wordt het gekonditioneerde effluent van de eerste fase doorheen

een geëxpandeerd bed van slib geleid. Dit slib bevat de bacteriën welke tussenkomen in de tweede en de derde theoretische fase van het methaangistingsproces, namelijk respectievelijk de OHPA bacteriën en de methanogene bacteriën. Dit gebeurt in de zogenaamde methaanreaktor, bestaande uit een recipiënt welke zodanig is gebouwd dat de vloeistof, afkomstig van de konditioneringsfase, doorheen een geëxpandeerd slibbed kan stijgen zonder dat genoemd slibbed daarbij wordt uitgespoeld. Bovendien is deze methaanreaktor voorzien van een afscheidingselement dat toelaat het mengsel gas- water- slib te ontmengen en het slib onder invloed van de zwaartekracht naar het slibbed te doen terugkeren. Dit type methaanreaktor wordt ook anaërobe "upflow reaktor" genoemd ofwel "Anaerobic Upflow Sludge Blanket" (UASB) reaktor.

In een uitvoeringsvariante van de werkwijze volgens de uitvinding wordt het gekonditioneerde effluent van de eerste fase doorheen een methaanreaktor geleid waarin zich op inerte materialen gefixeerde methaanbacteriën bevinden. Dit kan zijn fixatie op vast pakkingsmateriaal in de zogenaamde anaërobe filter, ofwel op vrij in de vloeistof zwevend inert materiaal, in de zogenaamde gefluidiseerd bed reaktor.

De praktijk heeft uitgewezen dat gezien de aard van het methanogeen slib (alleen bacteriën, geen eencelligen of meercelligen, slechte vlokformingscapaciteiten), er zich in bepaalde toevalligheden, of bij eventuele storingen die toch tot de tweede fase zouden doordringen, belangrijke slibverliezen kunnen voordoen via het effluent. Dit slibverlies kan gelijk of groter zijn dan de slibaangroei, en kan uiteindelijk de goede werking van de methaanreaktor in gevaar brengen.

Volgens de uitvinding kan daarom de methaanreaktor worden gevolgd door een slibafscheidingstrap - dit kan zijn een gravitaire bezinking met behulp van een parallelle platenafscheider, een filter, of een andere techniek - en het aldus afgescheiden



methanogeen slib kan partieel of geheel in de methaanreaktor worden teruggevoerd. Deze werkwijze, die in feite een combinatie is tussen een upflow reaktor en een kontaktreaktor, wordt hybried reaktor genoemd.

Volgens de uitvinding wordt de afscheiding van slib in de slibafscheidingstrap bevorderd door een voorafgaande ontgassing van het effluent van de methaanreaktor. Dit kan gebeuren in een cascadetoren, waar het effluent naar beneden stroomt over een reeks alternerend opgestelde horizontale schotten. Dit kan verder gebeuren door het effluent van de methaanreaktor kortstondig (enkele minuten) te beluchten.

Eveneens wordt volgens deze uitvinding de afscheiding van slib in de slibafscheidingstrap verder bevorderd door toevoeging van beperkte hoeveelheden polyelektroliet, in het bijzonder door sterk cationische organische polyelektrolieten.

We verwijzen nu naar de bijgevoegde tekening welke een vereenvoudigd blokschema voorstelt van de algemene werkwijze volgens de uitvinding, waarbij zoals gezegd volgens het geval één of meerdere voorgestelde onderdelen kunnen ontbreken.

De voeding 1 van de installatie gaat naar een eerste warmte-wisselaar voor temperatuurkontrolle 2, en daarna naar de BCCV 3. De voeding 1 is in het algemeen elke waterige suspensie van vergistbare organische verbindingen. Meer in het bijzonder is de werkwijze bedoeld voor behandeling van afvalwater van o.m. volgende industrieën : suikerfabrieken, melasse verwerkende bedrijven, gistfabrieken, stokerijen en industriële alcoholfabrieken, zuivelfabrieken, fruit- en groentenverwerkende industrieën, konservenfabrieken, aardappelverwerkende fabrieken en zetmeel-fabrieken, vlasroterijen, brouwerijen, papierfabrieken, soya-melkfabrieken, slachthuizen en destruktiebedrijven, bepaalde petrochemische en pharmaceutische bedrijven.

In de BCCV 3 wordt kontinu of intermitterend geroerd, en

er worden volgens noodzaak biokatalysatoren 4 voedingsstoffen 5 en chemicaliën voor een regeling van de pH 6 toegevoerd. In de BCCV 3 wordt een gas geproduceerd bevattende hoofdzakelijk CO, waterstof, H<sub>2</sub>S en sporen organische zuren. Om reukinder te vermijden kan dit gas worden behandeld in een ontgeuringsinstallatie 7.

Het effluent van de biologische konditioneer- en controle-tank (BCCV) 3 gaat naar een eerste slibafscheider 8. Het afgescheiden slib 9 wordt geheel of gedeeltelijk gerecirculeerd naar de BCCV 3, de rest wordt afgevoerd via 10. Het gas dat ontsnapt in slibafscheider 8 kan naar de ontgeuringsinstallatie 7 worden geleid.

De verblijftijd in de BCCV 3 bedraagt ongeveer 1 uur tot ongeveer 2 dagen, de belasting uitgedrukt als kg COD per m<sup>3</sup> tank en per dag ongeveer 5 tot ongeveer 150 kg COD/m<sup>3</sup>.dag. In de meeste gevallen wordt gewerkt in het interval 3 uur-1 dag en 10-60 kg COD/m<sup>3</sup>.dag. De temperatuur kan 10 tot 55°C bedragen, doch is meestal begrepen tussen 25 en 50°C.

Het effluent van de slibafscheider 8 gaat naar een tweede warmtewisselaar voor temperatuurkontrolle 11 en vervolgens, na toevoeging volgens de noodwendigheden van voedingsstoffen 5 en chemicaliën voor regeling van de pH 6, naar de methaanreaktor 12. Het in deze reaktor geproduceerde methaanrijke biogas kan naar een biogaszuiveringsinstallatie 13 worden geleid voor verwijdering van de onzuiverheden en verhoging van de calorische waarde (eliminatie CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, H<sub>2</sub>O, ...) en gaat vervolgens naar de verbruiker 14.

Het effluent van de methaanreaktor wordt eerst ontgast, eventueel mits korte beluchting, in 15 en gaat vervolgens naar een tweede slibafscheider 16. Het afgescheiden slib 17 wordt geheel of gedeeltelijk gerecirculeerd naar de methaanreaktor 12, de rest wordt afgevoerd via 18.

Het behandelde effluent 19 verlaat de slibafscheider 16 om te worden geloosd of nabehandeld.

De verblijftijd in de methaanreaktor bedraagt ongeveer 3 uur tot ongeveer 4 dagen, de belasting uitgedrukt als kg COD per m<sup>3</sup> tank en per dag ongeveer 1 tot ongeveer 30 kg COD/m<sup>3</sup>.dag. In de meeste gevallen wordt gewerkt in het interval 6 uur - 2 dagen en 8-25 kg COD/m<sup>3</sup>.dag. De temperatuur kan 8-45°C bedragen, doch is meestal begrepen tussen 28 en 38°C.

Specifieke biogasproducties, uitgedrukt in Nm<sup>3</sup> biogas per m<sup>3</sup> reaktorruimte en per dag, bedragen ongeveer 3 tot 10 Nm<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>.dag, en zijn meestal begrepen tussen 4 en 7 Nm<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>.dag.

Naargelang de waarde van de  $\Delta pH$  over de BCCV 3 of over de methaanreaktor 12 kan de voeding 1 worden afgevoerd naar een katastrofepemmen 20 ter bescherming van de installatie. Dit kan eveneens door pH meting over een kleine BCCV in parallel waarin een verzuurbaar substraat werd gedoseerd (niet afgebeeld), en dit in geval van volledig voorverzuurde voeding. Eveneens niet afgebeeld is een eliminatie van toxische hoeveelheden  $SO_4^{2-}$ ,  $S^{2-}$ ,  $NO_3^-$ , en  $NO_2^-$  in de eerste trap.

De tabel I toont de resultaten van twee typische praktische toepassingen van de werkwijze volgens de uitvinding, bekomen met semi-industriële installaties.

TABEL I

PARAMETER	EENHEID	AFVALWATER SUIKERFABRIEK	AFVALWATER GIST- EN ALCO- HOLFABRIEK
COD influent	mg/l	6000	32000
BOD influent	mg/l	4500	25600
COD effluent	mg/l	600	9000
BOD effluent	mg/l	315	3000
rendement COD afbraak	%	90	72
rendement BOD afbraak	%	93	88
verblijftijd BCCV	uur	4,8	36
belasting BCCV	kg COD/m <sup>3</sup> . dag	30	21,5
verblijftijd methaanreactor	uur	8,5	30
belasting methaanreactor	kg COD/m <sup>3</sup> . dag	15	22,6
biogasproductie methaanreactor	Nm <sup>3</sup> /m <sup>3</sup> .dag	6,8	8



## EISEN

1.- Werkwijze voor de produktie van methaangas uit en de zuivering van waterige suspensies van organische verbindingen door middel van een anaëroob gistingproces, met het kenmerk dat zij in twee verschillende trappen wordt uitgevoerd, namelijk een eerste trap, konditioneringsfase genoemd, welke als doel heeft de voeding naar de 2de trap zo optimaal en zo konstant mogelijk te houden door de voornaamste karakteristieken van de waterige suspensie zoals pH, temperatuur, gehalte aan gesuspendeerde stoffen, debiet en concentratie en samenstelling van de organische en anorganische componenten te regelen, en een tweede trap waar uit de aldus gekonditioneerde voeding methaan wordt geproduceerd met hogere belastingen, hogere zuiveringsrendementen, hogere specifieke methaanprodukties en onder stabiele en betrouwbare omstandigheden.

2.- Werkwijze volgens eis 1, met het kenmerk dat in de eerste trap het influent doorheen een biologische konditioner- en kontroletank wordt gevoerd, terwijl in de tweede trap de voeding doorheen een methaanreaktor van het "upflow" of "UASB" type wordt gevoerd, dit is een reaktor waarbij het substraat van onder naar boven doorheen een geëxpandeerd bed van methanogeen slib wordt geleid en bovenaan voorzien van een gas-water-slib afscheider met interne slibterugvoer.

3.- Werkwijze volgens eis 1, met het kenmerk dat de eerste trap hoofdzakelijk verwezenlijkt wordt in een biologisch konditioner- en kontrolevat terwijl de tweede trap verwezenlijkt wordt in een methaanreaktor waarin zich op inerte materialen gefixeerde methaanbakteriën bevinden.

4.- Werkwijze volgens eis 3, met het kenmerk dat de methaanreaktor gevormd wordt door een anaërobe filter.

5.- Werkwijze volgens eis 3, met het kenmerk dat de methaanreaktor gevormd wordt door een gefluidiseerd bed reaktor.

6.- Werkwijze volgens eis 1 of 2, met het kenmerk dat in de eerste trap de solubilisatie-hydrolyse-reakties worden bevorderd door na de BCCV slib af te scheiden en geheel of gedeeltelijk te recirculeren.

7.- Werkwijze volgens eis 1 of 2, met het kenmerk dat in de eerste trap de solubilisatie-hydrolyse-reakties worden bevorderd door toevoeging van enzymepreparaten.

8.- Werkwijze volgens één der voorgaande eisen, met het kenmerk dat in de eerste trap de produktie van geschikte metaboliëten voor de methaanvormende trap door de zuurvormende fermentatieve bakteriën wordt gemaximaliseerd door tegengaan van de propionzuurvorming, door de BCCV te bedrijven bij pH kleiner dan 6 en slibretentietijd kleiner dan 10 dagen of volumebelastingen groter dan 15 à 25 kg COD/m<sup>3</sup>.dag;

9.- Werkwijze volgens één der eisen 1 tot 7, met het kenmerk dat in de eerste trap de produktie van geschikte metaboliëten voor de methaanvormende trap door de zuurvormende fermentatieve bakteriën wordt gemaximaliseerd door bevorderen van de boterzuurvorming, door de BCCV te bedrijven bij een pH begrepen tussen 5 en 6,5 en een slibverblijftijd begrepen tussen 2 en 10 dagen.

10.- Werkwijze volgens één der eisen 1 tot 7, met het kenmerk dat in de eerste trap de produktie van geschikte metaboliëten voor de methaanvormende trap door de zuurvormende fermentatieve bakteriën wordt gemaximaliseerd door bevorderen van de azijnzuurvorming door de BCCV te bedrijven bij pH begrepen tussen 5,2 en 5,5, een slibverblijftijd gelijk aan de hydraulische verblijftijd en een volumebelasting van ongeveer 15 kg COD/m<sup>3</sup>. dag.

11.- Werkwijze volgens één der eisen 1 tot 7, met het kenmerk dat in de eerste trap de produktie van geschikte metaboliëten voor de methaanvormende trap door de zuurvormende fermentatieve bakteriën wordt gemaximaliseerd door bevorderen van de

melkzuur en ethanol vorming, door een diskontinue voeding van de BCCV, verwezenlijkt bijvoorbeeld door alternerende voeding van één van twee BCCV's in parallel, met hydraulische verblijftijd in de BCCV begrepen tussen enkele uren en twee dagen.

12.- Werkwijze volgens één der eisen 1 tot 7, met het kenmerk dat in de eerste trap de produktie van geschikte metaboliëten voor de methaanvormende trap door de zuurvormende fermentatieve bakteriën wordt gemaximaliseerd door bevorderen van de ethanolvorming, door de BCCV te bedienen bij een pH rond 4 en een lange slibverblijftijd verwezenlijkt door doorgedreven slibafscheiding en -recirculatie.

13.- Werkwijze volgens één der voorgaande eisen, met het kenmerk dat in de eerste trap kwaliteit en hoeveelheid van de waterige suspensie zodanig wordt geëgaliseerd dat de tweede trap zo konstant mogelijk wordt gevoed, wat wordt verwezenlijkt door mechanische menging en/of variërend waterniveau in de BCCV.

14.- Werkwijze volgens één der voorgaande eisen, met het kenmerk dat in de eerste trap toxische hoeveelheden sulfaat en sulfide worden verwijderd.

15.- Werkwijze volgens eis 14, met het kenmerk dat de toxische hoeveelheden sulfaat en sulfide worden verwijderd door sulfaatreduktie in de biologische konditioneer- en kontroletank en daaropvolgende stripping bij zure pH.

16.- Werkwijze volgens eis 14, met het kenmerk dat de toxische hoeveelheden nitraat en nitriet worden gereduceerd tot stikstofgas in de biologische konditioneer- en kontroletank.

17.- Werkwijze volgens één der voorafgaande eisen, met het kenmerk dat de betrouwbaarheid van de werking van de tweede trap nog wordt verhoogd door minstens één der volgende automatische regelkringen :

- pH regeling in de biologische konditioneer- en kontroletank
- pH regeling van de voeding naar de tweede trap;

- temperatuurregeling van de voeding naar de biologische konditioneer- en kontroletank;
- temperatuurregeling van de voeding naar de tweede trap.

18.- Werkwijze volgens één der voorgaande eisen, met het kenmerk dat het pH verschil tussen voeding en effluent van de biologische konditioneer- en kontroletank en/of voeding en effluent van de methaanreaktor, worden gemeten als maat voor de biologische kwaliteit van de voeding, om bij onaanvaardbare kwaliteit de voeding naar de installatie af te sluiten, en eventueel af te leiden naar een katastrofebekken.

19.- Werkwijze volgens één der voorgaande eisen, met het kenmerk dat in het geval van een volledig vóórverzuurde voeding, een kleine biologische konditioneer- en kontroletank in parallel met de hoofdstroom wordt geschakeld, en na toevoeging van een verzuurbaar substraat, het pH verschil voor en na deze kleine biologische konditioneer- en kontroletank wordt gemeten als maat voor de biologische kwaliteit van de voeding, om bij onaanvaardbare kwaliteit de voeding naar de installatie af te sluiten, en eventueel af te leiden naar een katastrofebekken.

20.- Werkwijze volgens één der voorgaande eisen, met het kenmerk dat de voeding naar de tweede trap wordt bijgeregeld in functie van de waarde van het pH verschil vóór en na de methaanreaktor, teneinde een gewenst methaangistingsrendement te bereiken en te behouden.

21.- Werkwijze volgens één der voorgaande eisen, met het kenmerk dat het gehalte aan gesuspendeerde stoffen van de voeding naar de tweede trap wordt geregeld op een waarde gelijk aan ongeveer 0,2 à 0,25 maal het gehalte aan opgeloste COD, door na de biologische konditioneer- en kontroletank het slib af te scheiden en gedeeltelijk te verwijderen.

22.- Werkwijze volgens één der voorgaande eisen, met het kenmerk dat om okkasideel slibverlies uit de reaktor op te van-

gen, de methaanreaktor gevolgd wordt door een externe slibafscheiding en het afgescheiden slib geheel of gedeeltelijk wordt gerecirkuleerd.

23.- Werkwijze volgens eis 22, met het kenmerk dat deze slibafscheiding wordt bevorderd door een voorafgaande ontgassing in een daartoe gekonstrueerde cascadetoren.

24.- Werkwijze volgens eis 22, met het kenmerk dat deze slibafscheiding nog wordt bevorderd door een voorafgaande kortstondige beluchting van enkele minuten.

25.- Werkwijze volgens eis 22, met het kenmerk dat de afscheiding van slib in de slibafscheidingstrap bevorderd wordt door toevoeging van beperkte hoeveelheden polyelektroliet.

26.- Werkwijze volgens één der voorgaande eisen, met het kenmerk dat de eerste trap in hoofdzaak gevormd wordt door het toevoeren van het influent aan een eerste warmtewisselaar voor temperatuurkontrolle; het verder voeren van het influent naar een biologische konditioneer- en kontroletank en het vanuit deze laatste verplaatsen van het effluent naar een slibafscheider waarbij het afgescheiden slib geheel of gedeeltelijk gerecirkuleerd wordt naar de voornoemde biologische konditioneer- en kontroletank.

27.- Werkwijze volgens eis 26, met het kenmerk dat in de biologische konditioneer- en kontroletank geroerd wordt waarbij, volgens noodzaak, biokatalysatoren, voedingsstoffen en chemicaliën voor de regeling van de pH worden toegevoerd.

28.- Werkwijze volgens één der voorgaande eisen, met het kenmerk dat het in de biologische konditioneer- en kontroletank geproduceerd gas aan een ontgeuringsinstallatie wordt toegevoerd.

29.- Werkwijze volgens één der eisen 1 tot 25, met het kenmerk dat de tweede trap in hoofdzaak gevormd wordt door het toevoeren van het effluent van de konditioneer- en kontroletank aan een methaanreaktor waarvan het effluent wordt ontgast en



vervolgens naar een slibafscheider wordt gevoerd waarna het afgescheiden slib geheel of gedeeltelijk gerecirkuleerd wordt naar de methaanreaktor.

30.- Werkwijze volgens eis 29, met het kenmerk dat vooraleer het effluent aan de methaanreaktor wordt toegevoerd, dit effluent eerst een temperatuurkontrolle ondergaat.

31.- Werkwijze volgens eis 29 of 30, met het kenmerk dat vooraleer het voornoemde effluent aan de methaanreaktor wordt toegevoerd aan dit effluent voedingsstoffen en chemicaliën voor de regeling van de pH worden toegevoegd.

32.- Werkwijze volgens één der eisen 29 tot 31, met het kenmerk dat het in de methaanreaktor geproduceerde biogas aan een zuiveringsinstallatie wordt toegevoerd.

33.- Inrichting voor het toepassen van de werkwijze volgens één der voorgaande eisen, met het kenmerk dat zij hoofdzakelijk gevormd wordt door een biologische konditioneer- en kontroletank en een methaanreaktor.

34.- Inrichting volgens eis 33, met het kenmerk dat de methaanreaktor van het "upflow" of "UASB" type is, met andere woorden een reaktor waarbij het substraat van onder naar boven doorheen een geëxpandeerd bed van methanogeen slib wordt geleid en bovenaan voorzien is van een gas- water- slibafscheider met interne slibterugvoer.

35.- Inrichting volgens eis 33, met het kenmerk dat de methaanreaktor gevormd wordt door een anaërobe filter.

36.- Inrichting volgens eis 33, met het kenmerk dat de methaanreaktor gevormd wordt door een gefluidiseerd bed reaktor.

37.- Werkwijze en inrichting voor het produceren van methaan gas uit en zuiveren van waterige suspensies van organische verbindingen door middel van een anaëroob gistingsproces, hoofdzakelijk zoals voorafgaand beschreven en weergegeven in de bijgaande tekening.

p.pa van : STUDIEBUREAU O. DE KONINCKX, naamloze vennootschap  
en RIJKSUNIVERSITEIT GENT.  
Antwerpen, 14 oktober 1981.

p.pa van : Antwerps Octrooi- en Merken-  
bureau M.F.J. Bockstael N.V.

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'M. F. J. Bockstael', written in a cursive style and enclosed within a large, loopy oval flourish.

AANGETEKEND.

MINISTERIE VAN ECONOMISCHE ZAKEN.  
Dienst van de Industriële Eigendom.  
Demotstraat 24 le étage.

1040 BRUSSEL.

Uw Ref. :

Onze Ref. : A.184.042-(BR.5054)  
RP/vd

5 november 1981

re : Belgische octrooiaanvraag nr. 2/59415 ingediend op  
14 oktober 1981 ten name van STUDIEBUREAU O. DE  
KONINCKX naamloze vennootschap en RIJKSUNIVERSITEIT  
GENT.

INFORMATIENOTA.

De Titularis van de onder hoofde vermelde Bel-  
gische octrooiaanvraag deelt ons mede dat er een materiële  
correctie dient aangebracht te worden in de beschrijving  
van deze Belgische octrooiaanvraag, t.w. :

Bladzijde 2, lijn 28 :

gelieve te lezen :

"... van gemengde vloeistof..."

in plaats van :

"... van gemenge vloeistof..."

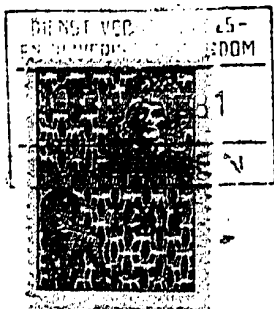
Bladzijde 14, lijn 17 :

gelieve te lezen :

"... gefixeerde ..."

in plaats van :

"... gefixeerd..."



Bladzijde 21, lijn 19 :

gelieve te lezen :

"fide en nitraat en nitriet worden.."

in plaats van :

"fide worden ..."

Inderdaad is deze aanvulling duidelijk wanneer men ziet dat eis 16 verwijst naar eis 14 om de nitriet- en nitraatverwijdering te specificeren.

De ondergetekende weet dat geen enkel dokument gevoegd bij het dossier van een uitvindingsoctrooi van zulke aard mag zijn, dat het, hetzij aan de beschrijving, hetzij aan de tekeningen, grondwijzigingen aanbrengt en verklaart dat de inhoud van deze nota zulke wijzigingen niet aanbrengt en slechts als doel heeft één of meerdere materiële vergissingen aan te duiden.

Hij erkent dat de inhoud van deze nota niet als uitwerking kan hebben de octrooiaanvraag nr. PV 2/59415 volledig of gedeeltelijk geldig te maken indien dit het niet was, in het geheel of gedeeltelijk, krachtens de huidige in voege zijnde Wetgeving.

Hij machtigt de Administratie deze nota bij het dossier te voegen en er fotocopie van te leveren.

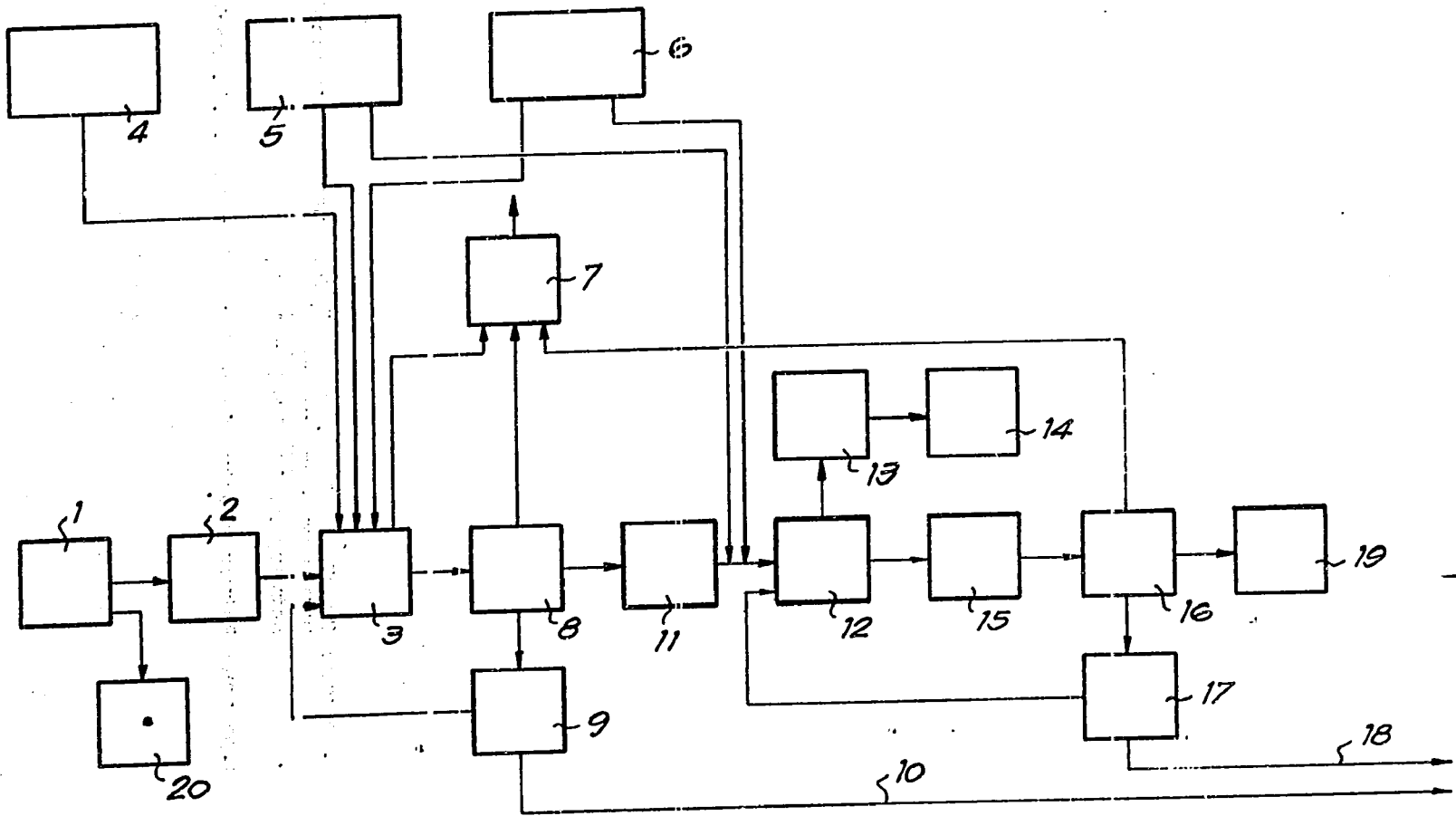
Antwerpen, 5 november 1981.

pp. Bureau M.F.J.Bockstael.



NOTA GEVOEGD BIJ HET OCTROOIDOSSIER  
" 890424 op 13 -11- 1981

*MR.*



STUDIEBUREAU O. DE KONINCKX, naamloze vennootschap en  
 RIJKSUNIVERSITEIT GENT

