

METODA POMIARU GĘSTOŚCI OSADU POKOAGULACYJNEGO Z ZASTOSOWANIEM TOMOGRAFII RENTGENOWSKIEJ

Mariusz R. RZĄSA¹, Ewelina PODGÓRNI²

1. Politechnika Opolska, Wydział Mechaniczny
tel.: 77 449 80 71 e-mail: m.rzasa@po.opole.pl
2. Politechnika Opolska, Wydział Mechaniczny
tel.: 77 449 88 76 e-mail: e.podgorni@po.opole.pl

Streszczenie: Koagulacja jest jednym z procesów oczyszczania wody. Polega na destabilizacji układu koloidalnego i aglomeracji cząstek, które następnie usuwa się w procesach sedymentacji, flotacji czy filtracji. Powstałe cząstki pokoagulacyjne charakteryzują się zróżnicowanym kształtem, wielkością oraz strukturą. Szybkość opadania takich cząstek w dużej mierze zależy od ich gęstości. Struktura cząstek powoduje, że wyróżnia się dwa rodzaje porów. Makropory, które nie powinny być uwzględniane przy wyznaczaniu gęstości oraz mikropory, które stanowią cechę charakteryzującą dany osad pokoagulacyjny. Gęstość wyznaczono metodą wagową dla odpowiednio przygotowanych próbek. Ponieważ proces prasowania może niszczyć mikrostrukturę osadu, przeprowadzono badania mające na celu określenie stopnia sprasowania próbek, aby zminimalizować błędy wyznaczenia gęstości. Badania te prowadzono za pomocą tomografu rentgenowskiego, dzięki któremu możliwe było wyznaczenie objętości danej próbki z korektą makroporowości. W pracy przedstawiono wyniki badań oraz parametry graniczne procesu przygotowywania próbek.

Słowa kluczowe: gęstość osadu, koagulacja, mikrotomografia rentgenowska.

1. WPROWADZENIE

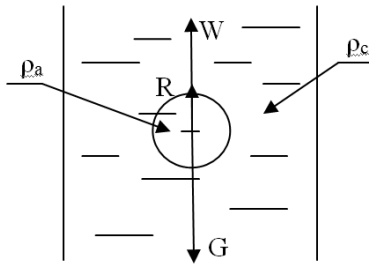
Koagulacja jest procesem jednostkowym powszechnie stosowanym w oczyszczaniu wód powierzchniowych, wód podziemnych oraz ścieków. W procesie usuwane są przede wszystkim koloidy i zawiesiny trudnoopadające, a także rozpuszczone w wodzie związki organiczne [1]. Zapewnienie wysokiej efektywności koagulacji jest niezwykle ważne z punktu widzenia kolejnych procesów uzdatniania [2]. Jednym z niepożądanych związków obecnych w wodzie, które można usunąć podczas koagulacji, jest żelazo. W Europie 75% krajów korzysta z podziemnych ujęć wody pitnej. Blisko 87% zasobów wód podziemnych zawiera podwyższoną zawartość związków żelazowych. Choć żelazo nie ma znaczącego wpływu na zdrowie ludzi, to konieczne jest usunięcie jego związków z wody technologicznej. Dwuwartościowe związki żelaza w kontakcie z tlenem atmosferycznym, tworzą trudnorozpuszczalne związki Fe(III), wytrącające się w postaci osadu, który następnie należy usunąć, np. w procesie flotacji, sedymentacji czy filtracji. Trójwartościowe formy żelaza obecne w wodzie powodują wzrost jej mętności oraz nadają jej nieprzyjemny metaliczny

zapach, żelazisty smak, brązowo-żółtą barwę oraz mogą sprzyjać rozwojowi bakterii żelazistych, powodujących zarastanie przewodów oraz korozję urządzeń [3]. Usunięcie tego rodzaju zanieczyszczeń wymaga zastosowania procesu koagulacji. Cząstki koloidalne posiadają ładunki elektryczne, które utrudniają ich łączenie się w większe aglomeraty. Destabilizację ładunków cząstek koloidalnych uzyskuje się między innymi poprzez dawkowanie do wody odpowiedniego koagulantu. W zależności od rodzaju wody, wielkości dawki oraz rodzaju koagulantu i warunków fizyczno-chemicznych procesu, powstające kłaczkosady, mają różną budowę i zdolność do aglomeracji [4,5]. Powstałe w procesie koagulacji kłaczkosady charakteryzuje także zmienna struktura i związana z tym różna podatność na proces sedymentacji i filtracji [6].

W trakcie opadania, kłaczkosady łączą się w większe aglomeraty, co nazywane jest flokulacją. Podczas flokulacji następuje zagęszczanie kłaczkosadów pod wpływem ich ciężaru i grawitacyjne oddzielenie od nich wody wolnej. Opadanie zawieszin kłaczkosadów jest procesem złożonym, w trakcie sedymentacji zmienia się masa oraz kształt cząstek [7].

Gęstość kłaczkosadów niewiele się różni od gęstości wody, a wewnątrz ich objętości zawiera się 95-99% wody, która gromadzi się w kanalikach. Ze względu na nieregularną strukturę cząstek pokoagulacyjnych ich ruch jest bardzo złożony. Porowatość kłaczkosadów związana jest w dużą liczbą kanalików, tworzących się na skutek zlepiania się cząstek koloidalnych. Największą zdolność do łączenia się wykazują świeżo powstałe kłaczkosady, gdyż powierzchnia adsorpcji jest wówczas największa. Wraz z upływem czasu następuje ubijanie i starzenie się kłaczkosadów, a powierzchnia adsorpcji ulega zmniejszeniu [7].

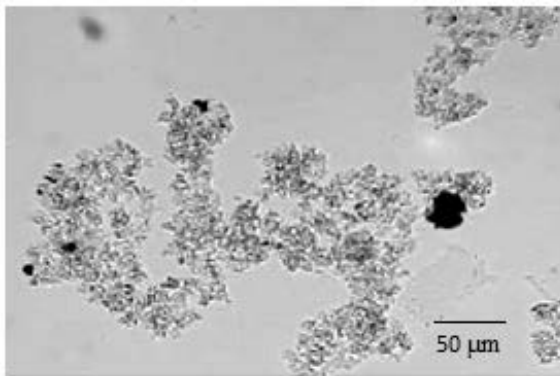
W przypadku opadającej cząstki w środowisku grawitacyjnym, na cząstkę działają początkowo siły wyporu W i ciężkości G oraz siła oporu R , powodująca hamowanie opadania ciała (rys.1). Dodatkowo występują siły związane z ruchem obrotowym cząstek wokół własnej osi oraz wzajemne oddziaływania cząstek, zakłócające ruch cząstek sąsiednich. Z siłą grawitacji ściśle związana jest gęstość cząstki opadającej ρ_a , w stosunku do gęstości cieczy ρ_c . Parametr ten ma duże znaczenie dla procesu sedymentacji. W związku z tym podjęto próbę utworzenia wzornika gęstości cząstek osadu pokoagulacyjnego, w oparciu o badania tomografem rentgenowskim.



Rys. 1. Osadzanie cząstki w polu grawitacyjnym [8]

2. KSZTAŁT CZĄSTEK POKOAGULACYJNYCH

Na czas opadania cząstek istotny wpływ ma ich kształt i gęstość. Na rysunku 2 przedstawiono typową zawiesinę pokoagulacyjną. Kształt kłaczków jest bardzo nieregularny, a pory są wypełnione wodą, co znacznie utrudnia wyznaczenie objętości i gęstości takich cząstek. Opis teoretyczny ruchu rzeczywistej zawiesiny polidispersyjnej jest niezwykle trudny, a z uwagi na porowatą strukturę kłaczków wyznaczenie ich gęstości nie jest sprawą trywialną.



Rys. 2. Zdjęcie mikroskopowe wytrąconej zawiesiny pokoagulacyjnej

3. METODA WYZNACZANIA GĘSTOŚCI

W pracy przedstawiono opis metody pomiarowej służącej do określenia gęstości osadu pokoagulacyjnego. Metoda polega na określeniu gęstości metodą wagową. W tym celu osad pokoagulacyjny sprasowano do próbek o kształcie walca i średnicy 2,5 mm. Tego typu próbki zważono na wadze laboratoryjnej o dokładności 0,1 mg. Objętość próbki określono na podstawie zrekonstruowanego trójwymiarowego obrazu z tomografu rentgenowskiego. Gęstość wyznaczono na podstawie zależności:

$$\rho = \frac{m}{V}, \quad (1)$$

gdzie:

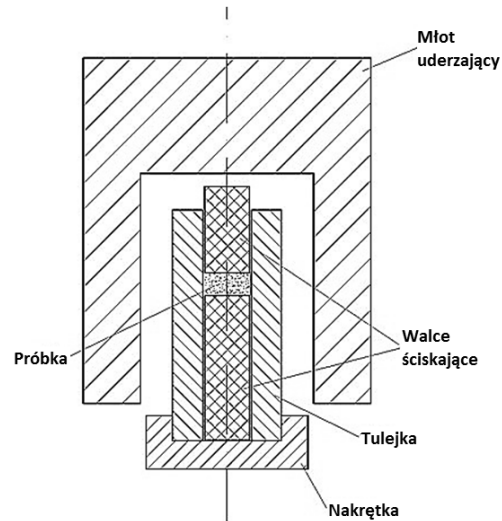
ρ - gęstość, kg/m^3 , m - masa, kg , V - objętość, m^3 .

W celu zapewnienia powtarzalności badań, przeprowadzono koagulację dla wody modelowej. Wodę modelową przygotowano poprzez rozpuszczenie określonej zawartości soli, tj.: 8 g/dm^3 chlorku sodu NaCl , 4 g/dm^3 siarczanu sodu Na_2SO_4 i $0,05 \text{ g/dm}^3$ siarczanu żelaza (II) FeSO_4 . W celu wytrącenia żelaza do postaci osadu, zastosowano wysokozasadowy, wstępnie zhydrolizowany koagulant glinowy o nazwie Flokor 1,2A, nie wymagający stosowania dużych dawek [4,9,10]. Zastosowano dawkę

60 g/m^3 . Po dodaniu koagulantu osad oddzielono od wody, poprzez przesączenie na zestawie do sączenia z zastosowaniem sączek celulozowych o wielkości porów równej $\phi 45 \mu\text{m}$. Następnie osad poddano suszeniu na wagosuszarce w stałej temperaturze 105°C .

3.1. Przygotowanie próbki

Wysuszony osad pokoagulacyjny poddano zagęszczeniu na prasie udarowej (rys. 3). Prasa składa się z cylindrycznej tulei, w której umieszczono dwa walce ściskające, pomiędzy którymi znajduje się prasowany materiał. Udarowe prasowanie następowało poprzez uniesienie młota uderzającego o masie 1 kg na stałą wysokość 5 cm, a następnie jego grawitacyjnego opuszczenia. Stopień sprasowania był regulowany poprzez ilość uderzeń młota.

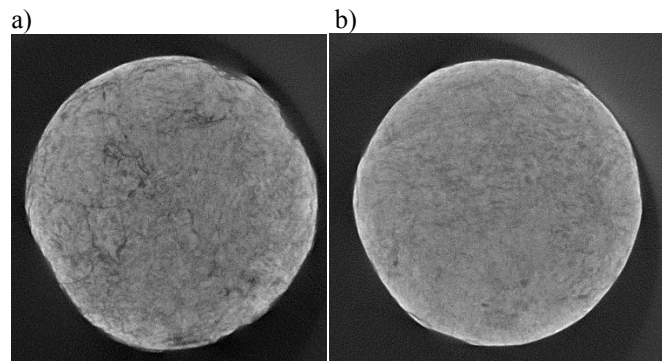


Rys. 3. Schemat budowy prasy udarowej

Prasowanie ma na celu zredukowanie makroporów, lecz nie powinno wpływać na mikroporowatą strukturę materii. Istotne zatem jest określenie ilości uderzeń młota.

3.2. Wyznaczenie objętości próbki

Próbki poddano skanowaniu mikrotomografem rentgenowskim. Przykładowe obrazy w skali odcieni szarości przedstawiono na rysunku 4, gdzie jasne pola przedstawiają osad, a ciemne powietrze. Próbki posiadają pewną liczbę makroporów. Zwiększanie liczby uderzeń będzie prowadziło do niszczenia mikroporowatej struktury, będącej charakterystycznym parametrem osadu.

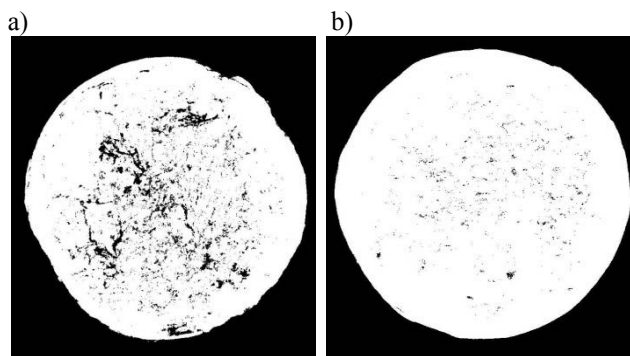


Rys. 4. Przekrój poprzeczny próbki dla a) 1 uderzenia młota, b) 8 uderzeń młota

Objętość próbki określono poprzez zsumowanie objętości składowych brył, uzyskanych z obrazów przekroi poprzecznych o grubości 1 piksela. Aby określić, które piksele reprezentują osad, przeprowadzono proces analizy obrazu. Procesu analizy obrazu dokonano za pomocą oprogramowania LabVIEW z modułem Vision (rys. 5).

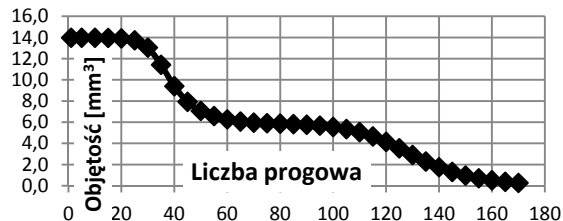
Aplikacja odczytuje z wybranego katalogu obrazy skanowanej próbki (File Dialog), dla których wyodrębnia się piksele reprezentujące osad. Operacja ta polega na progowaniu stopnia szarości (Image Threshold), a następnie po usunięciu artefaktów zlicza liczbę pikseli reprezentujących osad. Za pomocą wartości współczynnika skali oblicza się objętość pojedynczego przekroju o grubości jednego piksela oraz obliczana jest gęstość próbki [11].

Na rysunku 6 przedstawiono obrazy po procesie analizy obrazu. Dla próbki z rysunku 6a dostrzegalne są makropory, które będą miały wpływ na błędy wyznaczenia objętości. W przypadku ośmiu uderzeń młota liczba i wielkość makroporów ulega znacznemu zmniejszeniu, nie jest jednak możliwe ich całkowite wyeliminowanie (rys. 6b). Wyznaczenie objętości przy niewielkiej liczbie makroporów nie wprowadza dużych błędów pomiaru. Wymaga to jednak odpowiedniego dobrania wartości progowej w procesie progowania odcieni szarości.



Rys. 6. Przekrój poprzeczny próbki dla a) 1 uderzenia młota, b) 8 uderzeń młota

Na błąd określenia objętości wpływ ma odpowiednie wyznaczenie liczby progowej. Na rysunku 7 przedstawiono zależność objętości od liczby progowej. Jak wynika z przeprowadzonych badań, dla liczby progowej z przedziału od 55 do 105 wartość wyznaczonej objętości nie ulega zmianie. Świadczy to o niewrażliwości wyniku pomiaru na zmianę liczby progowej w tym przedziale. Stąd do dalszych badań przyjęto wartość 81, dla której objętość jest równa średniej wartości $5,9 \text{ mm}^3$.

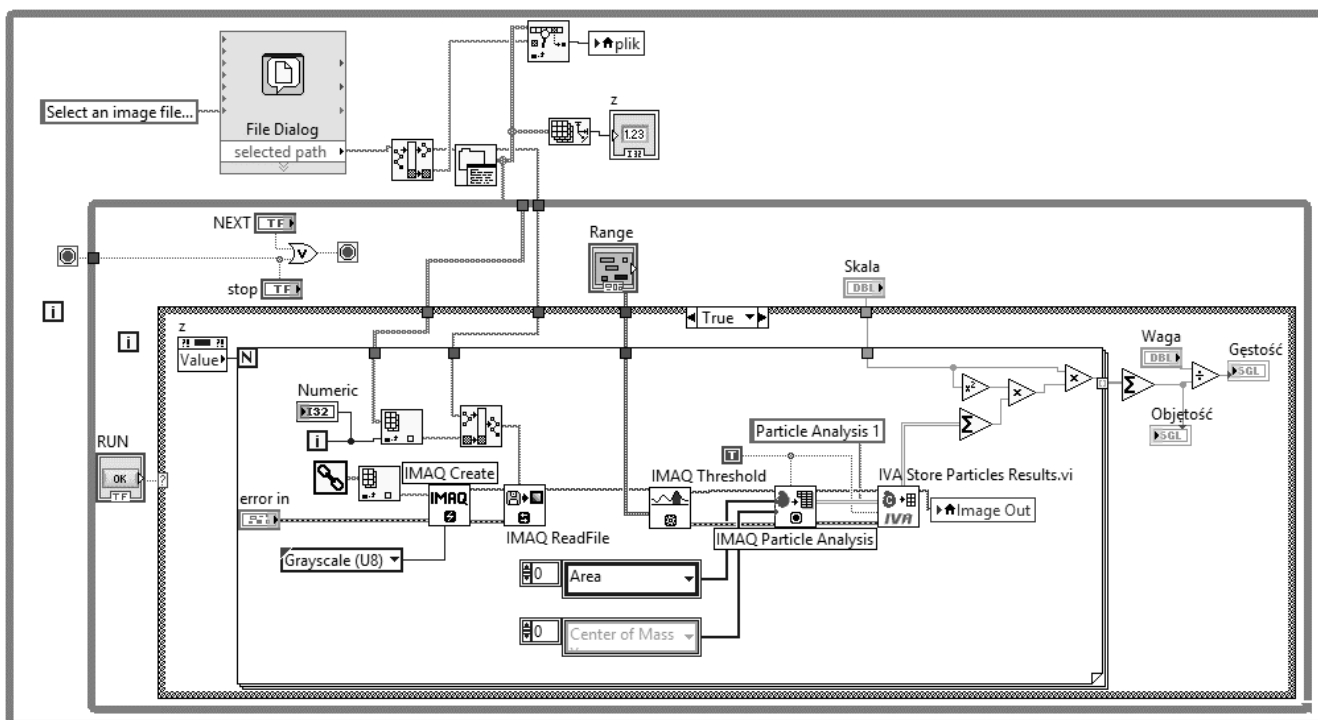


Rys. 7. Wykres zależności objętości próbki od liczby progowej

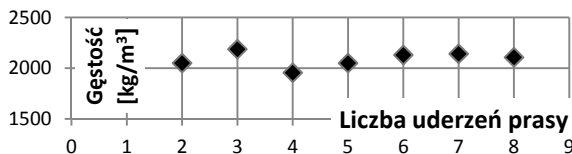
4. WYNIKI BADAŃ

W związku z tym, że błąd wyznaczenia gęstości zależy od stopnia sprasowania próbek, konieczne było przeprowadzenie badań, mających na celu określenie ilości uderzeń młota w prasie udarowej. Zbyt duża liczba uderzeń może niszczyć mikrostrukturę, dlatego przeprowadzono eksperyment polegający na sprasowaniu tego samego osadu przy różnej liczbie uderzeń młota.

Na rysunku 8 przedstawiono wyniki obliczonej gęstości dla różnej liczby uderzeń młota. Ilość uderzeń młota prasy wynosiła od 1 do 8. Dla liczby uderzeń mniejszej od 6 otrzymano duże błędy, spowodowane występowaniem w sprasowanej próbce dużej ilości makroporów, które w procesie wyznaczania objętości powodują duże błędy pomiarowe. Dla liczby uderzeń powyżej 6 uzyskane wyniki są do siebie bardzo zbliżone, co świadczy o prawidłowo dobranej liczbie uderzeń, która zapewnia odpowiednio niewielką liczbę makroporów w próbce badanej, bez niszczenia jej mikroporowej struktury.



Rys. 5. Okno programu aplikacji do analizy obrazu w programie LabVIEW



Rys. 8. Wykres zależności gęstości osadu od liczby uderzeń młota

Dla trzech próbek o liczbie uderzeń młota większej od 6 obliczono wartość gęstości osadu pokoagulacyjnego. Zakładając, że wartość rzeczywista gęstości (ρ_{rz}) jest wartością średnią arytmetyczną.

$$\rho_{rz} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \rho_i = 2127,36 \text{ kg/m}^3 \quad (2)$$

gdzie:

N – liczba próbek, ρ_i – gęstość danej próbki osadu.

Niepewność standardowa typu A jest na poziomie 1 kg/m^3 , co można uznać za wynik zadowalający. Na tej podstawie uznano, że przedstawiona metoda pomiarowa może być metodą wzorcową do wyznaczania gęstości osadów pokoagulacyjnych.

5. PODSUMOWANIE

Przedstawiona metoda pomiarowa służy do precyzyjnego wyznaczania gęstości materiałów porowatych zawierających zarówno makro jak i mikropory. Wielokrotnie mikropory są cechą charakterystyczną dla danej materii, a jednocześnie występowanie makroporów utrudnia prawidłowe określenie objętości próbki. Przedstawione rozwiązanie umożliwi wyznaczanie gęstości z błędem rzędu 0,05%. Metoda ta może mieć zastosowanie przy określaniu gęstości wzorców materiałów porowatych. Przykładowe wyznaczenie gęstości osadu pokoagulacyjnego stanowi wstęp do dalszych badań i modyfikacji opracowanej metody.

6. BIBLIOGRAFIA

1. Kłos M., Gumińska J.: Wykorzystanie pomiaru liczby cząstek do optymalizacji dawki koagulantu

- w oczyszczaniu wód powierzchniowych. *Ochrona Środowiska*, Tom 31, Nr 3/2009, s. 25-28.
2. Nowacka A., Włodarczyk-Makuła M.: Wpływ wybranych koagulantów glinowych wstępnie zhydrolizowanych na poprawę jakości uzdatnianej wody. *Rocznik Ochrona Środowiska*, Tom 16/2014, s. 336-350.
3. Albrektiene R., Rimeika M., Lubyte E.: The removal of iron-organic complexes from drinking water using coagulation process. *Environmental Engineering The 8th International Conference Vilnius 2011*, s. 509-512.
4. Kłosok-bazan I.: Badania modelowe nad odżelazianiem wód geotermalnych na cele balneologiczne i rekreacyjne. *Technika Poszukiwań Geologicznych Geotermia, Zrównoważony Rozwój* nr 1/2013, s. 123-133.
5. Świdarska-Bróz M., Krupińska J.: Skuteczność procesu koagulacji w usuwaniu związków żelaza z wód podziemnych. *Ochrona Środowiska*, Nr 3(86), 2002, s. 9-13.
6. Gumińska J.: Wpływ rozbicia kłaczków pokoagulacyjnych podczas flokulacji na skuteczność usuwania naturalnych substancji organicznych z wody. *Ochrona Środowiska*, Vol. 31, Nr 2/2009, s. 31-34.
7. Husak M.: Badania zastosowania sedymentacji wielostrumieniowej do oczyszczania zawiesin nieziarnistych. *Rozprawa doktorska*, Kraków 2012.
8. Orzechowski Z., Prywer J., Zarzycki R.: *Mechanika płynów w inżynierii i ochronie środowiska*. Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa 2009.
9. Kłos M., Gumińska J.: Wpływ zmiany rodzaju koagulantu na parametry procesu koagulacji. *Ochrona Środowiska*, Rok 29, Nr 4/2007, s. 73-76.
10. Rząsa R. M., Podgórn E.: Investigation of the effects of salinity and temperature on the removal of iron from water by aeration, filtration and coagulation. *Pol. J. Environ. Stud.* Vol. 23, No. 6 (2014), 2157-2151.
11. Rząsa R. M.: Ocena możliwości zastosowania tomografii optycznej w badaniu dwufazowych procesów przepływowych. *Polska Akademia Nauk*, Katowice 2011.

MEASUREMENT METHOD OF SEDIMENT DENSITIES AFTER COAGULATION USING X-RAY TOMOGRAPHY

Coagulation is one of the processes of water purification, which consists in the destabilization of the dispersion and agglomeration of the particles, which are removed in the process of sedimentation, flotation or filtration. After the coagulation particles have a varied shape, size and porous structure. The rate of descent of such particles largely depends on their density. The structure of the particles causes two types of pores. Macropores that should not be taken into account when determining the density, and micropores, which are a characteristic feature of the sediment after coagulation process. To determine the density of sludge samples were subjected to compression, in order to eliminate the macropores and then, after designation of sample volume, density was determined by weighing. The precipitate was prepared based on a prepared water model, to which was added a coagulant Flokor 1.2A. The precipitate was filtered on a cellulose filter, and then subjected to a drying process. The dry sludge was pressed on the press impact. Because of the pressing process can destroy the microstructure of the sediment, studies have been conducted to determine the degree of compression of samples to minimize errors while determine the density. These studies were carried out using X-ray tomography, it was possible to designate the volume of the sample while subtraction residues macropores. For the correct determination of the volume, determination the correct number of threshold is necessary, based on which is possible to qualify individual pixels. In order to clearly identify which pixels represent sediment, it was necessary to carry out the image processing. That process were performed using LabVIEW software and Vision module. The paper presents results of research for density measurement and sets limits for the sample preparation process.

Keywords: density of sediment, coagulation, X-ray microtomography.