

Hochschule Merseburg

Fachbereich: Ingenieur- und Naturwissenschaften

Studiengang: Chemie- und Umweltingenieurwesen



## **Masterarbeit**

„Untersuchung der prozessstabilisierenden Aggregatbildung im Hochleistungsbetrieb einer halbtechnischen Co-Vergärungsanlage“

Zur Erlangung des akademischen Grades

Master of Engineering

vorgelegt von

Nadine Weis

geboren am 18.04.1988 in Querfurt

Erstprüfer: Prof. Dr. Hilke Würdemann (Hochschule Merseburg)

Zweitprüfer: Dipl. Ing. Peter Wirth (Kommunale Wasserwerke Leipzig GmbH)

Querfurt, den 02.02.2017

### Aufgabenstellung für die Masterarbeit

**Thema:** Untersuchung der prozessstabilisierenden Aggregatbildung im Hochleistungsbetrieb einer halbtechnischen Co-Vergärungsanlage

**Thema (englisch):** Investigation of aggregate formation at a high performance operation at a semi industrial digester

**Betreuer:** Frau Prof. Dr. Hilke Würdemann, Hochschule Merseburg  
Herr Dipl.-Ing. Peter Wirth, Kommunale Wasserwerke Leipzig GmbH (KWL)

**Bearbeiter:** Frau B. Eng. Nadine Weis, Matrikel MCUI 14

#### Aufgabenstellung:

Im Rahmen der Masterarbeit sind wissenschaftlich-technische Untersuchungen zur Aggregatbildung während eines Hochlastbetriebs in einer halbtechnischen Co-Vergärungsanlage durchzuführen und auszuwerten. Hierzu sollen vier Faulbehälter einer Technikumsanlage mit Rohschlamm und Rapsöl betrieben werden. Die Raumbelastung wird stufenweise unter der Zugabe von Calciumoxid bis 6 kg oTS/m<sup>3</sup>/d bzw. 10 kg/oTS/m<sup>3</sup> erhöht. Die Aggregatbildung wird durch die Zugabe von Calciumoxid initiiert und zwischen den unterschiedlichen Raumbelastungen verglichen. Hierbei wird der Fokus auf folgende Untersuchungen gelegt:

- Optische Analyse der Gärschlammstruktur der Aggregatbildung bei verschiedenen Calciumkonzentrationen anhand mikroskopischer Untersuchungen und fotografischer Dokumentation bei verschiedenen Vergrößerungen
- Optisches Monitoring der Aggregatbildung anhand einer optischen *in-situ* Sonde in Zusammenarbeit mit der TU Berlin (Prof. Kraume, Fachgebiet Verfahrenstechnik)
- Chemische Untersuchung des Gärschlammes (oTS, CSB, Ammonium, Calcium, Phosphat, pH-Wert und Frühwarnindikatoren oS/Ca und FOS/TAC etc.).

Die Betriebsdaten sowie Ergebnisse von durchgeführten Testreihen sollen ausgewertet und anschaulich dargestellt werden.

Im Einzelnen sind folgende Schwerpunkte zu bearbeiten:

1. Literatur-Recherche zum Bearbeitungsgegenstand
2. Planung bzw. Durchführung von Versuchsreihen; Analytische Begleitung der Untersuchungen
3. Bewertung der vorliegenden Ergebnisse sowie Ableitung von Schlussfolgerungen und Handlungsempfehlungen
4. Auswertung der Ergebnisse und Maßstabsübertragung auf die Großtechnik, Berechnung der Wirtschaftlichkeit des Hochleistungsbetriebs unter Additivzugabe (CaO)
5. Erstellen eines Posters (PowerPoint; DIN A1) sowie einer englischen Zusammenfassung

---

Prof. Dr. Walter  
Vorsitzende des Prüfungsausschusses

---

Prof. Dr. Würdemann  
Hochschulbetreuer

## **Selbständigkeitserklärung**

Ich erkläre hiermit an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig und nur unter Verwendung der angegebenen Literatur und Hilfsmittel angefertigt habe. Wörtliche oder dem Sinne nach übernommene Ausführungen sind gekennzeichnet, sodass Missverständnisse über die geistige Urheberschaft ausgeschlossen sind.

Querfurt, den 02.02.2017

-----  
Ort, Datum

-----  
Unterschrift

## **Danksagung**

Hiermit möchte ich mich bei all denen bedanken, die mich bei der Erstellung dieser Arbeit unterstützt haben.

Zunächst danke ich Frau Prof. Dr. Hilke Würdemann für die Bereitstellung des Themas und die Betreuung während der Masterarbeit.

Weiterhin möchte ich Herrn Dipl.-Ing. Peter Wirth für die fachliche Betreuung und Unterstützung vor Ort danken.

Den Schichtarbeitern der Kläranlage Rosental danke ich für das Beschicken der Reaktoren an den Wochenenden und Feiertagen und die kollegiale Arbeitsatmosphäre.

Weiterhin bedanke ich mich bei den Schlossern Heiko Hartmann und Olaf Gaitzsch, die bei Problemen an der Versuchsanlage schnelle Hilfe leisteten und durch ihre Ideen sicherstellten, dass die Sondenspülung funktionierte.

Auch allen Mitarbeitern des Abwasserlabors sei für ihre Hilfe und Unterstützung während der Laborarbeit gedankt.

Ein weiterer Dank geht an Frau Dipl.-Geoökol. Anke Westphal für die Hilfe bei der Arbeit am Mikroskop.

Markus Kolano danke ich für das Bereitstellen und Einbauen der in-situ Sonde, sowie dem Sicherstellen des einwandfreien Betriebes dieser.

Ein besonderer Dank geht an Patrick Schröder, der mir während des gesamten Versuchszeitraumes mit Rat und Tat zur Seite gestanden hat. Außerdem sei ihm für die Anfertigung der molekularbiologischen Analysen gedankt.

Abschließend danke ich meiner Familie für die moralische und finanzielle Unterstützung während meiner akademischen Ausbildung.

## Inhaltsverzeichnis

<b>ABBILDUNGSVERZEICHNIS.....</b>	<b>III</b>
<b>TABELLENVERZEICHNIS.....</b>	<b>V</b>
<b>ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS.....</b>	<b>VI</b>
<b>1. EINLEITUNG.....</b>	<b>1</b>
<b>2. STAND DER TECHNIK UND WISSENSCHAFT.....</b>	<b>3</b>
2.1 GRUNDLAGEN DER BIOGASENTSTEHUNG .....	3
2.1.1 DER ABBAUPROZESS .....	3
2.1.1.1 DIE HYDROLYSE .....	3
2.1.1.2 DIE ACIDOGENESE (VERSÄUERUNG) .....	3
2.1.1.3 DIE ACETOGENESE (ESSIGSÄUREBILDUNG) .....	3
2.1.1.4 DIE METHANOGENESE .....	4
2.1.2 EINFLUSSGRÖßEN AUF DEN ABBAUPROZESS .....	4
2.2. KLÄRWERK ROSENTAL .....	7
2.2.1 HISTORIE DES KLÄRWERKS.....	7
2.2.2 STAND IM KLÄRWERK .....	8
2.3 PROZESS- UND BETRIEBSPARAMETER .....	9
2.3.1 TEMPERATUR .....	9
2.3.2 BIOGASAUSSBEUTE.....	9
2.3.3 RAUMBELASTUNG .....	9
<b>3. MATERIAL UND METHODEN.....</b>	<b>10</b>
3.1 TECHNIKUMSANLAGE.....	10
3.1.1 VERSUCHSAUFBAU.....	10
3.1.2 BETRIEB DER ANLAGE .....	11
3.2 ANALYSEN.....	14
3.2.1 PH-WERT.....	14
3.2.2 TROCKENSUBSTANZ UND ORGANISCHE TROCKENSUBSTANZ.....	14
3.2.3 ORGANISCHE SÄUREN UND KALKRESERVE .....	14
3.2.4 PHOTOMETRISCHE ANALYSEN .....	15
3.2.5 IN-SITU SONDE.....	15
3.2.6 MIKROSKOPIE .....	17
3.2.7 MOLEKULARBIOLOGISCHE ANALYSEN .....	17
3.3 FRÜHWARNINDIKATOREN .....	19
3.3.1 FOS/TAC .....	19
3.3.2 O <sub>2</sub> /CA.....	20
<b>4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION.....</b>	<b>21</b>
4.1 LANGSAME STEIGERUNG DER RAUMBELASTUNG BIS 6 KG OTS M <sup>-1</sup> D <sup>-1</sup> .....	21
4.2 SCHNELLE STEIGERUNG DER RAUMBELASTUNG BIS 9,1 KG OTS M <sup>-3</sup> D <sup>-1</sup> .....	29
4.3 MIKROSKOPIE UND IN-SITU SONDE .....	35
4.4 MOLEKULARBIOLOGISCHE ANALYSEN .....	42
<b>5. MAßSTABSÜBERTRAGUNG.....</b>	<b>44</b>
<b>6. ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK.....</b>	<b>46</b>
<b>SUMMARY.....</b>	<b>48</b>
<b>LITERATURVERZEICHNIS.....</b>	<b>50</b>



## **Abbildungsverzeichnis**

ABB. 1: BRUTTOSTROMERZEUGUNG IN DEUTSCHLAND IN DEN JAHREN 2013 - 2015 (BUNDESAMT, 2016).....	1
ABB. 2: KLÄRWERK ROSENAL (LVV LEIPZIGER VERSORGUNGS- UND VERKEHRSGESELLSCHAFT MBH, 2015).....	8
ABB. 3: AUFBAU DER VERSUCHSANLAGE .....	10
ABB. 4: PROBENENTNAHME .....	11
ABB. 5: SOPAT-SONDE VOR DEM EINBAU .....	16
ABB. 6: SOPAT-SONDE NACH DEM EINBAU .....	16
ABB. 7: BIOGAS AUSBEUTE UND RAUMBELASTUNG IM REAKTOR 3 ÜBER DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM .....	21
ABB. 8: BIOGAS AUSBEUTE UND RAUMBELASTUNG IM REAKTOR 4 ÜBER DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM .....	22
ABB. 9: REAKTOR 3 NACH BEENDIGUNG DER VERSUCHE .....	23
ABB. 10: REAKTOR 4 NACH BEENDIGUNG DER VERSUCHE .....	23
ABB. 11: PH-WERT UND ORGANISCHE SÄUREN IM REAKTOR 3 FÜR DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM .....	24
ABB. 12: PH-WERT UND ORGANISCHE SÄUREN IM REAKTOR 4 FÜR DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM .....	25
ABB. 13: OS/CA-WERTE UND CALCIUMOXID-ZUGABE IM REAKTOR 3 ÜBER DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM .....	26
ABB. 14: OS/CA-WERTE UND CALCIUMOXID-ZUGABE IM REAKTOR 4 ÜBER DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM .....	27
ABB. 15: FOS/TAC-WERTE DES REAKTOR 3 ÜBER DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM.....	27
ABB. 16: FOS/TAC-WERTE DES REAKTOR 4 ÜBER DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM.....	28
ABB. 17: BIOGAS AUSBEUTE UND RAUMBELASTUNG IM REAKTOR 1 ÜBER DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM.....	29
ABB. 18: BIOGAS AUSBEUTE UND RAUMBELASTUNG IM REAKTOR 2 ÜBER DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM.....	30
ABB. 19: PH-WERT UND ORGANISCHE SÄUREN IM REAKTOR 1 FÜR DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM.....	31
ABB. 20: PH-WERT UND ORGANISCHE SÄUREN IM REAKTOR 2 FÜR DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM.....	32
ABB. 21: OS/CA-WERTE UND CALCIUM-ZUGABE IM REAKTOR 1 ÜBER DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM.....	32
ABB. 22: OS/CA-WERTE UND CALCIUMOXID-ZUGABE IM REAKTOR 2 ÜBER DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM .....	33
ABB. 23: FOS/TAC-WERTE DES REAKTOR 1 ÜBER DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM.....	33
ABB. 24: FOS/TAC-WERTE DES REAKTOR 2 ÜBER DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM.....	34
ABB. 25: MIKROSKOP-AUFNAHME DER PROBE VOM 85. TAG IN EINER 1:50 VERDÜNNUNG UND 8-FACHER VERGRÖßERUNG (BILD 3) .....	35
ABB. 26: GEBILDETE AGGREGATE .....	37
ABB. 27: AGGREGATE BEI 20-FACHER VERGRÖßERUNG.....	38
ABB. 28: AGGREGAT BEI 20-FACHER VERGRÖßERUNG .....	39
ABB. 29: SONDENBILD VON VERSUCHSTAG 85 UM 8.00 UHR .....	39
ABB. 30: SONDENBILD VON VERSUCHSTAG 117 UM 8.00 UHR .....	40
ABB. 31: BANDENMUSTER DER METHANOGENEN ARCHAEA FÜR AUSGEWÄHLTE AGGREGAT- UND SCHLAMMPROBEN .....	42
ABB. 32: SONDENBILD VON VERSUCHSTAG 85 .....	57
ABB. 33: SONDENBILD VON VERSUCHSTAG 117 .....	57
ABB. 34: MIKROSKOP-AUFNAHME DER PROBE VON TAG 85 IN EINER 1:50 VERDÜNNUNG UND 8-FACHER VERGRÖßERUNG (BILD 1) .....	58
ABB. 35: MIKROSKOP-AUFNAHME DER PROBE VON TAG 85 IN EINER 1:50 VERDÜNNUNG UND 8-FACHER VERGRÖßERUNG (BILD 2) .....	58
ABB. 36: MIKROSKOP-AUFNAHME DER PROBE VON TAG 85 IN EINER 1:100 VERDÜNNUNG UND 8-FACHER VERGRÖßERUNG (BILD 1) .....	59
ABB. 37: MIKROSKOP-AUFNAHME DER PROBE VON TAG 85 IN EINER 1:100 VERDÜNNUNG UND 8-FACHER VERGRÖßERUNG (BILD 2) .....	59
ABB. 38: MIKROSKOP-AUFNAHME DER PROBE VON TAG 85 IN EINER 1:100 VERDÜNNUNG UND 8-FACHER VERGRÖßERUNG (BILD 3) .....	60
ABB. 39: MIKROSKOP-AUFNAHME DER PROBE VON TAG 117 IN EINER 1:50 VERDÜNNUNG UND 8-FACHER VERGRÖßERUNG (BILD 1) .....	60
ABB. 40: MIKROSKOP-AUFNAHME DER PROBE VON TAG 117 IN EINER 1:50 VERDÜNNUNG UND 8-FACHER VERGRÖßERUNG (BILD 2) .....	61
ABB. 41: MIKROSKOP-AUFNAHME DER PROBE VON TAG 117 IN EINER 1:50 VERDÜNNUNG UND 8-FACHER VERGRÖßERUNG (BILD 3) .....	61
ABB. 42: MIKROSKOP-AUFNAHME DER PROBE VON TAG 117 IN EINER 1:100 VERDÜNNUNG UND 8-FACHER VERGRÖßERUNG (BILD 1) .....	62
ABB. 43: MIKROSKOP-AUFNAHME DER PROBE VON TAG 117 IN EINER 1:100 VERDÜNNUNG UND 8-FACHER VERGRÖßERUNG (BILD 2) .....	62
ABB. 44: MIKROSKOP-AUFNAHME DER PROBE VON TAG 117 IN EINER 1:100 VERDÜNNUNG UND 8-FACHER VERGRÖßERUNG (BILD 3) .....	63
ABB. 45: AMMONIUM-KONZENTRATION IN ALLEN REAKTOREN .....	63
ABB. 46: CSB-KONZENTRATIONEN IN ALLEN REAKTOREN .....	64
ABB. 47: ORTHO-PHOSPHAT-KONZENTRATION IN ALLEN REAKTOREN .....	64
ABB. 48: CALCIUM-KONZENTRATION UND OS/CA-WERT IM REAKTOR 1 FÜR DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM .....	65
ABB. 49: CALCIUM-KONZENTRATION UND OS/CA-WERT IM REAKTOR 2 FÜR DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM .....	65

ABB. 50: CALCIUM-KONZENTRATION UND $OS/CA$ -WERT IM REAKTOR 3 FÜR DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM .....	66
ABB. 51: CALCIUM-KONZENTRATION UND $OS/CA$ -WERT IM REAKTOR 4 FÜR DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM .....	66
ABB. 52: OTS-GEHALT UND RAUMBELASTUNG IM REAKTOR 1 FÜR DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM .....	67
ABB. 53: OTS-GEHALT UND RAUMBELASTUNG IM REAKTOR 2 FÜR DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM .....	67
ABB. 54: OTS-GEHALT UND RAUMBELASTUNG IM REAKTOR 3 FÜR DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM .....	68
ABB. 55: OTS-GEHALT UND RAUMBELASTUNG IM REAKTOR 4 FÜR DEN GESAMTEN VERSUCHSZEITRAUM .....	68

## **Tabellenverzeichnis**

TABELLE 1: RICHTWERTE FÜR VERSCHIEDENE SPURENELEMENTE (BISCHOFBERGER, ET AL., 2005), (ATV-FACHAUSSCHUSS, 1990).....	5
TABELLE 2: ROHSLAMM- UND RAPSÖLMENGEN FÜR DIE VERSCHIEDENEN RAUMBELASTUNGEN.....	13
TABELLE 3: OPTIMAL- UND ALARMWERTE DES FOS/TAC .....	19
TABELLE 4: OPTIMAL- UND ALARMWERTE DES OS/CA.....	20
TABELLE 5: ANZAHL DER AGGREGATE IM REAKTOR 2 AN VERSUCHSTAG 85.....	37
TABELLE 6: ANZAHL DER AGGREGATE IM REAKTOR 2 AN VERSUCHSTAG 117.....	37
TABELLE 7: TÄGLICH ZU VERWENDEDE MENGEN AN RAPSÖL, ROHSLAMM UND CALCIUMOXID FÜR DIE TECHNIKUMSANLAGE UND DIE FAULTÜRME .....	44

## Abkürzungsverzeichnis

$B_G$	Breite des Gefäßes [mm]
BHKW	Blockheizkraftwerk
$B_Q$	Breite des Quadrates [mm]
$B_R$	Raumbelastung [ $\text{kg oTS m}^{-3} \text{d}^{-1}$ ] bzw. [ $\text{g oTS l}^{-1} \text{d}^{-1}$ ]
c	Konzentration [ $\text{mg l}^{-1}$ ]
CaO	Calciumoxid
$c_{\text{CaO}}$	Konzentration Calciumoxid [ $\text{mg l}^{-1}$ ]
$c_{\text{oS}}$	Konzentration organische Säuren [ $\text{mg l}^{-1}$ ]
DGGE	Denaturing Gradient Gel Electrophoresis
FWI	Frühwarnindikator
FOS	flüchtige organische Säuren
$H_S$	Höhe des durchstrahlten Schlammes [mm]
$H_P$	Höhe der Probe [mm]
$L_G$	Länge des Gefäßes [mm]
$L_Q$	Länge des Quadrates [mm]
$\dot{m}_{\text{RS}}$	Masse des Rohschlammes [ $\text{kg d}^{-1}$ ]
$\dot{m}_{\text{öl}}$	Masse des Rapsöl [ $\text{kg d}^{-1}$ ]
oTS	organischer Trockensubstanzgehalt (Glühverlust)
PBS	Phosphat gepufferte Salzlösung
PCR	Polymerase Chain Reaction
t	Zeit [d]
TAC	Kalkreserve
TS	Trockensubstanzgehalt
$V_F$	Füllvolumen [ $\text{m}^3$ ]
$V_P$	Volumen der Probe [ $\text{mm}^3$ ]
$V_Q$	Volumen der Quadrate [ $\text{mm}^3$ ]
x	Anzahl der Aggregate

$Y_B$

Biogasausbeute [ $l \text{ g oTS}^{-1}$ ]

## 1. Einleitung

Erneuerbare Energien sind in der heutigen Zeit aus unserer Gesellschaft nicht mehr wegzudenken und werden auch in den nächsten Jahren die herkömmlichen Energieträger immer weiter verdrängen. Abbildung 1 zeigt die Stromerzeugung in Deutschland in den letzten drei Jahren. Dabei ist zu erkennen, dass die erneuerbaren Energien im Jahr 2015 die wichtigste Stromquelle in Deutschland waren.

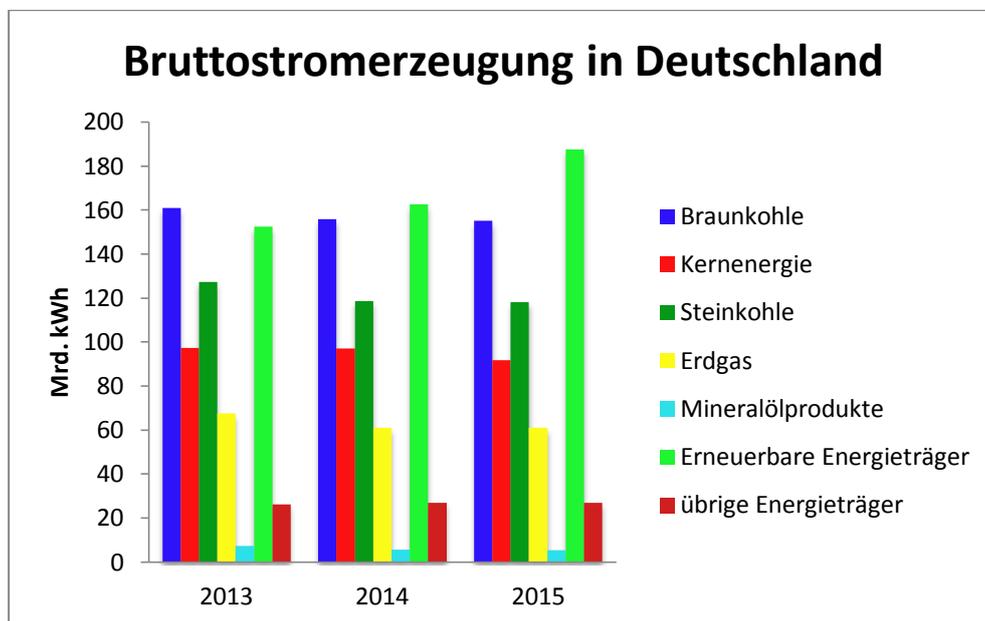


Abb. 1: Bruttostromerzeugung in Deutschland in den Jahren 2013 - 2015 (Bundesamt, 2016)

Zu den erneuerbaren Energieträgern gehört unter anderem Biogas. Dessen Erzeugung hat in den letzten Jahren zugenommen. Biogasanlagen sind mittlerweile in ganz Deutschland zu finden. Die eingesetzten Ausgangsstoffe sind sehr vielfältig. Zu ihnen gehören zum Beispiel Bioabfälle, tierische Exkremente oder auch sogenannte Energiepflanzen wie Mais und Gras. (Kajimura, et al., 2017) Der in Kläranlagen anfallende Klärschlamm kann ebenfalls als Substrat zur Biogasherstellung verwendet werden. Die Vergärung dieses Schlammes findet dabei in sogenannten Faultürmen statt. Das so entstehende Biogas kann dann in BHKWs in Wärme und Strom umgewandelt werden. Die Klärwerke können so weitestgehend autark funktionieren, da sie den nötigen Strom und die nötige Wärme selbst produzieren. Während die meisten dieser Faultürme mit Raumbelastungen von  $1-2 \text{ kg oTS m}^{-3} \text{ d}^{-1}$  arbeiten, gibt es auch einige die mit Belastungen von  $8-10 \text{ kg oTS m}^{-3} \text{ d}^{-1}$  arbeiten. Diese Hochlastfaulungen sind auf das Fraunhofer IGB zurückzuführen. Dieses hatte durch langjährige Forschungen ein Verfahren entwickelt, dass solche hohen Raumbelastungen verwirklichen kann (Fraunhofer, 2009). Bei solchen Hochlastverfahren treten jedoch auch Probleme auf. Zu diesen gehört z.B. eine mögliche Übersäuerung des Systems. Wie einer solchen Übersäuerung entgegen gewirkt werden kann, hat Anne Kleyböcker in ihrer Doktorar-

beit untersucht (Kleyböcker, 2012). Dabei konnte sie feststellen, dass sich eine Aggregatbildung, durch Zugabe von Calciumoxid, positiv auf die Prozessstabilität auswirkt.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, die bereits bekannte prozessstabilisierende Aggregatbildung nun im Hochleistungsbetrieb über einen längeren Zeitraum zu untersuchen. Dazu wurden Raumbelastungen verwendet, die mit 6 bzw. 10 kg oTS m<sup>-3</sup> d<sup>-1</sup> weitaus höher liegen als in normalen Faultürmen üblich. Während der gesamten Versuchsdauer wurden folgende Schwerpunkte bearbeitet:

- Stabilisierende Wirkung der Aggregatbildung auf den Prozess
- Optisches Verfolgen der Aggregatbildung
- Aufrechterhalten des Hochlastbetriebes über einen längeren Zeitraum

## **2. Stand der Technik und Wissenschaft**

### **2.1 Grundlagen der Biogasentstehung**

#### **2.1.1 Der Abbauprozess**

Beim anaeroben Abbau komplexer organischer Materie entsteht Biogas, das vor allem aus Methan und Kohlenstoffdioxid besteht. Diese Materie enthält alle organischen Substanzen aus den Bereichen der Fette, Kohlenhydrate und Proteine. Die nötigen Vorgänge für den Abbau können in vier Phasen unterteilt werden, die Hydrolyse, die Acidogenese, die Acetogenese und die Methanogenese.

##### **2.1.1.1 Die Hydrolyse**

In der Hydrolyse werden die Makromoleküle, also die Fette, Kohlenhydrate und Proteine durch verschiedene hydrolytische Enzyme in gelöste, kleinere Bruchstücke zerlegt bzw. abgebaut (Röske, et al., 2005). Dazu zählen Einfachzucker, Aminosäuren und Fettsäuren (Mudrack, et al., 2003). Die Geschwindigkeit für diesen Abbau hängt dabei entscheidend von der Größe und der Art der Ausgangssubstrate ab. Die meisten Kohlenhydrate werden dabei schneller abgebaut als Fette und Proteine. Aber auch bei den Kohlenhydraten gibt es Unterschiede in der Abbaugeschwindigkeit. Während Zucker und Hemicellulose schnell zerlegt werden, ist Lignin kaum hydrolysierbar (Bischofsberger, et al., 2005).

##### **2.1.1.2 Die Acidogenese (Versäuerung)**

In der Acidogenese werden die zuvor entstandenen Bruchstücke weiter abgebaut. Dies geschieht durch fermentative Bakterien. Dabei entstehen neben Wasserstoff, Kohlenstoffdioxid und Alkoholen auch kurzkettige organische Säuren, wie Buttersäure, Propionsäure und Essigsäure (Deublein, et al., 2008). Während Wasserstoff, Kohlenstoffdioxid und auch Essigsäure direkt zu Methan umgewandelt werden können, ist für die anderen entstandenen Zwischenprodukte eine weitere Stufe nötig (Bischofsberger, et al., 2005). Wie genau die Zusammensetzung der Zwischenprodukte am Ende der Acidogenese aussieht, hängt von verschiedenen Faktoren ab. Dazu zählen das Substrat selbst, die vorliegenden Prozessbedingungen und auch die Substratbelastung.

##### **2.1.1.3 Die Acetogenese (Essigsäurebildung)**

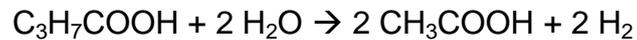
In der Acetogenese werden die kurzkettigen organischen Säuren, die Alkohole und die restlichen Zwischenprodukte zu Essigsäure, Wasserstoff und Kohlenstoffdioxid umgewandelt (Bischofsberger, et al., 2005). Dies geschieht mit Hilfe der acetogenen Bakterien. Diese Bakterien sind sehr anfällig, was die Wasserstoff-Konzentration betrifft. Zwar bilden sie Wasserstoff, sind aber nur bei geringen Wasserstoff-Konzentrationen lebensfähig (Schink, 1997). Deshalb steht die Acetogenese auch in engen Wechsel-

wirkungen mit der Methanogenese. Denn in dieser wird der entstehende Wasserstoff verbraucht. Nachfolgend sind zwei Beispiele für den Abbau der kurzkettigen organischen Säuren aufgezeichnet.

Abbau von Propionsäure:



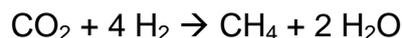
Abbau von Buttersäure



#### **2.1.1.4 Die Methanogenese**

In der Methanogenese werden die Essigsäure, der Wasserstoff und der Kohlenstoffdioxid in Methan umgewandelt. Zwei Stoffwechselwege zur Bildung von Methan sind bekannt: der hydrogenotrophe und der acetoklastische. Energetisch gesehen ist der hydrogenotrophe Weg der günstigere. Jedoch wird aufgrund des höheren Angebotes an Essigsäure der acetoklastische Weg bevorzugt, um Methan zu bilden (Gujer, et al., 1983).

hydrogenotroph:



acetoklastisch:



#### **2.1.2 Einflussgrößen auf den Abbauprozess**

Damit der Abbauprozess störungsfrei und mit der größtmöglichen Biogasproduktion ablaufen kann, sind bestimmte Milieubedingungen notwendig. Diese Bedingungen können durch verschiedene Parameter beeinflusst werden. Auf einige dieser Parameter wird nachfolgend eingegangen.

##### **Temperatur**

Man unterscheidet drei Temperaturbereiche für Gärprozesse: psychrophil ( $T < 25^\circ\text{C}$ ), mesophil ( $30^\circ\text{C} < T < 40^\circ\text{C}$ ) und thermophil ( $40^\circ\text{C} < T < 60^\circ\text{C}$ ). Die Mikroorganismen haben bei höheren Temperaturen eine höhere Stoffwechselaktivität, die zu kürzeren Verweilzeiten und damit zu einer schnelleren Umsetzung der Substrate führt (Mudrack, et al., 2003) (Kim, et al., 2006). Jedoch muss bei hohen Temperaturen auch damit ge-

rechnet werden, dass Strukturveränderungen auftreten, die irreversibel sind (Schmelz, 2000). In der Praxis wird deshalb in den meisten Fällen im mesophilen Temperaturbereich gearbeitet.

## **pH-Wert**

Alle an dem Prozess der Biogasbildung beteiligten Mikroorganismen haben unterschiedliche pH-Wert-Optima. So liegt das Optimum für die Hydrolyse und die Acidogenese im leicht bis mittel sauren Bereich zwischen pH 4 und 7 (Mudrack, et al., 2003). Für die Acetogenese und die Methanogenese liegt das Optimum für den pH-Wert zwischen 6,8 und 7,2. (Mudrack, et al., 2003) Da es diese beiden Bereiche gibt, ist es möglich den Prozess der Biogasentstehung als zweistufiges Verfahren zu betreiben. In einem Reaktor würden die ersten beiden Stufen - die Hydrolyse und die Acidogenese - ablaufen und in einem zweiten Reaktor die Stufen drei und vier - Acetogenese und Methanogenese. Angewendet wird dieses Verfahren bereits von der Firma GICON (Hilse, et al., 2014). Da jedoch nicht überall ein zweistufiges Verfahren möglich ist, kann auch ein einstufiges Verfahren verwendet werden, bei dem der pH-Wert für den gesamten Prozess größer gleich sieben ist. Dieser pH-Wert ist somit ein Kompromiss für die Optima der verschiedenen Gruppen.

## **Nährstoffe**

Damit die Mikroorganismen ihren Stoffwechsel aufrecht erhalten können, sind sie auf Nährstoffe und Spurenelemente angewiesen. Zu den essentiellen Nährstoffen gehören Kohlenstoff, Stickstoff und Phosphor. Das Verhältnis dieser Stoffe zueinander liegt für Kohlenhydrate bei 300:5:1 (CSB:N:P) und für Proteine und Lipide bei 800:5:1 (CSB:N:P). Auch für die Spurenelemente, zu denen Nickel, Kobalt, Molybdän, Eisen und Selen zählen, sind Richtwerte vorhanden (Bischofsberger, et al., 2005), (ATV-Fachausschuss, 1990). Tabelle 1 zeigt diese Richtwerte bezogen auf den oTS-Abbau.

**Tabelle 1: Richtwerte für verschiedene Spurenelemente (Bischofsberger, et al., 2005), (ATV-Fachausschuss, 1990)**

Spurenelement	mg / kg oTS-Abbau
Ni	3 - 200
Co	3 - 130
Mo	0,7 - 3
Fe	70 - 1300
Se	1,3 - 3

## **Durchmischung**

Damit alle Stoffwechselforgänge vollständig und beschleunigt ablaufen ist eine gute Durchmischung erforderlich. Eine ausreichende Durchmischung sorgt dafür, dass sich innerhalb des Reaktors keine Zonen bilden. Keine Zonenbildung bedeutet gleichzeitig einen regen Stoffaustausch im Reaktor und somit ein vollständiges Abbauen der Substrate. Jedoch muss gleichzeitig dafür gesorgt werden, dass die dabei entstehenden Scherkräfte so klein wie möglich gehalten werden. Am Ende muss ein Kompromiss gefunden werden zwischen einer intensiven Durchmischung, einer geringen Scherbelastung und einem möglichst niedrigen Energieeintrag.

## **2.2. Klärwerk Rosental**

### **2.2.1 Historie des Klärwerks**

Das Klärwerk Rosental existiert bereits seit 1894. Damals bestand es noch aus vier flachen Absetzbecken. Der sich absetzende Schlamm wurde zu diesem Zeitpunkt mit Hilfe von Schaufeln entfernt. Im Jahre 1902 wurde das Maschinenhaus II erweitert. Nun kamen Pumpen zum Einsatz, die dabei halfen das Abwasser und den Schlamm aus den Absetzbecken zu befördern. 1906 wurden erste biologische Versuche unternommen das Abwasser mit Hilfe des Tropfkörperverfahrens zu reinigen. Eine Tagesleistung von circa 600 m<sup>3</sup> war für die damalige Zeit ein sehr guter Wert. Der erste Sandfang wurde im Jahr 1907 installiert. In den darauf folgenden Jahren wurde die Kläranlage weiter auf- bzw. umgebaut. Eine Chlorgasanlage zur Entkeimung und Geruchsminderung entstand, es erfolgte eine Umgestaltung des Einlaufbereiches, der Sandfänge und des Rechenhauses und es wurden neue Absetzbecken in Betrieb genommen. Im Jahre 1978 begann nach der Umverlegung des Elstermühlengrabens eine weitere Zeit der Modernisierung und Erweiterung. Das sich heute noch in Benutzung befindliche Hebelwerk wurde 1981 gebaut. Von den acht errichteten Nachklärbecken sind heute noch vier existent. Die Erneuerung der Absetzbecken erfolgte 1985 und zur gleichen Zeit entstand die noch heute genutzte Vorklärung. Eine biologische Reinigung der Abwässer erfolgt seit 1987. Außerdem wurden ein Hebelwerk, eine Hochdruckpumpstation, ein neues Rechenhaus und ein Doppelsandfang errichtet. Da nach der Wiedervereinigung der Anspruch an die Reinigungsqualität stieg, ging 1992 die Phosphatfällung in Betrieb. Um alle weiteren Anforderungen der unterschiedlichen Behörden gewährleisten zu können wurden bis zum Jahr 2008 die maschinelle Überschussschlammindickung, die Faulung sowie die Schlammmentwässerung aufgebaut. Heute befindet sich das Klärwerk Rosental auf dem neusten technischen Stand und reinigt täglich etwa 110.000 m<sup>3</sup> Abwasser. (Kommunale Wasserwerke Leipzig, 2012) Abbildung 2 zeigt eine Luftaufnahme des Klärwerkes Rosental.



Abb. 2: Klärwerk Rosental (LVV Leipziger Versorgungs- und Verkehrsgesellschaft mbH, 2015)

### 2.2.2 Stand im Klärwerk

Seit dem Jahr 2006 wird das, bei der Faulung, entstehende Gas (vor allem Methan und Kohlenstoffdioxid) als Brennstoff und somit zur Energiegewinnung genutzt. Für den laufenden Klärwerksbetrieb können sowohl elektrische als auch thermische Energie in Anspruch genommen werden. Damit ist es dem Klärwerk möglich weitgehend unabhängig vom Städtnetz zu sein. Es ist zu 100 % wärmeautark und kann etwa 62 % des benötigten Stromes selbst erzeugen. (Kommunale Wasserwerke Leipzig, 2012), (LVV Leipziger Versorgungs- und Verkehrsgesellschaft mbH, 2015) Für die Faulung werden im Klärwerk drei Faulbehälter mit je einem Volumen von  $8000\text{m}^3$  genutzt.

## **2.3 Prozess- und Betriebsparameter**

Jede Anlage, jeder Prozess läuft nur reibungsfrei ab, wenn alle Parameter die erforderlichen Werte einhalten. Die nötigen Prozess- und Betriebsparameter sind eindeutig festgelegt und können jederzeit nachgelesen werden, bzw. sie müssen jederzeit für die Mitarbeiter zugänglich sein. Nachfolgend wird näher auf die Temperatur, die Biogasausbeute und die Raumbelastung eingegangen.

### **2.3.1 Temperatur**

Die Temperatur ist einer der Parameter, die ständig kontrolliert werden muss. In den meisten Anlagen läuft die Faulung im mesophilen Temperaturbereich ab, also zwischen 30 und 40 °C (Gleis, 2017). Im Fall der Technikumsanlage schwankt die Temperatur zwischen 35 und 37 °C. Bei größeren Temperaturschwankungen, ist mit einer Prozessinstabilität zu rechnen. Eine Ursachenforschung ist unerlässlich und Gegenmaßnahmen sind einzuleiten.

### **2.3.2 Biogasausbeute**

Die Biogasausbeute  $y_B$  gibt an, wie viel Gas pro Tag während des Prozesses gebildet wird. Im Biogas können neben dem Hauptbestandteilen Methan und Kohlenstoffdioxid auch noch Wasserstoff, Schwefelwasserstoff, Stickstoff, Sauerstoff und Ammoniak vorhanden sein. Die genaue Zusammensetzung des Gases hängt von der Substratzusammensetzung ab. Die Biogasausbeute ist ein guter Indikator für die Prozessstabilität. Bei zu großen Schwankungen oder dem plötzlichen Absinken dieser, ist davon auszugehen, dass der Abbau der Substrate nicht mehr vollständig abläuft. Die Ursachen dafür können vielfältig sein, z.B. eine unzureichende Durchmischung. Ein schnelles Handeln ist somit unerlässlich.

### **2.3.3 Raumbelastung**

Die Raumbelastung  $B_R$  gibt an, wie viel organische Trockensubstanz dem Fermenter pro Zeiteinheit zugeführt werden kann. Angegeben wird sie in  $\text{kg oTS m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ . Die Raumbelastung ist einer der Parameter, der am Anfang festgelegt wird. Sobald die erwünschte Belastung erreicht ist, wird sie nicht mehr verändert. Im Falle einer Prozessstörung kann die Raumbelastung als Gegenmaßnahme reduziert werden. Für die Technikumsanlage wurden Belastungen im Bereich der Hochlast angenommen. Die genauen Werte sind im Kapitel 3.1.2 nachzulesen.

### **3. Material und Methoden**

#### **3.1 Technikumsanlage**

Die Technikumsanlage befindet sich in Leipzig auf dem Gelände der Kläranlage Rosental. Nachfolgend wird kurz der Aufbau und der Betrieb der Anlage erläutert. Nähere Informationen bezüglich der Anlage können der Masterarbeit von David Voigt entnommen werden. (Voigt, 2013)

##### **3.1.1 Versuchsaufbau**

Die Anlage besteht aus vier Versuchsreaktoren mit einem Fermentationsvolumen von je 180 l. Aufgrund der Möglichkeit einer Schaumbildung ist jeden Reaktor eine Schaumfalle nachgeschaltet. Diese soll entstehenden Schaum auffangen und davon abhalten in die Gasuhr zu gelangen. Das entstehende Gas wird nach der Gasuhr über Leitungen abgeführt. Ein angeschlossener Warmwasserkreislauf sorgt dafür, dass jeder Reaktor gleichbleibend beheizt wird. Die Vorlauftemperatur für diesen Kreislauf wurde auf 40°C festgelegt. Die Substratzugabe erfolgt über einen Trichter und einen Dreiweghahn. Als Substrate wurden sowohl Rohschlamm als auch Rapsöl verwendet. Für die Umwälzung ist eine Exzentrerschneckenpumpe verantwortlich, die mit Hilfe einer Zeitschaltuhr arbeitet. Die Probenentnahme erfolgt an einem druckseitigen Anschluss. Die Abbildungen 3 und 4 zeigen die Anlage bildlich.



**Abb. 3: Aufbau der Versuchsanlage**

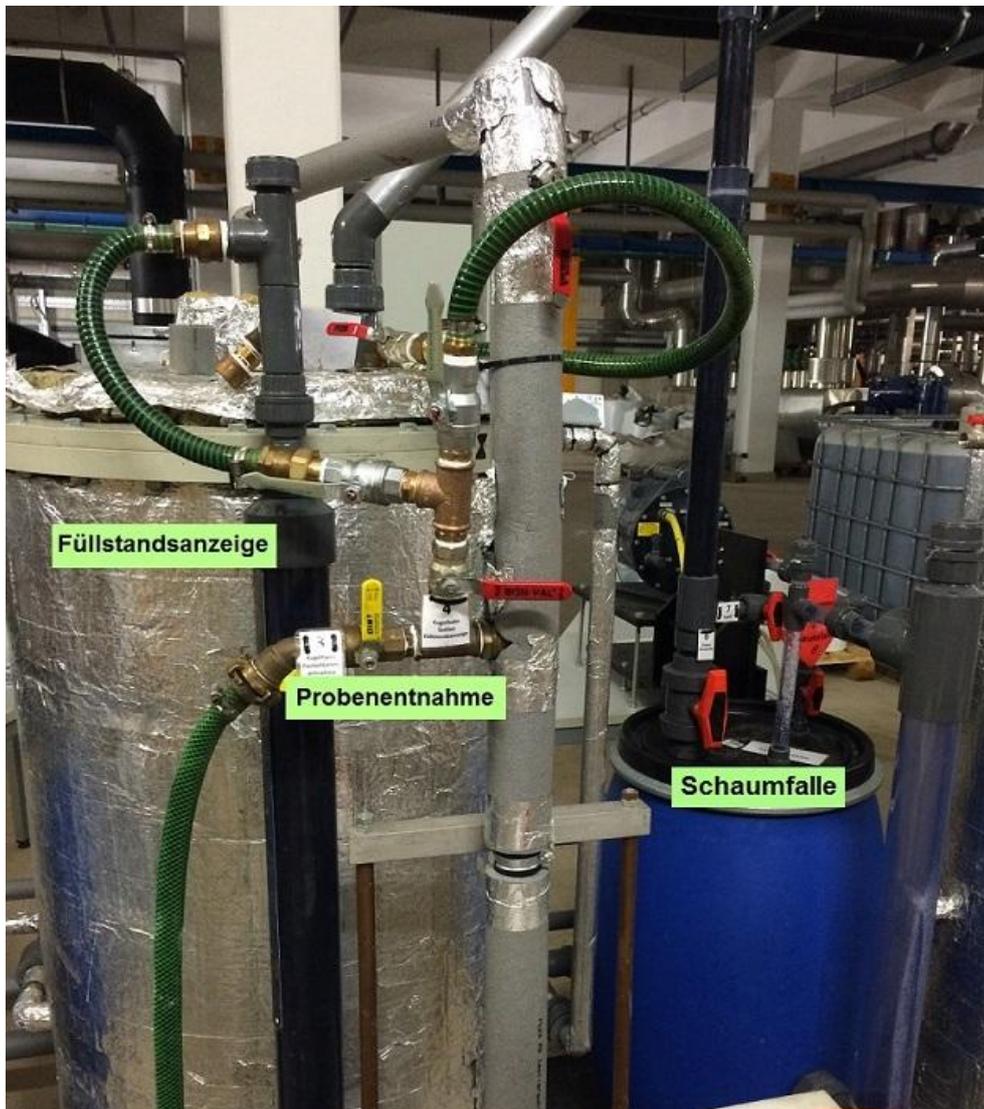


Abb. 4: Probenentnahme

### 3.1.2 Betrieb der Anlage

Vor der Inbetriebnahme der Anlage wurde ein Zeitplan erstellt. In diesem wurde festgelegt in welchen Abständen eine Erhöhung der Raumbelastung erfolgen sollte. In den ersten 25 Tagen wurden alle vier Reaktoren täglich nur mit Rohschlamm beschickt. Die Raumbelastung betrug in diesem Zeitraum  $1,2 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ . Diese Raumbelastung wurde auch in der anschließenden dreiwöchigen Gewöhnungsphase an Rapsöl beibehalten. Danach erfolgte die Erhöhung der Raumbelastung auf  $2,3 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ . Diese wurde zwei Wochen gehalten, bevor eine Steigerung auf  $3,4 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$  erfolgte. Nach einer Woche mit dieser Raumbelastung wurden nun zwei verschiedene Wege der weiteren Erhöhung durchgeführt. Für den Weg der langsamen Steigerung wurde die Raumbelastung um je  $0,4 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$  erhöht, bis zu dem Endwert von  $6 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ . Für den schnellen Weg wurde eine Steigerung um je  $0,9 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$  verwendet, bis zum Erreichen des Endwertes von  $9,2 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ . Im Anhang ist der gesamte Zeitplan zu finden. Die Befüllung der einzelnen Reaktoren mit Faulschlamm erfolgte am

14.04.2016. Zu diesem Zeitpunkt war bereits eine erste Betriebsanweisung erstellt wurden. Für jede einzelne der nachfolgenden Phasen wurde ebenfalls eine Anweisung geschrieben. Dazu zählen die Adaptionphase, sowie die verschiedenen Hochlastphasen. Eine komplette Betriebsanweisung inklusive der Adaptionphase und der verschiedenen Hochlastphasen ist auf der beigelegten CD einsehbar. Desweiteren wurden zwei Tabellen vorbereitet, die zur Kontrolle der Anlage dienten. Auch diese beiden Dokumente sind auf der CD zu finden.

Die Raumbelastungen für die einzelnen Reaktoren und deren schrittweise Erhöhung wurden zu Beginn der Versuchsdauer festgelegt. Die Berechnung der einzelnen Rohschlamm- und Rapsölmengen für die jeweiligen Raumbelastungen erfolgte dabei durch das Treffen zweier Annahmen. Diese Annahmen beziehen sich auf den Trockensubstanz- und den organischen Trockensubstanz-Gehalt. Der Trockensubstanzgehalt ist die in einem bestimmten Volumen enthaltene Trockenmasse und wird in  $\text{g l}^{-1}$  oder % angegeben. Der organische Trockensubstanzgehalt ist der Anteil der Trockensubstanz, der organische Verbindungen enthält und wird in % angegeben. Die Gleichungen 1 und 2 zeigen, wie sie bestimmt werden.

Trockensubstanz TS

$$TS = \frac{m_{\text{Probe,trocken}} \cdot 100 \%}{m_{\text{Probe}}} \quad (1)$$

organische Trockensubstanz oTS

$$oTS = 100 \% - \frac{m_{\text{Probe,verglüht}} \cdot 100 \%}{m_{\text{Probe,trocken}}} \quad (2)$$

Diese beiden Werte wurden aus der Schlamm Bilanz für das Klärwerk Rosental des Jahres 2015 entnommen und lauten wie folgt: oTS = 74,8 %TS und TS = 4,7 %. In den nachfolgenden Beispielen wird gezeigt, wie die Berechnung erfolgte.

ohne Öl:

$$B_R = \frac{\dot{m}_{RS} \cdot \frac{TS}{100} \cdot \frac{oTS}{100}}{V_F \cdot 1000} \quad (3)$$

$$\dot{m}_{RS} = \frac{B_R \cdot V_F \cdot 1000}{\frac{TS}{100} \cdot \frac{oTS}{100}} \quad (4)$$

$$\dot{m}_{RS} = \frac{1,19 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3\text{d}} \cdot 0,18 \text{ m}^3 \cdot 1000}{\frac{4,7}{100} \cdot \frac{74,8}{100}}$$

$$\dot{m}_{RS} = \underline{\underline{6100 \text{ g d}^{-1}}}$$

mit Öl:

$$B_R = \frac{\dot{m}_{RS} \cdot \frac{TS}{100} \cdot \frac{oTS}{100} + \dot{m}_{\text{Öl}}}{V_F \cdot 1000} \quad (5)$$

$$\dot{m}_{RS} = \frac{B_R \cdot V_F \cdot 1000 - \dot{m}_{\text{Öl}}}{\frac{TS}{100} \cdot \frac{oTS}{100}} \quad (6)$$

$$\dot{m}_{RS} = \frac{1,2 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3 \text{d}} \cdot 0,18 \text{ m}^3 \cdot 1000 - 36 \frac{\text{g}}{\text{d}}}{\frac{4,7}{100} \cdot \frac{74,8}{100}}$$

$$\dot{m}_{RS} = \underline{\underline{5120 \text{ g d}^{-1}}}$$

$B_R$  - Raumbelastung [ $\text{kg oTS m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ ];  $\dot{m}_{\text{Öl}}$  - Masse Rapsöl [ $\text{g d}^{-1}$ ];  $\dot{m}_{RS}$  - Masse Rohschlamm [ $\text{g d}^{-1}$ ]; oTS - organischer Trockensubstanzgehalt [%]; TS - Trockensubstanzgehalt [%];  $V_F$  - Füllvolumen [ $\text{m}^{-3}$ ]

In der nachfolgenden Tabelle 2 sind alle Raumbelastungen, sowie die zugehörigen Rohschlamm- und Rapsölmengen aufgezeichnet.

**Tabelle 2: Rohschlamm- und Rapsölmengen für die verschiedenen Raumbelastungen**

Raumbelastung	Rohschlammmenge	Rapsölmenge
1,19 $\text{kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$	6100 $\text{g d}^{-1}$	/
1,2 $\text{kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$	5120 $\text{g d}^{-1}$	36 $\text{g d}^{-1}$
2,3 $\text{kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$	4500 $\text{g d}^{-1}$	256 $\text{g d}^{-1}$
3,4 $\text{kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$	4500 $\text{g d}^{-1}$	454 $\text{g d}^{-1}$
4,0 $\text{kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$	4500 $\text{g d}^{-1}$	562 $\text{g d}^{-1}$
4,4 $\text{kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$	4500 $\text{g d}^{-1}$	634 $\text{g d}^{-1}$
4,8 $\text{kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$	4500 $\text{g d}^{-1}$	706 $\text{g d}^{-1}$
5,2 $\text{kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$	4500 $\text{g d}^{-1}$	778 $\text{g d}^{-1}$
5,6 $\text{kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$	4500 $\text{g d}^{-1}$	850 $\text{g d}^{-1}$
6,0 $\text{kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$	4500 $\text{g d}^{-1}$	922 $\text{g d}^{-1}$
6,4 $\text{kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$	4500 $\text{g d}^{-1}$	994 $\text{g d}^{-1}$
7,3 $\text{kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$	4500 $\text{g d}^{-1}$	1156 $\text{g d}^{-1}$
8,2 $\text{kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$	4500 $\text{g d}^{-1}$	1318 $\text{g d}^{-1}$
9,1 $\text{kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$	4500 $\text{g d}^{-1}$	1480 $\text{g d}^{-1}$

Für die tägliche Beschickung der Reaktoren wurde Rohschlamm verwendet, der auch in den Faultürmen zum Einsatz kommt. Das Rapsöl ist herkömmliches Rapsöl, das in jedem Supermarkt erhältlich ist. Das verwendete Calciumoxid wurde von der Firma Fels-Kalk, mit dem entsprechenden Sicherheitsdatenblatt, zur Verfügung gestellt.

## **3.2 Analysen**

Die Untersuchung der Reaktorproben erfolgte direkt im Klärwerk Rosental im dort ansässigen Abwasserlabor. Die Proben wurden anfangs an drei Tagen in der Woche genommen: Montag, Mittwoch und Freitag. An diesen Tagen sind der pH-Wert, der TS- und der oTS- Gehalt, die organischen Säuren und die Kalkreserve bestimmt und die photometrischen Analysen durchgeführt worden. Ab dem Beginn der Hochlastphase, mit den Raumbelastungen von 4,0 bzw. 4,8 kg oTS m<sup>-3</sup> d<sup>-1</sup>, wurde beschlossen auch an den anderen zwei Tagen in der Woche – Dienstag und Donnerstag – Proben zu nehmen und diese zumindest photometrisch zu untersuchen und deren pH-Wert zu bestimmen.

Für die Messung des pH-Wertes, der Trockensubstanz und des Glühverlustes wurden die Proben ohne eine Vorbehandlung benutzt. Für alle weiteren Untersuchungen mussten die Proben behandelt werden. Zuerst wurden sie in einer Universal 320 Zentrifuge der Firma Hettich für sechs Minuten bei 9000 U/min zentrifugiert. Nach dem Zentrifugieren wurde der Überstand durch einen Papierfilter filtriert. Das Filtrat konnte nun für die Bestimmung der organischen Säuren bzw. der Kalkreserve genutzt werden. Für die photometrischen Untersuchungen war jedoch auch dieses Filtrat noch mit zu vielen Schwebstoffteilchen versetzt. Deshalb wurde es nochmals filtriert und zwar durch eine Ultrafiltration. Die hierfür genutzten Filter besaßen eine Porengröße von 0,45 µm. Das so gewonnene Filtrat konnte für die photometrischen Analysen verwendet werden.

### **3.2.1 pH-Wert**

Die Bestimmung des pH-Wertes erfolgte mit einer pH-Sonde, die einmal in der Woche kalibriert wurde. Bei der Messung des pH-Wertes wurde darauf geachtet, dass die Temperatur der Proben annähernd gleich war. Sie lag zwischen 21 und 23 °C.

### **3.2.2 Trockensubstanz und organische Trockensubstanz**

Die Bestimmung der Trockensubstanz TS und der organischen Trockensubstanz oTS, auch Glühverlust genannt, erfolgte nach den europäischen Normen EN12879/S3a und EN12880/S2s durch das Laborpersonal.

### **3.2.3 organische Säuren und Kalkreserve**

Die Bestimmung der organischen Säuren nach Nordmann und der Kalkreserve erfolgte durch das Laborpersonal. Dabei wurden die organischen Säuren nach einer ATV Vorlage und die Kalkreserve nach DIN 38409/H7 bestimmt. Aus diesen beiden Wer-

ten kann dann der FOS/TAC bestimmt werden. Genauere Informationen zu diesem sind im Punkt 3.3.1 zu finden.

### **3.2.4 photometrische Analysen**

Die photometrischen Analysen erfolgten mit einem DR 6000 Photometer. Dafür sind verschiedene Schnelltests der Firma Hach-Lange zum Einsatz gekommen. Diese Tests sind nachfolgend aufgelistet:

- CSB (LCK 314)
- Ammonium (LCK 302)
- Phosphat (LCK 350)
- organische Säuren (LCK 365)
- Wasserhärte (LCK 327)

Für jeden Test gibt es eine Arbeitsvorschrift, wie genau mit den Proben zu verfahren ist. Diese ist zum einen direkt in den Verpackungen zu finden und zum anderen kann sie im Internet auf der Produktseite der einzelnen Tests als PDF heruntergeladen werden.

### **3.2.5 in-situ Sonde**

Um eine eventuelle Aggregatbildung in den Reaktoren zu verfolgen, wurde im Reaktor 2 eine optische in-situ Sonde, auch Sopat-Sonde genannt, eingebaut. Diese wurde von der technischen Universität Berlin zur Verfügung gestellt. Der Einbau der Sonde erfolgte an Tag 57 und an Tag 124 der Ausbau. Zwischenzeitlich musste die Sonde für einen Tag (Versuchstag 75) außer Betrieb genommen werden, da eine Spülung eingebaut werden musste. Der Grund dafür war, dass sich die Sonde zusetzte und die so aufgenommenen Bilder keine auswertbaren Ergebnisse lieferten. Die Bildaufnahme erfolgte alle 10 Minuten. Es wurden dabei jeweils 10 Bilder aufgenommen. In den Abbildungen 5 und 6 ist die Sonde vor und nach dem Einbau zu sehen.



Abb. 5: Sopat-Sonde vor dem Einbau

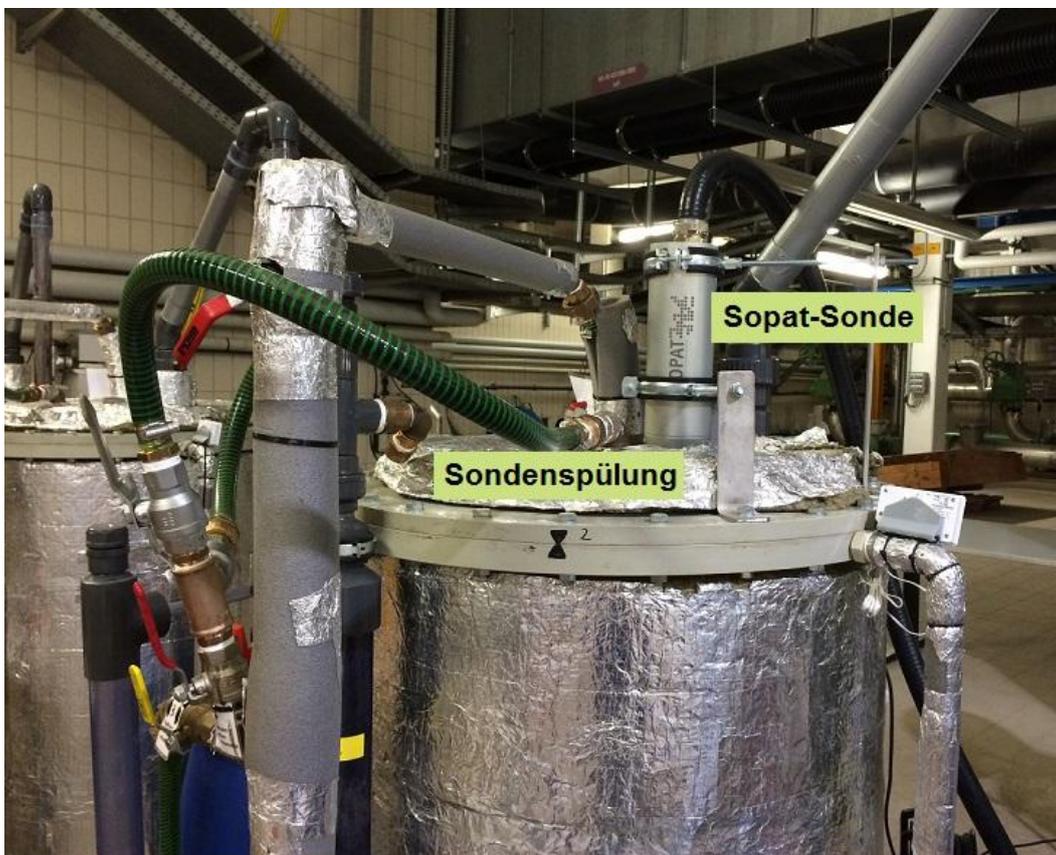


Abb. 6: Sopat-Sonde nach dem Einbau

### **3.2.6 Mikroskopie**

Wie bereits in Punkt 3.2 erwähnt, wurden die Proben zunächst an drei Tagen und später an fünf Tagen in der Woche entnommen. Für die mikroskopischen Untersuchungen wurden jeweils zwei ml der Proben von Montag, Mittwoch und Freitag eingefroren. Diese Vorgehensweise wurde auch nach dem Einführen des täglichen Probenehmens beibehalten. Die Untersuchung der Proben erfolgte in Merseburg mit einem binokularen Mikroskop der Firma Leica.

Vor dem Beginn der mikroskopischen Untersuchungen wurde zunächst festgelegt, welche der gefrorenen Proben untersucht werden sollen. Es wurden nur Proben aus dem Reaktor zwei untersucht. Der Grund hierfür ist, dass in diesem die Sopat-Sonde eingebaut wurde. Die Bilder dieser sollen mit denen des Mikroskops hinsichtlich der Aggregatbildung verglichen werden. Es wurden die Versuchstage 85 und 117 näher betrachtet.

Nach dem Auftauen der Proben konnten diese nicht sofort mikroskopiert werden. Sie mussten zunächst verdünnt werden. Es wurde eine 1:50 und eine 1:100 Verdünnung hergestellt. Für Erstere wurden 0,2 ml Probe in ein 25 ml Röhrchen pipettiert und mit destilliertem Wasser auf 10 ml aufgefüllt. Für die 1:100 Verdünnung wurden 0,1 ml der Probe in ein 25 ml Röhrchen gefüllt und mit destilliertem Wasser auf 10 ml aufgefüllt. Nach dem Herstellen der Verdünnungen konnte mikroskopiert werden. Dafür wurde 1 ml in ein Gefäß definierter Größe gegeben und mit 8-facher Vergrößerung untersucht. Die so erhaltenen Bilder konnten anschließend hinsichtlich der Aggregat-Anzahl ausgewertet werden.

Zusätzlich zu den Gärrest-Proben wurden auch Proben der entstandenen Aggregate genommen und mikroskopisch untersucht. Sowohl die Bilder der Gärrest-Proben als auch die Bilder der Aggregate sind im Kapitel 4.3 zu finden und werden dort näher betrachtet.

### **3.2.7 Molekularbiologische Analysen**

Die Durchführung der molekularbiologischen Analysen erfolgte am Helmholtz-Zentrum Potsdam, Deutsches GeoForschungszentrum. Die dafür benötigten Proben wurden zuvor an der Hochschule in Merseburg vorbereitet.

Neben den dreimal in der Woche genommenen 2 ml Proben, wurde einmal die Woche – meist Montags – auch eine 0,5 ml Probe je Reaktor entnommen. Diese wurde nicht sofort eingefroren, sondern zunächst fixiert. Dafür wurden 1,4 ml Formaldehyd-Lösung (3,7%) zu den 0,5 ml Gärrest pipettiert. Dies wurde so geschwenkt, dass sich alles gut vermischt hat. Das Gemisch wurde nun über Nacht in einem 8°C Kühlschrank stehen

gelassen. Am nächsten Tag wurden die Eppendorftubes mit dem Gärrest- Formaldehyd- Gemisch für eine Minute bei 15000 g zentrifugiert. Der entstandene Überstand wurde abgenommen und verworfen bzw. gesondert aufgefangen, da er Formaldehyd enthält. Das übriggebliebene Pellet wurde mit 1 ml Phosphat gepufferter Salzlösung (PBS) gewaschen und resuspendiert. Anschließend erfolgte eine erneute Zentrifugation für eine Minute bei 15000 g. Der entstandene Überstand wurde verworfen und das Pellet erneut mit 1 ml PBS Lösung gewaschen und resuspendiert. Nach einem weiteren Mal zentrifugieren bei 15000 g für eine Minute wurde der Überstand verworfen. Das Pellet wurde ein letztes Mal suspendiert, dieses Mal mit 0,5 ml PBS Lösung und 0,5 ml Ethanol (99%). Die so fertig fixierten Proben konnten nun eingefroren werden. Auch einige der Aggregate wurden auf die gleiche Weise fixiert. Hier wurde jedoch der Schritt der Zentrifugation weggelassen, da dies zu einer Zerstörung der Aggregate führen würde.

Vor Beginn der molekularbiologischen Analysen wurde festgelegt, welche eingefrorenen, fixierten Proben untersucht werden sollten. Es wurde entschieden Proben aus den Reaktoren 1 und 3 auszuwählen. Dabei wurde jeweils eine Schlammprobe vor der ersten CaO-Dosierung (Versuchstag 45), sowie je eine Schlamm und Aggregatprobe von zwei verschiedenen Versuchstagen (Tag 106 und Tag 117) ausgewählt.

Aus diesen ausgewählten Proben wurde die genomische DNA extrahiert. Mittels einer Polymerase Chain Reaction (kurz PCR) wurden spezifisch für methanogene Archaea 16S rDNA Genfragmente amplifiziert. Diese Genfragmente wurden dann mittels Denaturing Gradient Gel Electrophoresis (kurz DGGE) aufgetrennt (Muyzer, et al., 1993). Die so entstandenen Banden wurden ausgeschnitten und sequenziert. Die Ergebnisse der molekularbiologischen Analysen sind im Kapitel 4.4 dokumentiert.

### 3.3 Frühwarnindikatoren

Während des Faulungsprozesses ist es möglich, dass es zu Prozessstörungen bzw. einer Übersäuerung kommen kann. Vor allem im Bereich der Hochlast ist dies aufgrund der höheren Substratzufuhr wahrscheinlich. Dies äußert sich in einem pH-Wert, der unter dem geforderten liegt. Würde man nur nach dem pH-Wert gehen, dann ist es oftmals schon zu spät, um ein Umkippen des Prozess noch zu verhindern. Aus diesem Grund wurde im Laufe der Jahre nach weiteren Indikatoren gesucht, die frühzeitig vor einem Umkippen warnen. Nachfolgend sind zwei dieser Indikatoren näher beschrieben.

#### 3.3.1 FOS/TAC

Der FOS/TAC ist ein Frühwarnindikator, der in der Praxis eingesetzt wird. Er ist der Quotient aus den flüchtigen organischen Säuren (FOS) und der Kalkreserve (TAC).

$$\text{FOS/TAC} = \frac{\text{organische Säuren}}{\text{Kalkreserve}} = \left[ \frac{\text{mg/l}}{\text{mg/l}} \right] \quad (7)$$

Dabei werden die flüchtigen organischen Säuren als Essigsäureäquivalent in  $\text{mg l}^{-1}$  und die Kalkreserve in  $\text{mg CaCO}_3 \text{ l}^{-1}$  gemessen. Jede Anlage hat dabei ihr eigenes spezifisches FOS/TAC Verhältnis, bei dem sie optimal läuft. Abhängig ist dieser Wert in jeder Anlage von der Zusammensetzung des verwendeten Substrates.

Für die Festlegung des optimalen FOS/TAC-Wertes wurde beschlossen die Werte der Adaptionphase heranzuziehen. Jedoch wurde festgestellt, dass sich die Daten während dieser und der nächsten Phase noch änderten. Deshalb wurde beschlossen die Werte der 1. Hochlaststufe ( $2,3 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ ) zu nehmen. Aus diesen wurde der Mittelwert gebildet. Dieser wurde dann als Optimum festgelegt. In der nächsten Tabelle sind die Optimalwerte für alle vier Reaktoren zu sehen. Außerdem sind auch die 3-fachen Werte zu sehen, da diese als Alarmsignal festgelegt wurden. Wenn diese erreicht werden, müssen Gegenmaßnahmen in Kraft treten. Jedoch wurden in dieser Arbeit Gegenmaßnahmen nicht nach dem FOS/TAC, sondern nach dem oS/Ca eingeleitet.

Tabelle 3: Optimal- und Alarmwerte des FOS/TAC

Reaktor	FOS/TAC	3-facher FOS/TAC
1	0,139	0,417
2	0,136	0,408
3	0,140	0,420
4	0,144	0,432

### 3.3.2 oS/Ca

Der oS/Ca ist ebenfalls ein Frühwarnindikator, der jedoch noch nicht von so großer Bekanntheit ist, wie der FOS/TAC. Er ist der Quotient aus den flüchtigen organischen Säuren (oS) und der Calcium-Konzentration (Ca). Zum ersten Mal Erwähnung findet er in der Doktorarbeit von Anne Kleyböcker (Kleyböcker, 2012), da sie ihn erfunden hat. Dort ist er jedoch noch nicht unter dem Namen oS/Ca zu finden, sondern noch unter dem Namen FWI VFA/Ca.

$$\text{oS/Ca} = \frac{\text{organische Säuren}}{\text{Calcium-Konzentration}} = \left[ \frac{\text{mg/l}}{\text{mg/l}} \right] \quad (8)$$

Auch hier gibt es Optimalwerte, die sich je nach Substratzugabe unterscheiden. In der nachfolgenden Tabelle sind die Werte für den Optimalwert und den Alarmwert angegeben. Die Grundlage für diese sind auch hier die Daten der ersten Hochlastphase mit  $2,3 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ .

Tabelle 4: Optimal- und Alarmwerte des Os/Ca

Reaktor	oS/Ca	2-facher Os/Ca
1	1,43	2,86
2	1,43	2,86
3	1,54	3,08
4	1,26	2,52

Die in der Tabelle gezeigten Daten sind jedoch nur ungefähre Werte. Über die Dauer des Versuches wurde festgestellt, dass Alarmwerte nicht immer eingehalten werden konnten und es schon früher zu Gegenmaßnahmen kommen musste. Dies war der Fall, wenn der Unterschied zwischen zwei Tagen zu groß war. Denn im Laufe der Versuchsdauer konnte festgestellt werden, dass die oS/Ca-Werte sogar unter die Optimalwerte fielen. So wurden zwischenzeitlich Werte zwischen 0,4 und 0,6 gemessen. Wenn dann bei der nächsten Messung der Sprung auf 1,4 erfolgte, dann wurde entschieden CaO zuzugeben, auch wenn noch nicht der 2-fache Wert erreicht war.

## 4. Ergebnisse und Diskussion

### 4.1 langsame Steigerung der Raumbelastung bis $6 \text{ kg oTS m}^{-3} \text{ d}^{-1}$

Eine Raumbelastung von  $6 \text{ kg oTS m}^{-3} \text{ d}^{-1}$  wurde in den Reaktoren 3 und 4 eingestellt. Diese wurde durch langsames Erhöhen der Raumbelastung erreicht. Die genauen Belastungen für die Dauer des Versuches sind im Zeitplan im Anhang zu finden. Es wurde jedoch sichergestellt, dass die höchste Belastung über mehrere Wochen laufen konnte. Nachfolgend werden einige der gemessenen Parameter näher betrachtet. Dies betrifft vor allem die, die aussagekräftige Ergebnisse liefern. Die restlichen untersuchten Parameter sind in Diagrammen im Anhang zu finden.

Zunächst wird die Biogasausbeute  $y_B$  betrachtet. Diese ist für die verschiedenen einsetzbaren Substrate unterschiedlich. Für Rapsöl sollte sie laut Kleyböcker (Kleyböcker, 2012) bei  $1,435 \text{ l g oTS}^{-1}$  liegen. Die Abbildungen 7 und 8 zeigen die Biogasausbeuten der Reaktoren 3 und 4 im Zusammenhang mit der Raumbelastung.

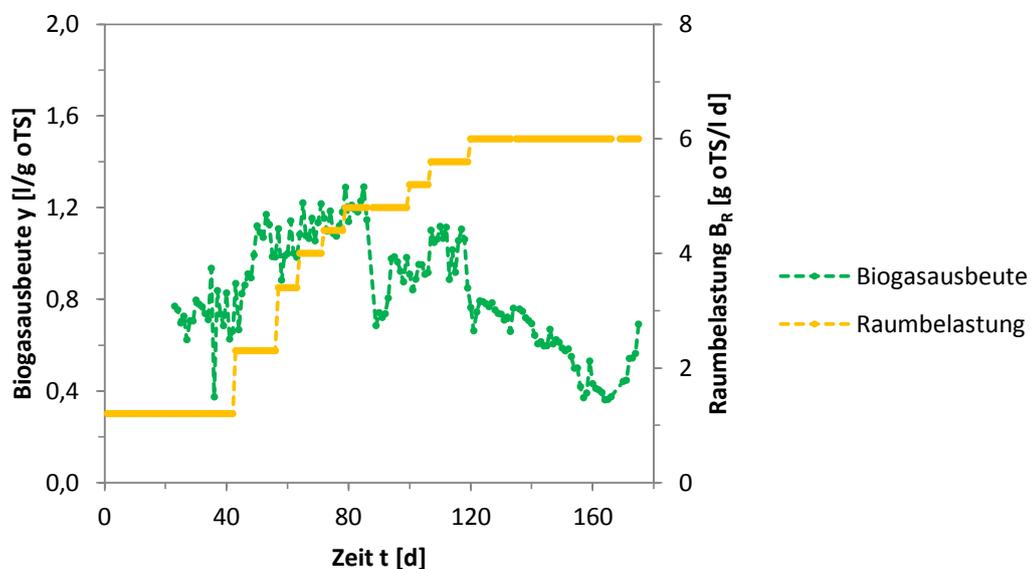


Abb. 7: Biogasausbeute und Raumbelastung im Reaktor 3 über den gesamten Versuchszeitraum

Für den Reaktor 3 wird deutlich, dass die Biogasausbeute zunächst mit steigender Raumbelastung ansteigt. Dies war auch so zu erwarten, da sich die Substratzusammensetzung ändert. Erst bei gleichbleibender Substratzusammensetzung und einem stabilen Prozess würde sie Biogasausbeute konstant bleiben. An Tag 89 kommt es zu einem plötzlichen Abfall der Ausbeute. Der Grund dafür ist der folgende. Am Tag davor war es nicht möglich eine Fütterung der Reaktoren vorzunehmen. Somit mussten sich die vorhandenen Organismen mit den Nährstoffen und Substratfragmenten zufrieden geben, die noch zur Verfügung standen. Nach diesem Vorfall stieg die Biogasausbeute wieder stetig an bis zum 120. Tag. Ab diesem nahm sie dann kontinuierlich ab. Dieser

Abfall der Ausbeute zeigt sehr deutlich, dass es im Reaktor zu keiner vollständigen Umsetzung mehr gekommen ist. Die Gründe dafür sind vielfältiger Natur. Zum einen wurde festgestellt, dass die Schaumfallen undicht waren und somit ein Teil des gebildeten Gases bereits vor der Gasuhr entwichen ist. Zum anderen wurde bereits während des Versuches festgestellt, dass die Probenentnahme und die Fütterung sehr langsam abliefen. Schon zu diesem Zeitpunkt konnte man davon ausgehen, dass es im Reaktor eine Verstopfung geben musste. Der Grund dafür ist, dass beim Ablassen der Probe nur ein kleiner Strahl aus dem Schlauch kam, obwohl das Ventil voll geöffnet war. Beim Säubern des Reaktors konnte dieser Verdacht bestätigt werden. Durch die fehlende bzw. sehr schwache Umwälzung war es nicht mehr möglich, dass alle zur Verfügung stehenden Stoffe hinreichend abgebaut werden konnten. Der Grund dafür liegt in der Zonenbildung, die durch die fehlende Umwälzung entsteht. Durch diese Zonenbildung sind ein reger Stoffaustausch und damit ein Abbau der Substrate nicht möglich. Ein Abfall der Biogasausbeute war somit unumgänglich.

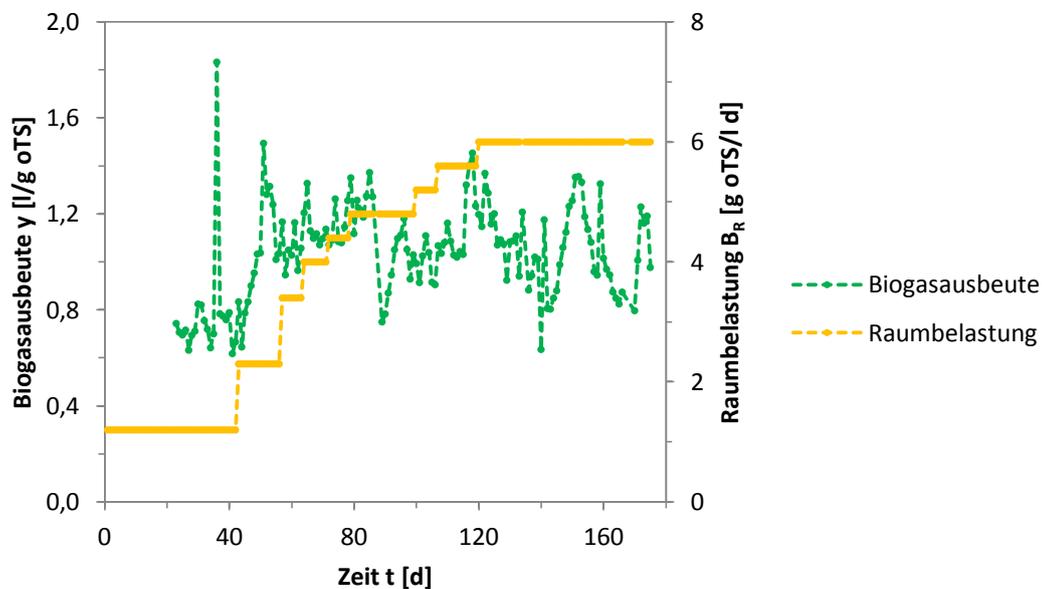


Abb. 8: Biogasausbeute und Raumbelastung im Reaktor 4 über den gesamten Versuchszeitraum

Für den Reaktor 4 ist festzustellen, dass auch hier eine Steigerung der Biogasausbeute mit zunehmender Raumbelastung sichtbar ist. Jedoch ist diese hier nicht so stark und geht eher langsam von statten. Ebenso wie im Reaktor 3 ist auch im Reaktor 4 ein Abfall der Ausbeute am Tag 89 sichtbar. Der Grund liegt, wie bereits geschrieben im Ausfall der Fütterung. Danach steigt sie bis zum Tag 120 wieder an. Anschließend ist sie ständigen Schwankungen unterworfen. Hierbei nimmt sie Werte von 0,8 bis 1,3 l g oTS<sup>-1</sup> an und liegt damit im erwarteten Bereich (Rapsöl 1,43 l g<sup>-1</sup>; Klärschlamm 0,6 l g<sup>-1</sup>). Der Prozess hat sich also eingependelt und der Abbau der eingesetzten Substrate funktioniert. Auch im Reaktor 4 gab es zum Ende der Versuche Undichtigkeiten an der

Schaumfalle. Diese können auch hier als Ursache für den zwischenzeitlichen Abfall der Ausbeute stehen.

Die Abbildungen 9 und 10 zeigen den Reaktorinhalt der Reaktoren 3 und 4 nach Beendigung der Versuche. Dadurch werden auch die zuvor getroffenen Erläuterungen für den Abfall der Biogausbeute deutlicher. Man kann sehr gut erkennen, dass der Reaktorinhalt im Reaktor 4 flüssig ist und eine Gasbildung auftritt. Im Reaktor 3 ist von einer Gasbildung nichts zu sehen. Außerdem ist eine zusammenhängende Masse sichtbar. Die gelben Stellen in dieser, sind dem nicht umgesetzten Rapsöl zuzuordnen. Man sieht, dass hier eine Umwälzung nicht mehr stattgefunden hat, bzw. nur auf sehr niedrigem Niveau.



**Abb. 9: Reaktor 3 nach Beendigung der Versuche**



**Abb. 10: Reaktor 4 nach Beendigung der Versuche**

Als nächstes werden die organischen Säuren und der pH-Wert näher betrachtet. Beide Parameter werden in Abbildung 11 und 12 für beide Reaktoren gezeigt. Der pH-Wert sollte dabei theoretisch um den Wert von 7 liegen.

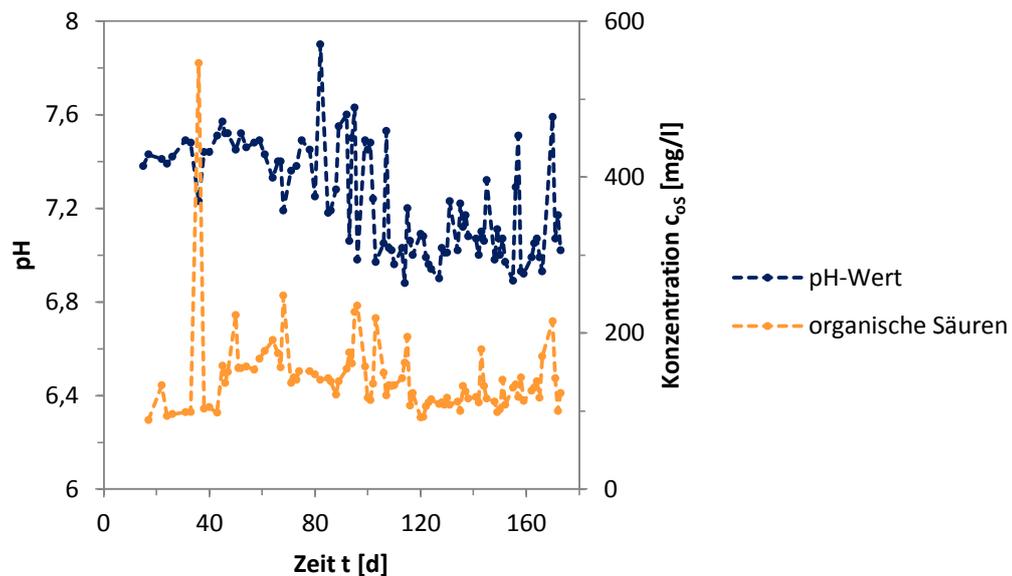


Abb. 11: pH-Wert und organische Säuren im Reaktor 3 für den gesamten Versuchszeitraum

Für Reaktor 3 stellt man fest, dass der pH-Wert zunächst relativ stabil ist. Erst im Laufe der Zeit unterläuft er Schwankungen. Diese Schwankungen finden jedoch um den pH 7 statt und liegen somit im günstigen Bereich. Die organischen Säuren schwanken zwischen 100 und 200 mg l<sup>-1</sup>. Im Mittel sind sie jedoch relativ stabil. Die niedrigen Konzentrationen an organischen Säuren sind zum Teil der Aggregatbildung geschuldet. Durch die Bildung der Aggregate werden die Säuren in diesen eingeschlossen und stehen so dem System nicht mehr zur Verfügung. Betrachtet man nur diese beiden Parameter dann würde man davon ausgehen, dass der Abbauprozess stabil abläuft, da beide relativ stabil bleiben. Wird jedoch auch die Biogasausbeute hinzugezogen, dann ist die Schlussfolgerung eine andere. In diesem Fall ist davon auszugehen, dass ein vollständiger Substratabbau nicht mehr stattfindet.

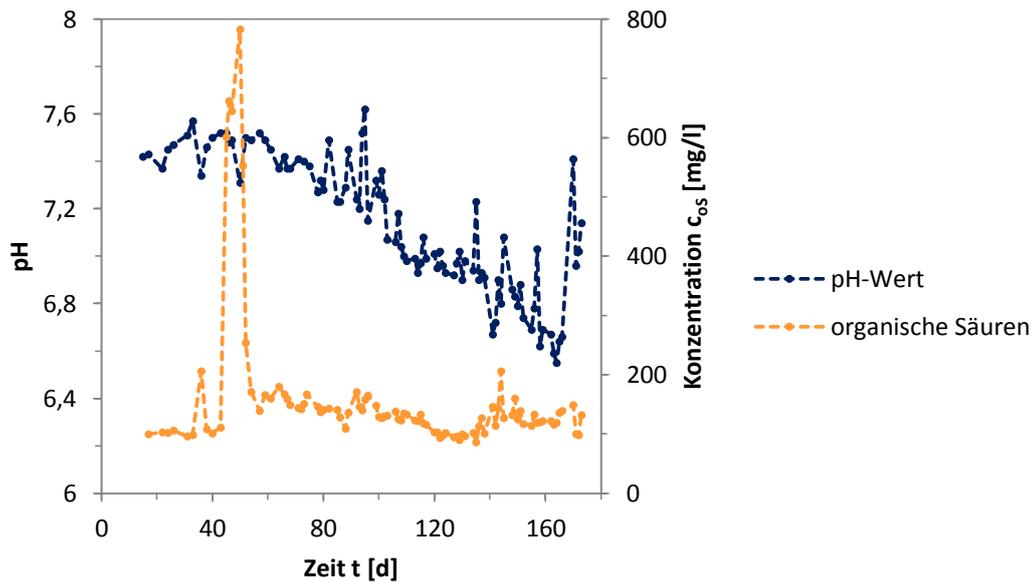


Abb. 12: pH-Wert und organische Säuren im Reaktor 4 für den gesamten Versuchszeitraum

Auch im Reaktor 4 bewegen sich die organischen Säuren weitestgehend auf einem stabilen Niveau, sind jedoch auch hier niedrig. Dies trifft jedoch nicht auf den pH-Wert zu. Während er anfangs noch relativ stabil ist, nimmt er ab dem 70. Tag kontinuierlich ab. Seinen Tiefstwert erreicht er mit 6,5 an Tag 164. Normalerweise würde sich so ein niedriger pH-Wert mit einer hohen Konzentration an organischen Säuren erklären. Dies kann jedoch hierfür nicht als Grund dienen, da die organischen Säuren sehr niedrige Konzentrationen anzeigen. Da dieses Phänomen des niedrigen pH-Wertes auch in den Reaktoren 1 und 2 auftritt, muss davon ausgegangen werden, dass es einen anderen Grund dafür gibt. Der zugegebene Rohschlamm hat einen pH-Wert zwischen 5,5 und 6. Von diesen werden den Reaktoren täglich 4,5 kg zugeführt und zusätzlich noch die berechneten Mengen an Rapsöl. Das heißt die täglich zugegebene Menge an Substrat hat einen sauren pH-Wert, der sich auch in den Reaktoren durch den Abbauprozess einstellt. Da der pH in den Reaktoren auch nach CaO-Zugabe nur unwesentlich gestiegen ist, kann man davon ausgehen, dass die Pufferkapazität des Substrates sehr niedrig gewesen ist. Mit einer niedrigen Pufferkapazität ist es somit schwer den pH-Wert über 7 zu halten.

Die niedrigen Konzentrationen für die organischen Säuren lassen sich durch die Aggregatbildung erklären. Bei der Bildung der Aggregate werden die vorhandenen überschüssigen langkettigen Fettsäuren in den Aggregaten eingeschlossen und stehen so dem System nicht mehr zur Verfügung. Durch den täglichen Ablass von 4500 g Reaktorinhalt wurden zum Teil auch die gebildeten Aggregate entfernt. Die darin enthaltenen organischen Säuren fehlen nun dem System, was die niedrigen Konzentrationen dieser erklärt.

Zwei weitere Parameter, die näher betrachtet werden sollen, sind der oS/Ca und die Calciumoxid-Zugabe. Ersterer ist wie bereits in Kapitel 3.3 geschrieben ein Frühwarnindikator. Der zweite Parameter zeigt an, wann und wie viel CaO zugegeben wurde. Die Zugabe des Calciumoxides erfolgte immer dann, wenn der oS/Ca eine Warnung anzeigte oder wenn der pH-Wert unter 7 gefallen ist. Die Abbildung 13 und 14 zeigt die Parameter für die Reaktoren 3 und 4.

Für den Reaktor 3 zeigt der oS/Ca mehrere Warnungen an. Sie sind in Abbildung 13 mit Pfeilen kenntlich gemacht. Die CaO-Zugabe erfolgte jedoch nicht sofort bei der ersten Warnung, sondern erstmals am 68. Tag. Der Grund dafür ist, dass zum Zeitpunkt der ersten Warnung noch die Adaptionsphase ablief. In dieser ist es normal, dass die oS/Ca sich noch stärker ändern. Im weiteren Verlauf lässt sich feststellen, dass bei jeder Warnung eine höhere Zugabe an Calciumoxid erfolgte. Das Diagramm zeigt jedoch auch, dass diese erfolgte, obwohl keine Verdoppelung des oS/Ca vorlag. Der Grund dafür war wie bereits erwähnt der niedrige pH-Wert.

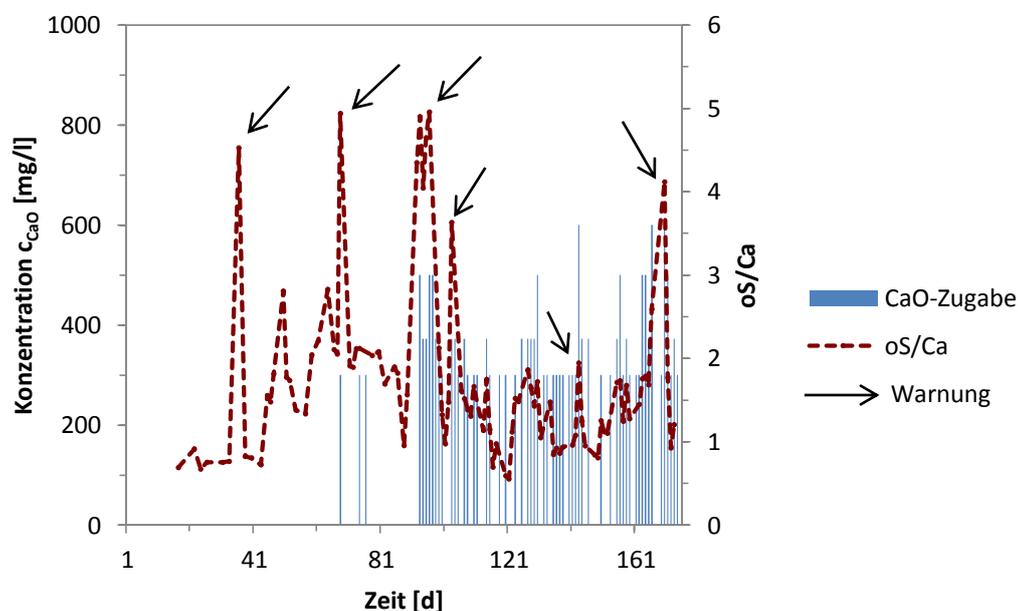


Abb. 13: oS/Ca-Werte und Calciumoxid-Zugabe im Reaktor 3 über den gesamten Versuchszeitraum

Auch für den Reaktor 4 sind die Warnungen mit Pfeilen in Abbildung 14 dargestellt. Hier fällt auf, dass es zwar Warnungen gab, diese jedoch nicht so häufig waren, wie bei Reaktor 3. Es zeigt sich viel mehr, dass die oS/Ca in diesem Reaktor vor allem zum Ende hin relativ stabil blieben. Es zeigt sich jedoch, dass gegen Ende des Versuches beinahe regelmäßig eine Kalkzugabe erfolgte, obwohl die oS/Ca keine Warnungen anzeigten. Der Grund dafür ist, wie bereits zuvor erwähnt, der sinkende pH-Wert.

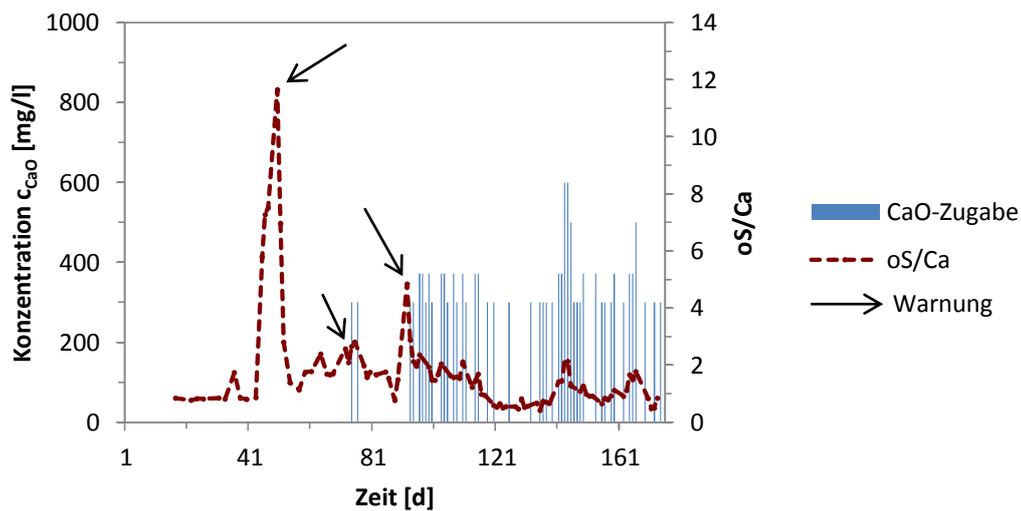


Abb. 14: oS/Ca-Werte und Calciumoxid-Zugabe im Reaktor 4 über den gesamten Versuchszeitraum

Nachdem gezeigt wurde, dass der oS/Ca als Frühwarnindikator sehr gut nutzbar ist, soll nun noch gezeigt werden, wie der Indikator FOS/TAC warnen würde. Was die Abbildungen 15 und 16 sehr deutlich machen, ist, dass der FOS/TAC einmal bei beiden Reaktoren warnt und dies auch nur in der Adaptionsphase. Danach bleibt er relativ stabil. Zwar gibt es ein paar Schwankungen, aber diese bewegen sich im Rahmen der Warnwerte, die im Kapitel 3.3.1 festgelegt wurden. Eine Warnung wird hier also nicht angezeigt, während der oS/Ca diese zeigt. Damit lässt sich sehr klar feststellen, dass dieser Frühwarnindikator für die Hochlastfäulung nur bedingt einsetzbar ist und man besser auf den oS/Ca zur Warnung zurückgreifen sollte.

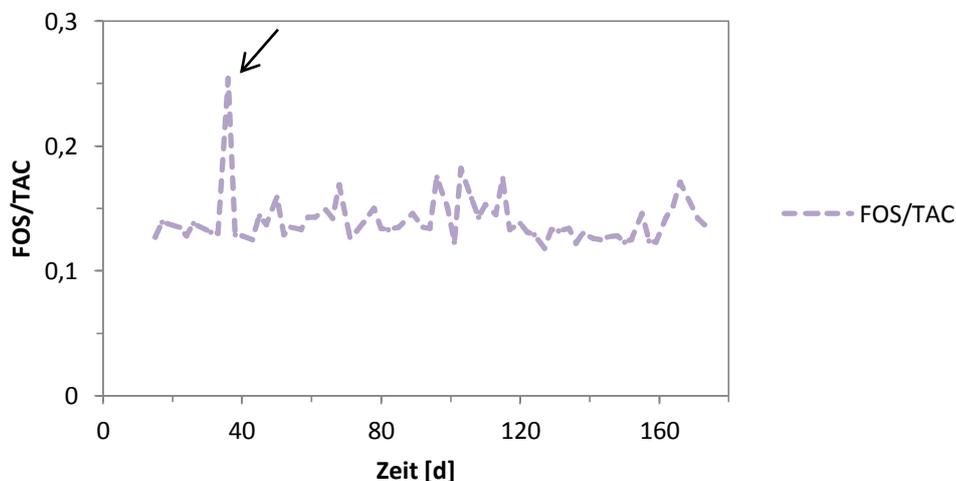
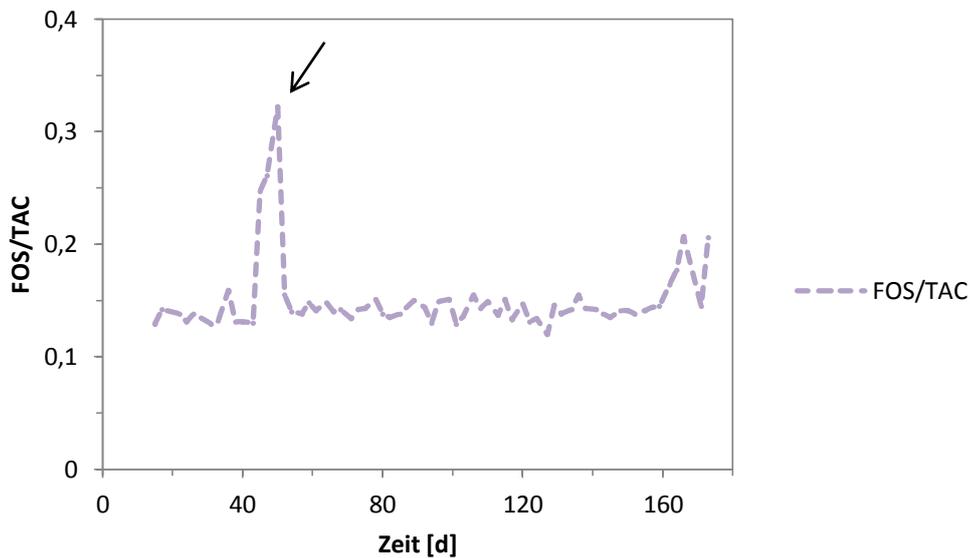


Abb. 15: FOS/TAC-Werte des Reaktor 3 über den gesamten Versuchszeitraum



**Abb. 16: FOS/TAC-Werte des Reaktor 4 über den gesamten Versuchszeitraum**

Nach dem Auswerten der einzelnen Parameter lässt sich ein positives Fazit ziehen. Die langsame Erhöhung der Raumbelastung auf den Endwert von  $6 \text{ kg oTS m}^{-3} \text{ d}^{-1}$  und das anschließende Halten dieses Wertes ist möglich. Als Frühwarnindikator ist der  $\text{oS}/\text{Ca}$  einsetzbar. Dieser warnt auch früher als der FOS/TAC, was bereits Kleyböcker (Kleyböcker, 2012) feststellen konnte. Jedoch sollte nicht nur nach seinen Ergebnissen eine Entscheidung getroffen werden. Vielmehr sind auch der pH-Wert und die Biogasausbeute mit in die Entscheidungen einzubeziehen. Die bereits bekannte Stabilisierung eines Hochlastprozesses durch Aggregatbildung konnte bestätigt werden. Zu sehen war dies an den gleichbleibend niedrigen Konzentrationen für die organischen Säuren und den Konzentrationen für Calcium, die trotz  $\text{CaO}$ -Zugabe nicht exorbitant angestiegen sind. Zu finden sind die Diagramme für die Calcium-Konzentrationen im Anhang. Wenn alle diese Parameter unter Beobachtung stehen und bei Problemen Gegenmaßnahmen eingeleitet werden, dann kann eine Hochlastfäulung auch über einen längeren Zeitraum aufrecht erhalten werden.

## 4.2 schnelle Steigerung der Raumbelastung bis $9,1 \text{ kg oTS m}^{-3} \text{ d}^{-1}$

Zu Beginn des Versuches wurde geplant eine Raumbelastung von  $10 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$  zu erreichen. Während des Versuches wurde jedoch festgestellt, dass dieses Ziel nicht zu erreichen ist. Deshalb wurde in den Reaktoren 1 und 2 eine Raumbelastung von  $9,1 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$  eingestellt. Leider konnte auch diese Raumbelastung nicht bis zur Beendigung des Versuches eingehalten werden. Im Reaktor 1 wurde bereits nach 16 Tagen auf eine Belastung von  $8,2 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$  heruntergefahren und im Reaktor 2 nach 35 Tagen. Diese Raumbelastung wurde dann jedoch von beiden Reaktoren bis zum Ende eingehalten. Der Grund für dieses Vorgehen ist der Folgende. Beide Reaktoren drohten zu übersäuern und konnten auch durch Kalkzugabe nicht regeneriert werden. Um die Übersäuerung zu verhindern, wurde die Maßnahme der Herabsetzung der Raumbelastung verwirklicht. Nachfolgend soll anhand der verschiedenen Parameter gezeigt werden, dass diese Maßnahme absolut notwendig war.

Zunächst wird wieder die Biogasausbeute  $y_B$  betrachtet. Wie bereits erwähnt sollte sie für Rapsöl bei ca.  $1,435 \text{ l g oTS}^{-1}$  liegen. Die Abbildungen 17 und 18 zeigen die Biogasausbeuten der Reaktoren 1 und 2 und die Raumbelastung.

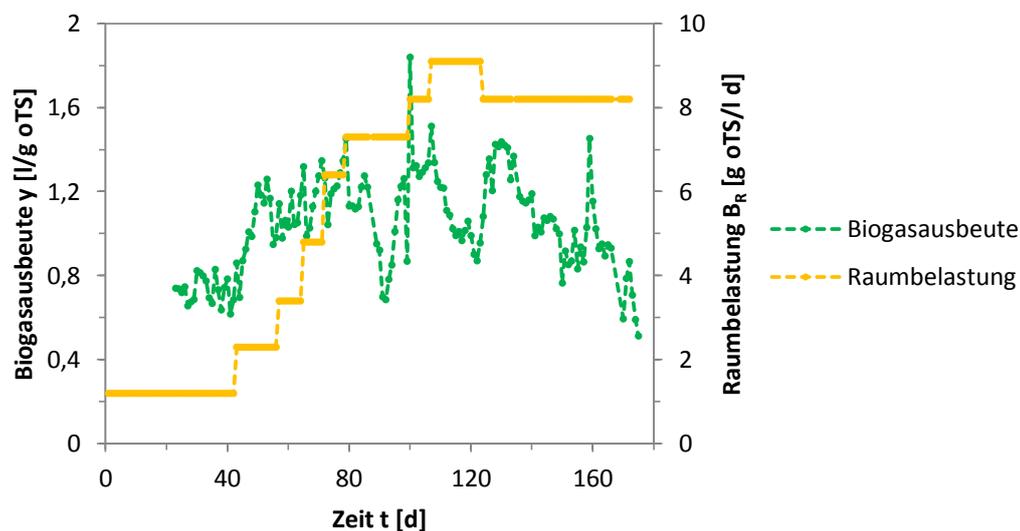


Abb. 17: Biogasausbeute und Raumbelastung im Reaktor 1 über den gesamten Versuchszeitraum

Für den Reaktor 1 wird deutlich, dass hier die Biogasausbeute sehr starken Schwankungen unterworfen ist. Anfangs nimmt mit steigender Raumbelastung auch die Biogasausbeute zu. Danach erfährt die Ausbeute Schwankungen, die am Ende in einem stetigen Abfall dieser enden. Vor der Absenkung der Raumbelastung an Tag 124 auf den Endwert von  $8,2 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$  erkennt man, dass die Biogasausbeute stark abfällt. Dies und die Ergebnisse des pH und der organischen Säuren waren ein Indiz für die

drohende Übersäuerung. Deshalb wurde beschlossen die Raumbelastung auf  $8,2 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$  herabzusetzen. Nach dem Herabsetzen der Raumbelastung erholte sich die Ausbeute zwar wieder, jedoch nur kurzzeitig. Bis zum Ende des Versuches fiel sie stetig ab, pegelte sich aber zum Ende hin bei  $0,8 \text{ l g oTS}^{-1}$  ein. Wie bereits bei den Reaktoren 3 und 4 traten auch am Reaktor 1 Undichtigkeiten auf, die zu einem Verlust des gebildeten Gases führten. Dies und die Aggregatbildung können auch hier als Grund für den Abfall der Biogasausbeute angenommen werden.

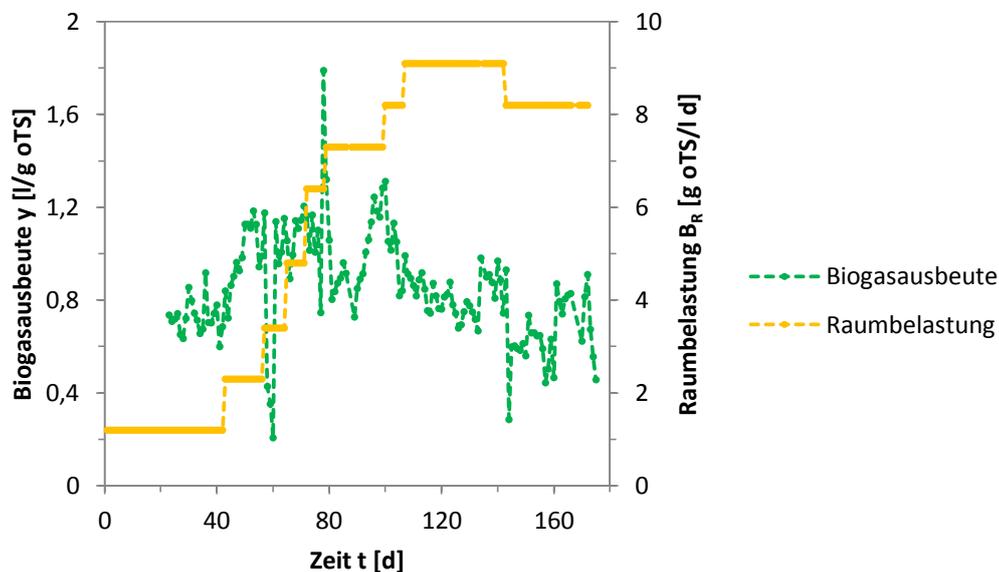


Abb. 18: Biogasausbeute und Raumbelastung im Reaktor 2 über den gesamten Versuchszeitraum

Auch im Reaktor 2 nimmt zunächst die Biogasausbeute mit steigender Raumbelastung zu. Der kurzzeitige Abfall zwischen den Tagen 58 und 60 liegt im Einbau der in-situ Sonde. Da zu diesem Zweck der Deckel des Reaktors geöffnet werden musste, entwich das gebildete Gas. Es dauerte nach dem Schließen des Deckels wieder einige Zeit bis das neugebildete Gas die Gasuhr erreichen konnte. Deshalb ist die Biogasausbeute auch bis auf  $0,2 \text{ l g oTS}^{-1}$  gesunken. Nach dem Einbau der Sonde erholte sich die Ausbeute wieder und schwankte um den Wert 1. Ab dem 100. Tag nahm sie stetig immer weiter ab und pegelte sich schließlich bei  $0,8 \text{ l g oTS}^{-1}$  ein. Nach dem Absenken der Raumbelastung und einem kurzen Abfall der Biogasausbeute, konnte sich diese wieder fangen. Einige Undichtigkeiten in der Schaumfalle sind auch in diesem Reaktor ein Grund für die fallende Ausbeute, genau wie die Bildung der Aggregate.

Als nächstes werden der pH-Wert und die organischen Säuren näher betrachtet. Für den Reaktor 1 fällt auf, dass zunächst eine relativ stabile Konzentration an organischen Säuren herrscht. Der plötzliche Anstieg an Tag 124 und der zeitgleich niedrige pH von 6,5 waren ein weiterer Grund die Raumbelastung herabzusetzen. Während sich der pH danach um den Wert von 6,6 einpegelt, ist dies bei den organischen Säuren

ren nicht der Fall. Vielmehr steigen diese weiter an und erreichen Konzentrationen von bis zu  $500 \text{ mg l}^{-1}$ . Der niedrige pH kann auf die hohen Konzentrationen an organischen Säuren zurückgeführt werden. Normalerweise müsste die Konzentration an organischen Säuren abnehmen, da die Raumbelastung und damit die Zugabe an Substraten herabgesetzt wurden. Dies ist hier nicht der Fall. Vielmehr steigt die Konzentration der Säuren auch nach dem Absenken der Raumbelastung. Der Grund liegt im Abbau der bereits vorhandenen Substrate im Reaktor. Diese müssen zunächst abgebaut werden, was zu einer Erhöhung der Konzentration an organischen Säuren führt.

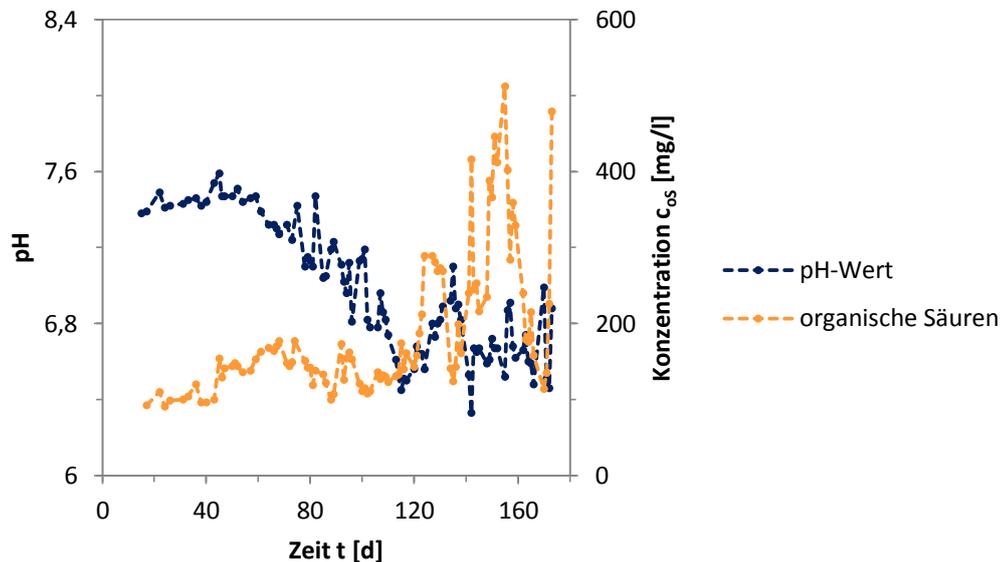


Abb. 19: pH-Wert und organische Säuren im Reaktor 1 für den gesamten Versuchszeitraum

Für den Reaktor 2 wird deutlich, dass hier der pH-Wert zunächst relativ stabil ist. Erst im Laufe der Versuchsdauer nimmt er langsam ab. Da er jedoch auch nach Kalkzugabe nicht großartig ansteigt, sondern auf einem niedrigen Level bleibt, wurde beschlossen die Raumbelastung am Tag 143 herabzusetzen. Am pH änderte diese Maßnahme jedoch kaum etwas. Vielmehr pegelte er sich nun bei 6,5 ein. Die organischen Säuren sind im Reaktor 2 ständigen Schwankungen unterworfen. Sie bleiben jedoch im Mittel bei  $200 \text{ mg l}^{-1}$ , was noch als vertretbar angesehen werden konnte. Neben dem, trotz Kalkzugabe niedrigen pH, war auch der plötzliche hohe Anstieg der organischen Säuren ein weiterer Grund für die Änderung der Raumbelastung.

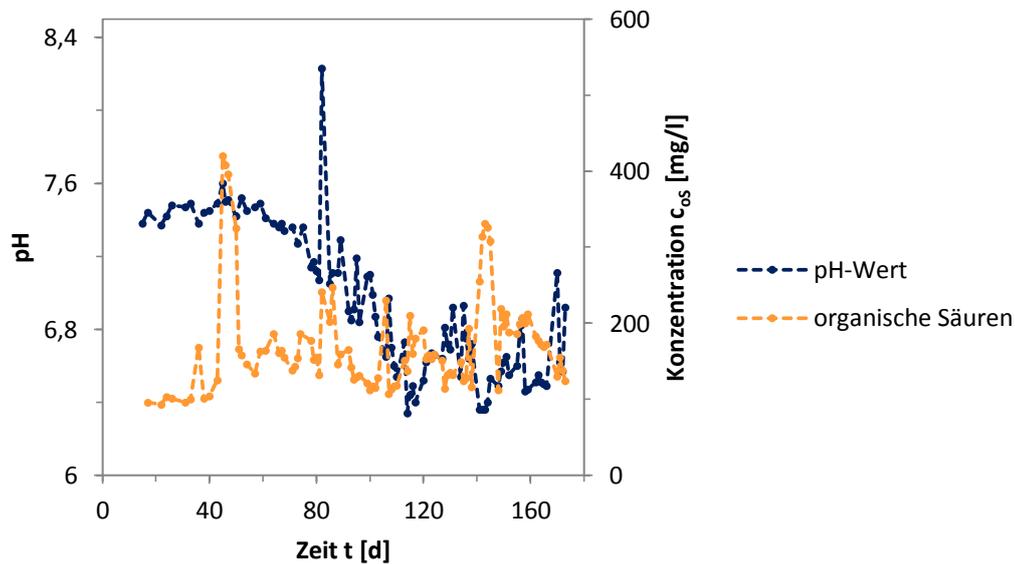


Abb. 20: pH-Wert und organische Säuren im Reaktor 2 für den gesamten Versuchszeitraum

Die bereits betrachteten Parameter zeigen bereits sehr deutlich, dass eine schnelle Steigerung der Raumbelastung einige Probleme aufweist. Der oS/Ca-Wert und die Calciumoxid-Zugabe sollen nun zeigen, ob man trotzdem auch eine solche Art der Belastungsteigerung durchführen kann. In Abbildung 21 zeigt sich, dass die Warnungen im Reaktor 1 häufiger auftreten als dies im Reaktor 4 der Fall gewesen ist. Desweiteren ist zu erkennen, dass nach jeder dieser Warnungen und der Zugabe von Calciumoxid der oS/Ca wieder sinkt. Es wird jedoch auch ersichtlich, dass am Ende fast täglich CaO zugegeben wurde. Wie bereits bei den Reaktoren 3 und 4 erwähnt, liegt das an den niedrigen pH-Werten.

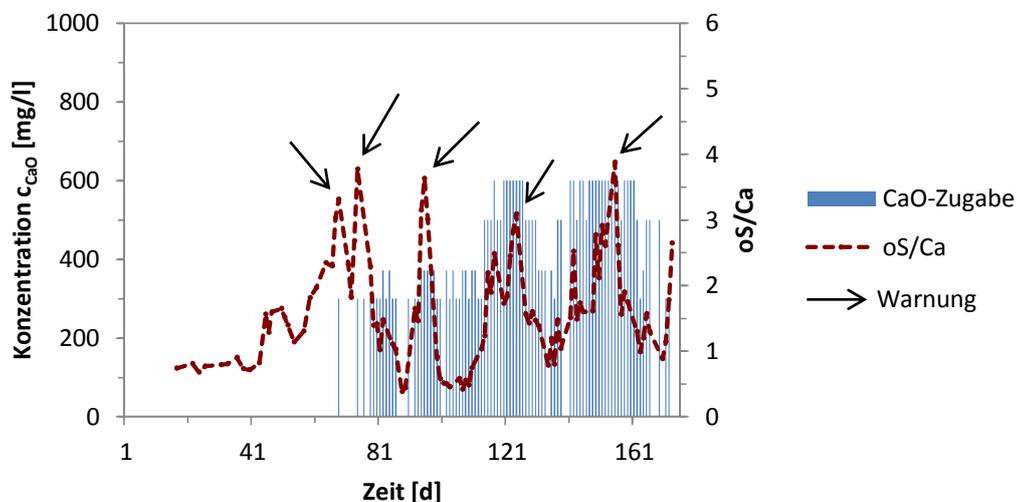


Abb. 21: oS/Ca-Werte und Calcium-Zugabe im Reaktor 1 über den gesamten Versuchszeitraum

Auch für den Reaktor 2 werden in der Abbildung 22 mehrere Warnungen angezeigt. Nach der Calciumoxid-Zugabe kann auch hier ein Absinken der oS/Ca-Werte beobachtet werden. Die CaO-Zugabe erfolgt auch im Reaktor 2 am Ende fast täglich. Der Grund ist erneut der niedrige pH-Wert.

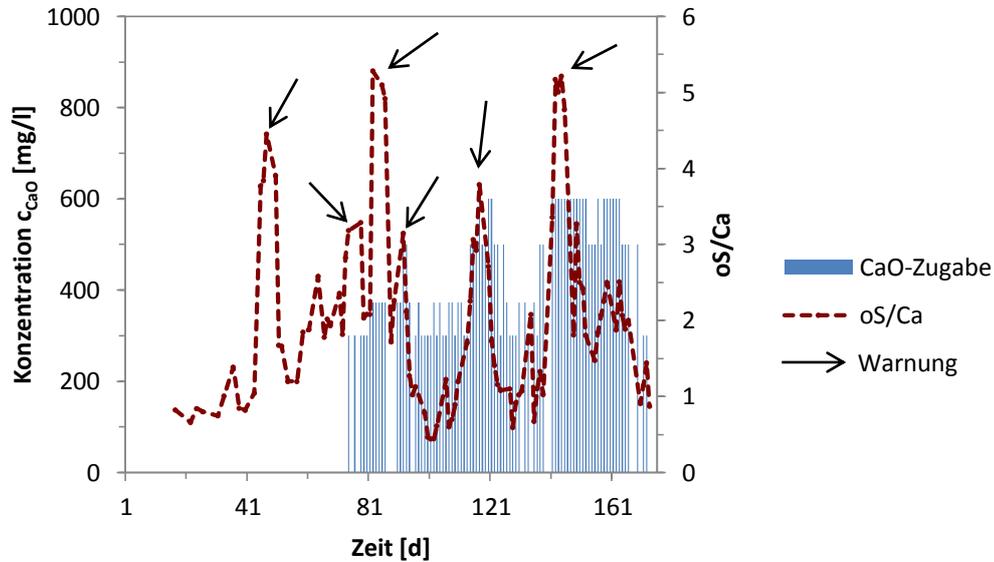


Abb. 22: oS/Ca-Werte und Calciumoxid-Zugabe im Reaktor 2 über den gesamten Versuchszeitraum

Nach dem oS/Ca soll überprüft werden, wie der FOS/TAC warnen würde. Dabei zeigen die Abbildungen 23 und 24 deutlich, dass dieser sowohl bei Reaktor 1 als auch bei Reaktor 2 viel zu spät warnen würde. In beiden Fällen wäre es längst zur Übersäuerung der Reaktoren gekommen. Dies zeigt, dass der FOS/TAC in der Hochlastfaulung nur bedingt einsetzbar wäre und der oS/Ca besser geeignet ist.

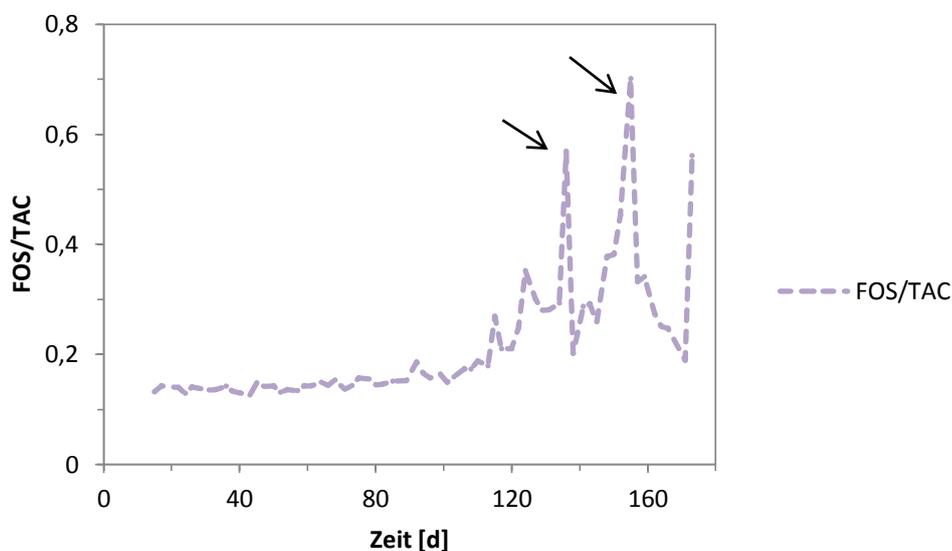
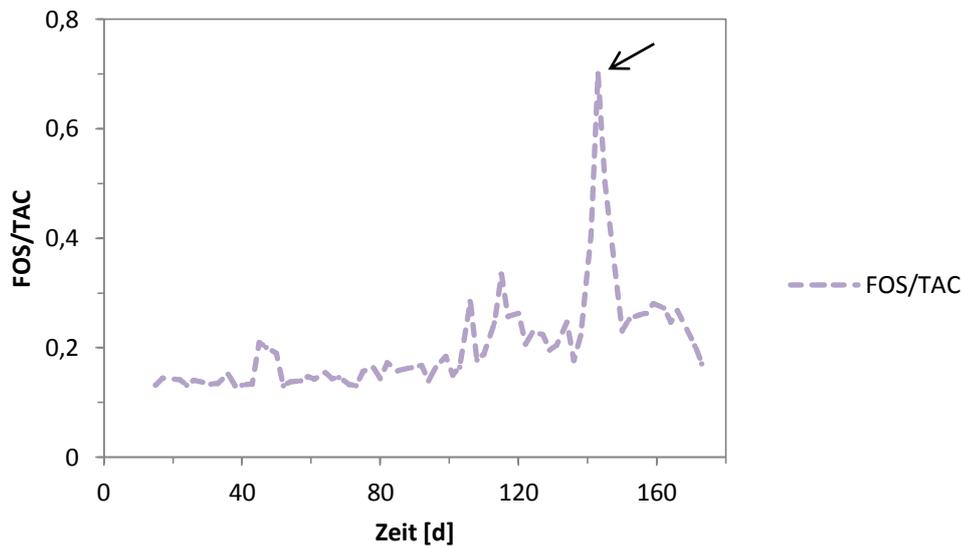


Abb. 23: FOS/TAC-Werte des Reaktor 1 über den gesamten Versuchszeitraum



**Abb. 24: FOS/TAC-Werte des Reaktor 2 über den gesamten Versuchszeitraum**

Nach dem Auswerten der einzelnen Parameter lässt sich ein gutes Fazit ziehen. Es ist möglich eine Hochlastfaulung durch ein schnelles Erhöhen der Raumbelastungen zu erreichen. Jedoch muss damit gerechnet werden, dass Gegenmaßnahmen häufiger ergriffen werden müssen. Dazu zählen eine vermehrte CaO-Zugabe und im schlimmsten Fall ein Absenken der Raumbelastung. Wie bereits bei der langsamen Erhöhung ist auch hier der oS/Ca-Wert als Frühwarnindikator zu empfehlen. Aber zusätzlich müssen auch der pH-Wert und die Biogasausbeute ständig überprüft werden, da auch sie Anzeichen für Prozessstörungen sind.

### 4.3 Mikroskopie und in-situ Sonde

Wie bereits in Kapitel 3.2.6 geschrieben, wurden für die Auswertung hinsichtlich der Aggregatbildung die Proben von Tag 85 und von Tag 117 aus dem Reaktor 2 genommen. Zunächst werden die mikroskopischen Aufnahmen ausgewertet und danach die der Sonde.

Für die mikroskopischen Aufnahmen musste, wie bereits in Kapitel 3.2.6 beschrieben, eine Verdünnung vorgenommen werden, da sonst ein Zählen der Aggregate nicht möglich gewesen wäre. Für jede der Verdünnungen wurden jeweils drei Bilder aufgenommen, so dass am Ende pro Tag sechs Bilder existierten. In jedes der Bilder wurden 3 Quadrate gelegt und in diesen wurden die Aggregate gezählt. Eines dieser Bilder ist nachfolgend zu finden. Alle anderen können im Anhang betrachtet werden.

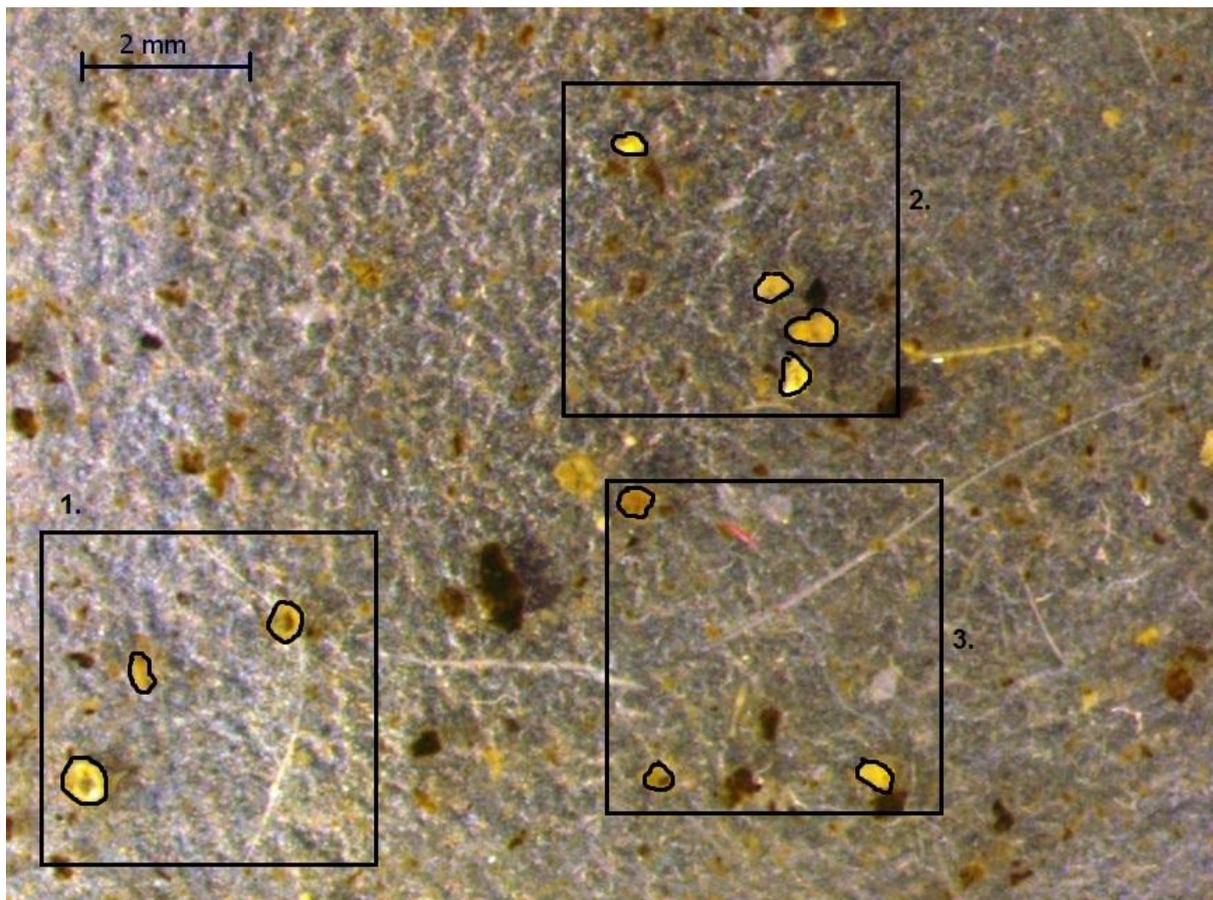


Abb. 25: Mikroskop-Aufnahme der Probe vom 85. Tag in einer 1:50 Verdünnung und 8-facher Vergrößerung (Bild 3)

Durch entsprechende Hochrechnungen wurde dann ermittelt wie viele Aggregate sich in der Probe befanden. Die angewendeten Rechnungen sind nachfolgend für die Probe vom 85. Tag in der 1:50 Verdünnung aufgezeigt.

Volumen der Probe:

$$V_P = 1000 \text{ mm}^3$$

Größe des Probegefäßes:

$$L_G = B_G = 24 \text{ mm}$$

Höhe der Probe:

$$H_P = \frac{V_P}{L_G \cdot B_G} = \frac{1000 \text{ mm}^3}{24 \text{ mm} \cdot 24 \text{ mm}} = 1,736 \text{ mm} \sim 1,74 \text{ mm}$$

Größe der Quadrate:

$$L_Q = B_Q = 4 \text{ mm}$$

Volumen der Quadrate:

$$V_Q = L_Q \cdot B_Q \cdot H_P = 4 \text{ mm} \cdot 4 \text{ mm} \cdot 1,74 \text{ mm} = 27,84 \text{ mm}^3$$

Nun wurden die Aggregate in den einzelnen Quadraten gezählt.

1. Quadrat: 3 Aggregate
2. Quadrat: 4 Aggregate
3. Quadrat: 3 Aggregate

Im Durchschnitt hätte jedes Quadrat also 3,33 Aggregate. Ins Verhältnis gesetzt bedeutet dies.

$$\frac{3,33}{27,84 \text{ mm}^3} = \frac{x}{1000 \text{ mm}^3}$$

$$x = \frac{3,33}{27,84 \text{ mm}^3} \cdot 1000 \text{ mm}^3 = 119,61 \sim 120$$

Das heißt, es befinden sich in der 1:50 Verdünnung rund 120 Aggregate pro ml. Für die Originalprobe heißt das:

$$50 \cdot 120 \text{ Aggregate/ml} = 6000 \text{ Aggregate/ml}$$

Somit befinden sich in der Originalprobe rund 6000 Aggregate pro ml. Auf den ersten Blick erscheint diese Zahl sehr hoch. Jedoch muss darauf hingewiesen werden, dass die Aggregate zum Teil sehr klein sind. Mit dem bloßen Auge sind sie nicht zu erkennen, erst durch das Mikroskop ist dies möglich. Neben diesen kleinen Aggregaten sind auch größere Exemplare im Reaktor zu finden, wie Abbildung 26 deutlich macht. Die Mehrheit der gebildeten Aggregate ist jedoch

nur einige  $\mu\text{m}$  groß. So sind die 6000 gezählten Aggregate in der Probe von Versuchstag 85 zwischen 430 und 580  $\mu\text{m}$  groß.



Abb. 26: gebildete Aggregate

Für die restlichen Bilder wird auf demselben Weg die Aggregatanzahl bestimmt. Die Ergebnisse sind in den Tabellen 5 und 6 zusammengefasst.

Tabelle 5: Anzahl der Aggregate im Reaktor 2 an Versuchstag 85

	Versuchstag 85					
	1:50			1:100		
	Bild 1	Bild 2	Bild 3	Bild 1	Bild 2	Bild 3
Aggregate pro Quadrat	2,33	3,66	3,33	4	3,33	2,33
Aggregate pro ml verdünnter Probe	84	132	120	144	120	84
Aggregate pro ml Originalprobe	4200	6600	6000	7200	6000	4200

Tabelle 6: Anzahl der Aggregate im Reaktor 2 an Versuchstag 117

	Versuchstag 117					
	1:50			1:100		
	Bild 1	Bild 2	Bild 3	Bild 1	Bild 2	Bild 3
Aggregate pro Quadrat	6,66	5,66	5	4,66	6	5
Aggregate pro ml verdünnter Probe	240	204	180	168	216	180
Aggregate pro ml Originalprobe	12000	10200	9000	8400	10800	9000

Die Tabellen zeigen, dass sich die Anzahl der Aggregate erhöht hat. Während sie an Tag 85 noch rund 5700 betrug, waren es an Tag 117 rund 9900. Das entspricht fast einer Verdopplung. Ein Grund dafür ist, dass die Kalkzugabe an Tag 85 noch relativ niedrig war, bzw. es erst eine Woche vorher die erste Kalkzugabe gab. Bis zum Ver-

suchstag 117 war die Zugabe von Calciumoxid bereits deutlich gestiegen. Somit konnten mehr Aggregate gebildet werden.

In Abbildung 26 wurde bereits gezeigt, wie die Aggregate aussehen und wie groß sie werden können. Nachfolgende Abbildungen zeigen die Aggregate bei 20-facher Vergrößerung. Dabei fällt auf, dass sie keine definierte Form besitzen. Weiterhin kann man unterschiedliche Schattierungen ausmachen. Diese legen die Vermutung nahe, dass die Aggregate nicht nur aus einem Material bestehen. Diese Vermutung wurde von Kleyböcker (Kleyböcker, 2012) bereits bewiesen. Außerdem konnte sie eine Zonenbildung innerhalb der Aggregate beobachten.

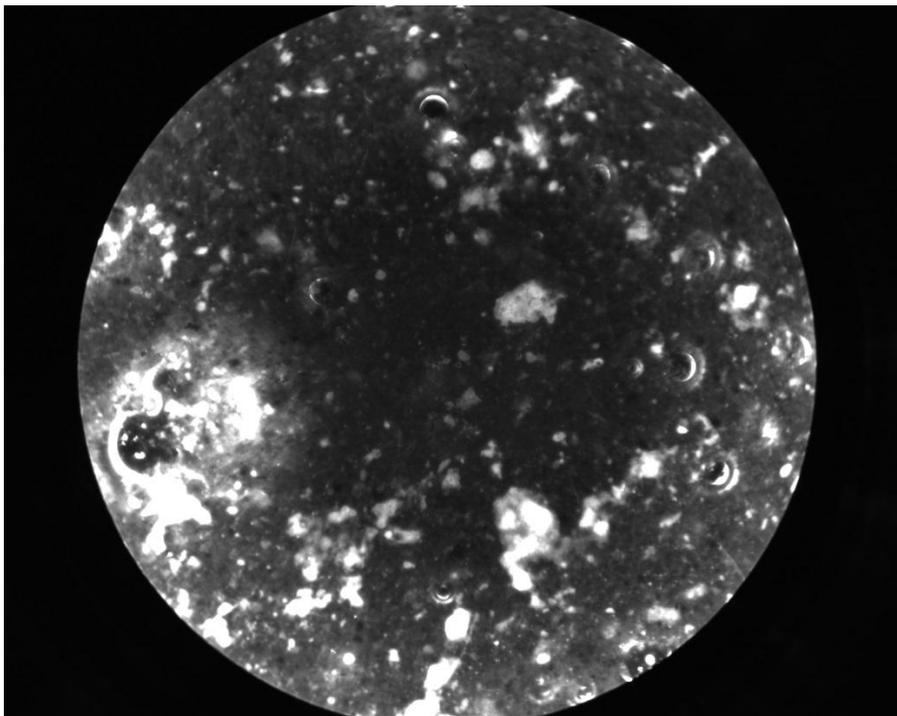


**Abb. 27: Aggregate bei 20-facher Vergrößerung**

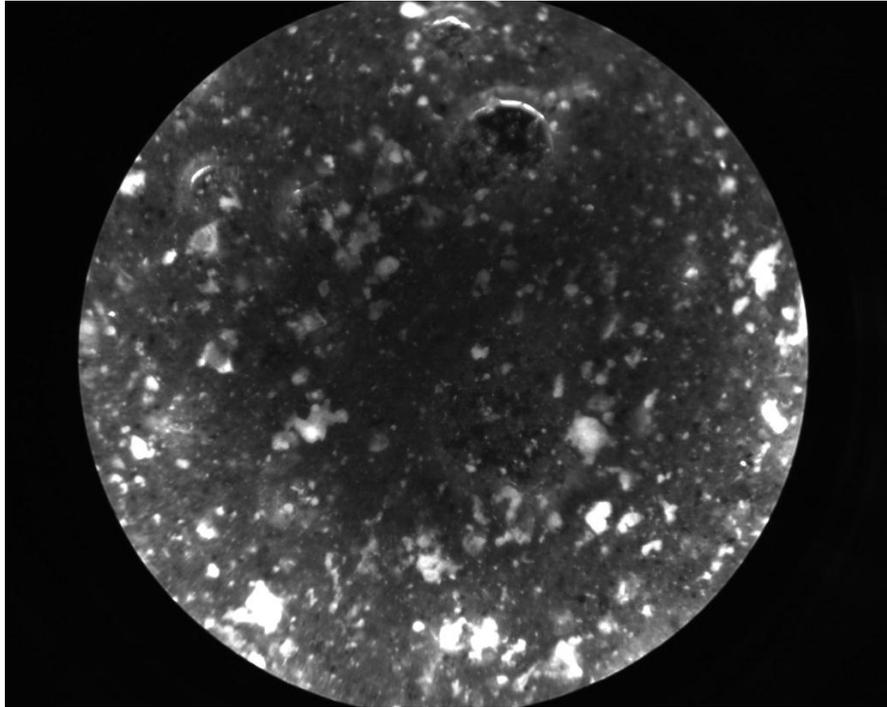


**Abb. 28: Aggregat bei 20-facher Vergrößerung**

Für die Auswertung der Sondenbilder wurden ebenfalls die Tage 85 und 117 näher betrachtet. Eine Auswertung dieser aufgenommenen Bilder gestaltete sich als schwierig, da die Auszählung der Aggregate mit einem großen Aufwand verbunden war. Die Abbildungen 29 und 30 zeigen jeweils ein Bild beider Tage und verdeutlichen die Schwierigkeiten.



**Abb. 29: Sondenbild von Versuchstag 85 um 8.00 Uhr**



**Abb. 30: Sondenbild von Versuchstag 117 um 8.00 Uhr**

In beiden Bildern sind weiße Schattierungen zu sehen – dies sind die Aggregate. Für die Zählung mussten die pro Aufnahme gemachten 10 Bilder miteinander verglichen werden. Dabei wurde festgestellt, dass ein Großteil dieser Schattierungen unbeweglich ist. Dies bedeutet, dass sich auf der Linse der Sonde Ablagerungen, oder in diesem Fall Aggregate, gebildet haben. Diese konnten auch durch die eingebaute Sondenspülung nicht sofort beseitigt werden.

Es wurde dennoch versucht eine Zählung vorzunehmen. Dafür wurde ein Bild der Serie genommen. Im Vergleich mit den restlichen Bildern der Serie wurden zunächst die Ablagerungen mit rot gekennzeichnet. Danach wurden drei Quadrate eingezeichnet. In diesen erfolgte dann die Zählung. Ein schwarzer Punkt kennzeichnet die Aggregate. Die entsprechenden Bilder sind im Anhang zu finden.

Für Versuchstag 85 wurden durchschnittlich 7 Aggregate pro Quadrat und für Versuchstag 117 durchschnittlich 16 Aggregate pro Quadrat gezählt. Da die genaue Eindringtiefe der Sonde nicht bekannt ist, wurde eine Annahme von 0,5 mm getroffen. Damit konnte nun das Volumen der Quadrate berechnet werden. Dies wurde dann genutzt, um die Aggregatanzahl in 1 ml zu bestimmen. Nachfolgend sind die Rechnungen aufgezeichnet.

Annahme der Probentiefe:

$$H_S = 0,5 \text{ mm}$$

Größe der Quadrate:

$$L_Q = B_Q = 2,22 \text{ mm}$$

Volumen der Quadrate:

$$V_Q = L_Q \cdot B_Q \cdot H_S = 2,22 \text{ mm} \cdot 2,22 \text{ mm} \cdot 0,5 \text{ mm} = 2,46 \text{ mm}^3$$

Aggregate für Versuchstag 85:

$$\frac{7}{2,46 \text{ mm}^3} = \frac{x}{1000 \text{ mm}^3}$$

$$x = \frac{7}{2,46 \text{ mm}^3} \cdot 1000 \text{ mm}^3 = 2845,528 \sim 2846$$

Aggregate für Versuchstag 117:

$$\frac{16}{2,46 \text{ mm}^3} = \frac{x}{1000 \text{ mm}^3}$$

$$x = \frac{16}{2,46 \text{ mm}^3} \cdot 1000 \text{ mm}^3 = 6504,065 \sim 6504$$

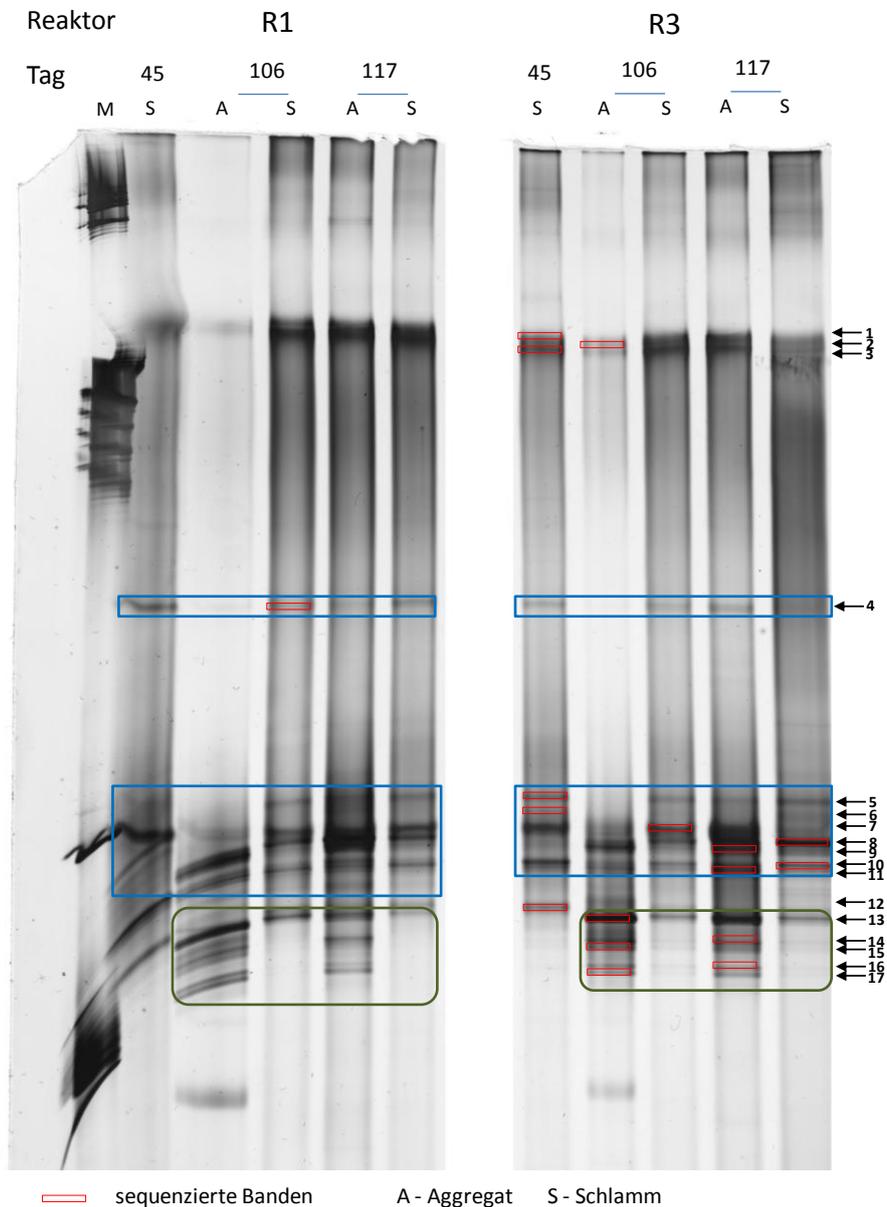
Das heißt, dass an Tag 85 rund 2846 Aggregate pro Milliliter und an Tag 117 rund 6504 Aggregate pro Milliliter zu finden sind.

Im Vergleich zu der Mikroskopiezählung sind die hier erhaltenen Werte halb so groß. Die Gründe dafür sind die Folgenden. Zum einen konnte die Höhe der durchstrahlten Probe nur geschätzt werden. Schon kleine Änderungen in dieser wirken sich sehr stark auf die berechnete Aggregatanzahl aus. Zum anderen konnte in den Bildern nicht genau unterschieden werden zwischen Aggregat und Schwebeteilchen. So ist es möglich, dass einige Aggregate nicht mitgezählt wurden. Die gezählten Aggregate waren zwischen 100  $\mu\text{m}$  und 289  $\mu\text{m}$  groß.

Für die Sonde gibt es auch ein Programm mit dem man die aufgenommenen Bilder auswerten kann. Jedoch ist eine Auswertung mit diesem noch nicht vollständig für Aggregate geeignet. Hier muss zunächst eine Überarbeitung erfolgen, damit bei späteren Versuchen auch Aggregate problemlos erkannt werden können.

## 4.4 Molekularbiologische Analysen

Die molekularbiologischen Analysen sollten neben den anderen durchgeführten Analysen zeigen, ob die Bildung der Aggregate den Prozess stabilisieren kann. Abbildung 31 zeigt die DGGE Fingerprint-Analyse ausgewählter Aggregat- und Schlammproben für Reaktor 1 und 3 für methanogene Archaea.



**Abb. 31: Bandenmuster der methanogenen Archaea für ausgewählte Aggregat- und Schlammproben**

Die Sequenzen der Banden in den blauen Kästchen konnten der Spezies *Methanosaeta concilii* zugeordnet werden. Diese Archaea sind acetoklastisch, das heißt sie verwenden Essigsäure zur Bildung von Methan. Die grünen Kästchen zeigen Banden deren Sequenzen der Spezies *Methanospirillum hungatei* zugeordnet wurden. Diese Archaea sind hydrogenotroph, das heißt sie bilden Methan aus Wasserstoff und Koh-

lenstoffdioxid. Im Schlamm sind vorwiegend die acetoklastischen Archaea zu finden. In den Aggregaten hingegen ist die Abundanz der hydrogenotrophen Archaea höher. Da diese in den gebildeten Aggregaten geschützt sind, wird davon ausgegangen, dass der Wasserstoffpartialdruck abnimmt. Weniger Wasserstoff bedeutet, dass die acetoklastischen Bakterien ihre Arbeit verrichten können und somit die organischen Säuren gebunden werden. Somit wird deutlich, dass die Aggregatbildung den Prozess der Gärung stabilisiert.

## 5. Maßstabsübertragung

Für die Maßstabsübertragung wurden einige Annahmen getroffen. Dazu zählen die Preise für Rapsöl und Calciumoxid. Für Rapsöl wurde von einem Einkaufspreis von 1,00 € pro Liter ausgegangen. Für Calciumoxid wurde ein Einkaufspreis von 200 € pro t angenommen. Die in der Technikumsanlage verwendeten höchsten Raumbelastungen werden auch für die Maßstabsübertragung benutzt. Das heißt die Hochrechnungen erfolgen einmal für  $6 \text{ kg oTS m}^{-3} \text{ d}^{-1}$  und einmal für  $9,1 \text{ kg oTS m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ . In Tabelle 7 sind die erforderlichen Mengen sowohl für die Technikumsanlage als auch für die Faultürme dargestellt.

**Tabelle 7: Täglich zu verwendende Mengen an Rapsöl, Rohschlamm und Calciumoxid für die Technikumsanlage und die Faultürme**

	Technikumsanlage		Faultürme	
	6 kg oTS/m <sup>3</sup> d	9,1 kg oTS/m <sup>3</sup> d	6 kg oTS/m <sup>3</sup> d	9,1 kg oTS/m <sup>3</sup> d
Rapsöl [kg/d]	0,922	1,48	19875,2	44675,2
Calciumoxid [kg/d]	0,108	0,108	4800	4800
Rohschlamm [kg/d]	4,5	4,5	800.000	800.000

Die in Tabelle 7 dargestellten Daten gelten jedoch für nur einen Reaktor bzw. Faulturm. Zunächst wird die Menge an CaO betrachtet. Für diese wurde von der höchsten Dosis ausgegangen, die den Versuchsreaktoren zugegeben wurde ( $600 \text{ mg l}^{-1}$ ). Somit ergibt sich pro Faulturm eine Menge von 4800 kg. Bei drei Faultürmen wären das 14.400 kg pro Tag, für die ein Einkaufspreis von 2880 € gelten würde. Geht man nun davon aus, dass eine solche CaO-Zugabe zweimal pro Woche erfolgen muss, dann wären das pro Jahr 299.520 €.

Die tägliche Menge an Rapsöl liegt bei rund 19.900 kg für eine Raumbelastung von 6 und bei rund 45.000 kg für eine Raumbelastung von 9,1. Berechnet man auch hier den Einkaufspreis für drei Türme, dann würde dieser bei circa 64.811 € bzw. 145.680 € liegen. Diese Preise gelten jedoch nur für einen Tag. Für ein Jahr würden sich folgende Summen ergeben: 23,66 Mio. € bzw. 53,17 Mio. €.

Diese Zahlen sind für ein Unternehmen, das wirtschaftlich optimal laufen soll, zu hoch. Während der Preis für das Calciumoxid mit rund 300.000 € pro Jahr vertretbar ist, ist dies für den Rapsölpreis nicht der Fall. Hier würden Kosten und Nutzen nicht miteinander vereinbar sein. Die Lösung für dieses Problem wäre die Nutzung von Abfällen aus der Lebensmittelindustrie. Dazu zählen zum Beispiel die Frittierfette aus Restaurants und Kantinen oder auch Restbestände an Speiseölen. Die Nutzung dieser Abfälle wäre für beide Seiten von Vorteil. Die Kläranlagenbetreiber könnten die Abfälle als Co-Substrate verwenden und müssten die Co-Substrate nicht teuer einkaufen. Die

Betreiber der Kantinen und Restaurants müssten sich über die Entsorgung der Abfälle keine Gedanken machen und diese teuer bezahlen.

Eine Übertragung vom Technikumsmaßstab auf die Großanlage ist möglich. Jedoch sollte vorher genau kalkuliert werden, welche Mengen an Rapsöl und Calciumoxid benötigt werden und welche Alternativen es für Rapsöl gibt.

## **6. Zusammenfassung und Ausblick**

Diese Arbeit hat einige neue Erkenntnisse hervorgebracht bzw. bereits bestehende bestätigt. Nachfolgend sollen die wichtigsten Erkenntnisse aufgeschrieben und die folgenden Fragen beantwortet werden.

- Wirkt sich eine Aggregatbildung stabilisierend auf einen Hochlastbetrieb aus?
- Kann die Aggregatbildung optisch verfolgt werden?
- Ist es möglich den Hochlastbetrieb über einen längeren Zeitraum aufrecht zu erhalten?

Zunächst zur Frage der stabilisierenden Wirkung der Aggregatbildung in einem Hochlastbetrieb. Bereits Kleyböcker (Kleyböcker, 2012) hat auf die stabilisierende Wirkung der Calciumoxid-Zugabe und der damit verbundenen Aggregatbildung hingewiesen. In dieser Arbeit konnte diese Stabilisierung bestätigt werden. Durch die Zugabe des Calciumoxides und der damit verbundenen Aggregatbildung, wurden die organischen Säuren weniger, da sie in den Aggregaten gebunden wurden und der Prozess stabilisierte sich weitestgehend. Jedoch machte der niedrige pH-Wert Schwierigkeiten und konnte auch trotz der Kalkzugabe nur minimal erhöht werden. Wieso diese Schwierigkeiten mit dem pH-Wert auftraten, konnte nicht ausreichend geklärt werden. In vorigen Versuchsreihen (Döring, 2013), (Reinecke, 2015) gab es damit keine Probleme. Es ist möglich, dass die zugegebenen Substrate eine sehr niedrige Pufferkapazität besaßen und damit den pH nicht ausreichend puffern konnten.

Die Frage nach der optischen Verfolgung der Aggregatbildung konnte geklärt werden. Es ist durch geeignete Hard- und Software möglich die Aggregatbildung zu verfolgen. Eine Auswertung der so erhaltenen Daten erweist sich jedoch noch als problematisch. Hier müssen weitere Überarbeitungen im Bereich der Software erfolgen. Es ist allerdings auch möglich diese Bildung auf dem Weg der Mikroskopie zu verfolgen. Dazu müssten täglich mehrmals Proben genommen und mikroskopisch untersucht werden. Die so erhaltenen Daten können dann ebenfalls ein gutes Bild der Aggregatbildung liefern. Mit ihnen könnte so zum Beispiel verfolgt werden, wie sich die Fütterung auf die bereits vorhandenen Aggregate auswirkt. Außerdem könnte man verfolgen, wie lange es dauert bis sich die ersten Aggregate bilden und wann sie sich wieder auflösen.

Die Frage, ob so ein Hochlastbetrieb auch über einen längeren Zeitraum aufrecht erhalten werden kann, konnte beantwortet werden. Die Möglichkeit dafür besteht. Ob das Erreichen der gewünschten Raumbelastung durch eine langsame oder eine schnelle Steigerung erreicht wird, muss vorher genau durchdacht werden. Beide Varianten sind möglich.

Die in dieser Arbeit erhaltenen Erkenntnisse zeigen, dass eine weitere Untersuchung des Themas durchaus sinnvoll ist. So wäre es gut eine erneute Versuchsreihe mit einer Raumbelastung von bis zu  $10 \text{ kg oTS m}^{-3} \text{ d}^{-1}$  durchzuführen. Dieses Mal jedoch nur für eine schnelle Erhöhung dieser. Denn die Ergebnisse zeigen, dass eine langsame Erhöhung sehr gut funktioniert und es dabei kaum Probleme gibt. Des Weiteren könnte eine neue Versuchsreihe eventuell Erkenntnisse darüber liefern, wieso der pH-Wert solche Probleme bereitete.

In neuen Untersuchungen könnten die gebildeten Aggregate noch weiter untersucht werden. So wäre es zum Beispiel gut zu wissen unter welchen Bedingungen sie sich wieder auflösen. Ein erneuter Einsatz der Sopat-Sonde wäre hier möglich, um genau diese Auflösung bzw. Bildung zu verfolgen.

## Summary

This work created some new realizations respectively confirmed already existing ones. Following the most important realizations will be written down and following questions will be answered.

- Does aggregate formation have a stabilizing effect on a high performance operation?
- Can aggregate formation traced visually?
- Is it possible to retain high performance operation over a longer period?

At first the question of the stabilizing effect of aggregate formation in a high performance operation. Kleyböcker (Kleyböcker, 2012) pointed out the stabilizing impact of lime addition and the associated aggregate formation. In this work the stabilization was confirmed. Due to addition of calcium oxide and the associated aggregate formation, the organic acids lessened because they were bound in the aggregates and the process stabilized as far as possible. However the low pH-value raised trouble and could only increased minimally despite lime addition. Why these difficulties with the pH-value occurred couldn't be clarified sufficiently. There were no issues in previous series of experiments (Döring, 2013), (Reinecke, 2015). It is possible that the added substrates had a very low buffering capacity and thereby couldn't buffer the pH-value sufficiently.

The question of visual tracing of the aggregate formation could be clarified. It is possible to monitor the aggregate formation by suitable hardware and software. However an evaluation of data thus obtained is still proved problematic. Further revisions in the software area have to be made. It is however also possible to monitor these aggregation with the help of microscopy. For this purpose samples daily have to be taken and have to be analyzed microscopically. The data thus obtained can provide also a good picture of the aggregate formation. They can be used to monitor how the feeding affects already existing aggregates. Furthermore it is possible to trace how long it take to form the first aggregates and when they will dissolve.

The question whether a high performance operation can be retained over a longer period can be answered. The possibility exists. There has to be deliberations whether the achievement of the desired organic loading rate will be achieved by a slow or a rapid increase. Both varieties are possible.

The realizations obtained in this thesis show that a further study of the subject is quite useful. It would be wise to perform another study with an organic loading rate of  $10 \text{ kg oTS m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ . However this time only with a rapid increase of the organic loading rate. The results show that a slow increase works really well and there are hardly any prob-

lems. Furthermore a new series of experiments might provide insights why the pH-value caused such issues.

The formed aggregates can be determined further in new studies. For example, it will be good to know under which conditions they dissolve. A renewed use of the Sopat probe would be possible to monitor these dissolution respectively formation.

## Literaturverzeichnis

**ATV-Fachausschuss, 7.5. 1990.** *Anaerobe Verfahren zur Behandlung von Industrieabwässern.* 1990.

**Bischofsberger, W., et al. 2005.** *Anaerobtechnik.* Berlin Heidelberg : Springer-Verlag, 2005.

**Bundesamt, Statistisches. 2016.** Destatis: Statistisches Bundesamt. [Online] 2016. [Zitat vom: 14.09.2016. September 2016.]  
<https://www.destatis.de/DE/ZahlenFakten/Wirtschaftsbereiche/Energie/Erzeugung/Tabellen/Bruttostromerzeugung.html>.

**Deublein, D. und Steinhauser, A. 2008.** *Biogas from waste and renewable resources.* Weinheim : Wiley-VCH Verlag, 2008.

**Döring, Sophie. 2013.** Untersuchungen zur Etablierung einer Hochlastfermentation auf dem Klärwerk Leipzig-Rosental. *Masterarbeit.* Merseburg : s.n., 2013.

**Fraunhofer, IGB. 2009.** *Energieeffiziente Kläranlagen - Hochlastfaulung für Klärschlamm.* Stuttgart : s.n., 2009.

**Gleis, Stefan. 2017.** Renewable Energy Concepts. [Online] 2017.  
<http://www.renewable-energy-concepts.com/german/bioenergie/biogas-basiswissen/mesophil-thermophil.html>.

**Gujer, W. und Zehnder, A. 1983.** Conversion processes in anaerobic digestion. *Water Science and Technology.* 1983, 15.

**Hilse, H., et al. 2014.** Biogasanlagen von der Konzeption bis zur Realisierung aus einer Hand. *Innovative Technologien zur Erzeugung und Verwertung von Biogas.* Dresden : GICON Holding GmbH, 2014.

**Kajimura, Ryotaro, Kirrmann, Sven und Müller, Alena. 2017.** Agentur für erneuerbare Energien. *Biogas.* [Online] 2017. <https://www.unendlich-viel-energie.de/erneuerbare-energie/bioenergie/biogas2>.

**Kim, J., et al. 2006.** Effects of temperature and hydraulic retention time on anaerobic digestion of food waste. *Journal of Bioscience and Bioengineering.* 2006, Bd. 4, 102.

**Kleyböcker, Anne. 2012.** Entwicklung neuer Verfahren der Prozesssteuerung in Co-Vergärungsanlagen der Abfallwirtschaft. *Dissertation.* Berlin : s.n., 2012.

**Kommunale Wasserwerke Leipzig, GmbH. 2012.** Klärwerk Rosental: Seit 1894 - Abwasser, das sich gewaschen hat. Leipzig : s.n., 2012.

**LVV Leipziger Versorgungs- und Verkehrsgesellschaft mbH. 2015.** LVV - Nachhaltige Infrastruktur. [Online] 2015.  
[www.lvv.de/gb/strategie/konzerngeschaeftsbericht-2/](http://www.lvv.de/gb/strategie/konzerngeschaeftsbericht-2/).

**Mudrack, K. und Kunst, S. 2003.** *Biologie der Abwasserreinigung.* Berlin : Spektrum Akademischer Verlag Heidelberg, 2003.

**Muyzer, G und De Waal, EC. 1993.** *Profiling of complex microbial populations by denaturing gradient gel electrophoresis analysis of polymerase chain reaction-amplified genes coding for 16S rRNA.* s.l. : Uitterlinden AG, 1993.

**Reinecke, Tim. 2015.** Erprobung eines Verfahrens zur Leistungssteigerung bei der Co-Vergärung und Analyse der Auswirkungen auf die Entwässerbarkeit (KA-Rosental). *Masterarbeit.* 2015.

**Röske, I. und Uhlmann, D. 2005.** *Biologie der Wasser- und Abwasserbehandlung.* Stuttgart : Verlag Eugen Ulmer, 2005.

**Schink, B. 1997.** Energetics of syntrophic cooperation in methanogenic degradation. *Microbiology and Molecular Biology* . 1997, Bd. 2, 61.

**Schmelz, Karl-Georg. 2000.** *Co-Vergärung von Klärschlämmen und Bioabfällen.* Berlin : Rhombos-Verlag, 2000.

**Voigt, David. 2013.** Masterarbeit. *Wissenschaftlich - technische Untersuchung zur Etablierung einer Hochlastfermentation auf dem Klärwerk Leipzig - Rosental.* Merseburg : s.n., 2013.

## Anhang

### Ablaufplan

Datum	Phase	Reaktor 1	Reaktor 2	Reaktor 3	Reaktor 4
Donnerstag 14.04.2016 Freitag 15.04.2016 Samstag 16.04.2016 Sonntag 17.04.2016	Neubefüllung/ Inbetriebnahme	6,3 kg/d Rohschlamm			
Montag 18.04.2016 Dienstag 19.04.2016 Mittwoch 20.04.2016 Donnerstag 21.04.2016 Freitag 22.04.2016 Samstag 23.04.2016 Sonntag 24.04.2016	$B_R = 1,2 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 25 Tage	6,3 kg/d Rohschlamm			
Montag 25.04.2016 Dienstag 26.04.2016 Mittwoch 27.04.2016 Donnerstag 28.04.2016 Freitag 29.04.2016 Samstag 30.04.2016 Sonntag 01.05.2016		6,3 kg/d Rohschlamm			
Montag 02.05.2016 Dienstag 03.05.2016 Mittwoch 04.05.2016 Donnerstag 05.05.2016 Freitag 06.05.2016 Samstag 07.05.2016 Sonntag 08.05.2016		6,3 kg/d Rohschlamm			
Montag 09.05.2016 Dienstag 10.05.2016 Mittwoch 11.05.2016 Donnerstag 12.05.2016 Freitag 13.05.2016 Samstag 14.05.2016 Sonntag 15.05.2016	Adaptionsphase Zugabe von Rapsöl	5,42 kg/d Rohschlamm + 36 g Rapsöl			
Montag 16.05.2016 Dienstag 17.05.2016 Mittwoch 18.05.2016 Donnerstag 19.05.2016 Freitag 20.05.2016 Samstag 21.05.2016 Sonntag 22.05.2016	$B_R = 1,2 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 21 Tage	5,42 kg/d Rohschlamm + 36 g Rapsöl			

Montag	23.05.2016		5,42 kg/d Rohschlamm + 36 g Rapsöl	
Dienstag	24.05.2016			
Mittwoch	25.05.2016			
Donnerstag	26.05.2016			
Freitag	27.05.2016			
Samstag	28.05.2016			
Sonntag	29.05.2016			
Montag	30.05.2016	Hochlast	$B_R = 2,3 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 256 g Rapsöl	$B_R = 2,3 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 256 g Rapsöl
Dienstag	31.05.2016			
Mittwoch	01.06.2016	1. Stufe		
Donnerstag	02.06.2016	14 Tage		
Freitag	03.06.2016			
Samstag	04.06.2016			
Sonntag	05.06.2016			
Montag	06.06.2016		$B_R = 2,3 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 256 g Rapsöl	$B_R = 2,3 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 256 g Rapsöl
Dienstag	07.06.2016			
Mittwoch	08.06.2016			
Donnerstag	09.06.2016			
Freitag	10.06.2016			
Samstag	11.06.2016			
Sonntag	12.06.2016			
Montag	13.06.2016	2. Stufe	$B_R = 3,4 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 454 g Rapsöl	$B_R = 3,4 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 454 g Rapsöl
Dienstag	14.06.2016	7 Tage		
Mittwoch	15.06.2016			
Donnerstag	16.06.2016			
Freitag	17.06.2016			
Samstag	18.06.2016			
Sonntag	19.06.2016			
Montag	20.06.2016	3. Stufe	$B_R = 4,8 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 706 g Rapsöl	$B_R = 4,0 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 562 g Rapsöl
Dienstag	21.06.2016	7 Tage		
Mittwoch	22.06.2016			
Donnerstag	23.06.2016			
Freitag	24.06.2016			
Samstag	25.06.2016			
Sonntag	26.06.2016			
Montag	27.06.2016	4. Stufe	$B_R = 6,4 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 994 g Rapsöl	$B_R = 4,4 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 634 g Rapsöl
Dienstag	28.06.2016	7 Tage		
Mittwoch	29.06.2016			
Donnerstag	30.06.2016			
Freitag	01.07.2016			
Samstag	02.07.2016			
Sonntag	03.07.2016			

Montag	04.07.2016	5. Stufe 21 Tage	$B_R = 7,3 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 1156 g Rapsöl	$B_R = 4,8 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 706 g Rapsöl
Dienstag	05.07.2016			
Mittwoch	06.07.2016			
Donnerstag	07.07.2016			
Freitag	08.07.2016			
Samstag	09.07.2016			
Sonntag	10.07.2016			
Montag	11.07.2016		$B_R = 7,3 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 1156 g Rapsöl	$B_R = 4,8 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 706 g Rapsöl
Dienstag	12.07.2016			
Mittwoch	13.07.2016			
Donnerstag	14.07.2016			
Freitag	15.07.2016			
Samstag	16.07.2016			
Sonntag	17.07.2016			
Montag	18.07.2016		$B_R = 7,3 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 1156 g Rapsöl	$B_R = 4,8 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 706 g Rapsöl
Dienstag	19.07.2016			
Mittwoch	20.07.2016			
Donnerstag	21.07.2016			
Freitag	22.07.2016			
Samstag	23.07.2016			
Sonntag	24.07.2016			
Montag	25.07.2016	6. Stufe 7 Tage	$B_R = 8,2 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 1318 g Rapsöl	$B_R = 5,2 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 778 g Rapsöl
Dienstag	26.07.2016			
Mittwoch	27.07.2016			
Donnerstag	28.07.2016			
Freitag	29.07.2016			
Samstag	30.07.2016			
Sonntag	31.07.2016			
Montag	01.08.2016	7. Stufe 14 Tage	$B_R = 9,1 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 1480 g Rapsöl	$B_R = 5,6 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 850 g Rapsöl
Dienstag	02.08.2016			
Mittwoch	03.08.2016			
Donnerstag	04.08.2016			
Freitag	05.08.2016			
Samstag	06.08.2016			
Sonntag	07.08.2016			
Montag	08.08.2016		$B_R = 9,1 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 1480 g Rapsöl	$B_R = 5,6 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 850 g Rapsöl
Dienstag	09.08.2016			
Mittwoch	10.08.2016			
Donnerstag	11.08.2016			
Freitag	12.08.2016			
Samstag	13.08.2016			
Sonntag	14.08.2016			

Montag	15.08.2016	8. Stufe 56 Tage	$B_R = 9,1$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg RS + 1480 g Rapsöl	$B_R = 9,1$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg Rohschlamm + 1480 g Rapsöl	$B_R = 6,0$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg Rohschlamm + 922 g Rapsöl
Dienstag	16.08.2016		$B_R = 8,2$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg RS + 1318 g Rapsöl		
Mittwoch	17.08.2016				
Donnerstag	18.08.2016				
Freitag	19.08.2016				
Samstag	20.08.2016				
Sonntag	21.08.2016				
Montag	22.08.2016		$B_R = 8,2$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg Rohschlamm + 1318 g Rapsöl	$B_R = 9,1$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg Rohschlamm + 1480 g Rapsöl	$B_R = 6,0$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg Rohschlamm + 922 g Rapsöl
Dienstag	23.08.2016				
Mittwoch	24.08.2016				
Donnerstag	25.08.2016				
Freitag	26.08.2016				
Samstag	27.08.2016				
Sonntag	28.08.2016				
Montag	29.08.2016		$B_R = 8,2$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg Rohschlamm + 1318 g Rapsöl	$B_R = 9,1$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg Rohschlamm + 1480 g Rapsöl	$B_R = 6,0$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg Rohschlamm + 922 g Rapsöl
Dienstag	30.08.2016				
Mittwoch	31.08.2016				
Donnerstag	01.09.2016				
Freitag	02.09.2016				
Samstag	03.09.2016				
Sonntag	04.09.2016				
Montag	05.09.2016		$B_R = 8,2$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg Rohschlamm + 1318 g Rapsöl	$B_R = 9,1$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg RS + 1480 g Rapsöl	$B_R = 6,0$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg Rohschlamm + 922 g Rapsöl
Dienstag	06.09.2016				
Mittwoch	07.09.2016			$B_R = 8,2$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg RS + 1318 g Rapsöl	
Donnerstag	08.09.2016				
Freitag	09.09.2016				
Samstag	10.09.2016				
Sonntag	11.09.2016				
Montag	12.09.2016		$B_R = 8,2$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg Rohschlamm + 1318 g Rapsöl	$B_R = 6,0$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg Rohschlamm + 922 g Rapsöl	
Dienstag	13.09.2016				
Mittwoch	14.09.2016				
Donnerstag	15.09.2016				
Freitag	16.09.2016				
Samstag	17.09.2016				
Sonntag	18.09.2016				
Montag	19.09.2016		$B_R = 8,2$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg Rohschlamm + 1318 g Rapsöl	$B_R = 6,0$ kg/m <sup>3</sup> d 4,5 kg Rohschlamm + 922 g Rapsöl	
Dienstag	20.09.2016				
Mittwoch	21.09.2016				
Donnerstag	22.09.2016				
Freitag	23.09.2016				
Samstag	24.09.2016				
Sonntag	25.09.2016				

Montag	26.09.2016		$B_R = 8,2 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 1318 g Rapsöl	$B_R = 6,0 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 922 g Rapsöl
Dienstag	27.09.2016			
Mittwoch	28.09.2016			
Donnerstag	29.09.2016			
Freitag	30.09.2016			
Samstag	01.10.2016			
Sonntag	02.10.2016			
Montag	03.10.2016		$B_R = 8,2 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 1318 g Rapsöl	$B_R = 6,0 \text{ kg/m}^3\text{d}$ 4,5 kg Rohschlamm + 922 g Rapsöl
Dienstag	04.10.2016			
Mittwoch	05.10.2016			
Donnerstag	06.10.2016			
Freitag	07.10.2016			
Samstag	08.10.2016			
Sonntag	09.10.2016			

Sondenbilder

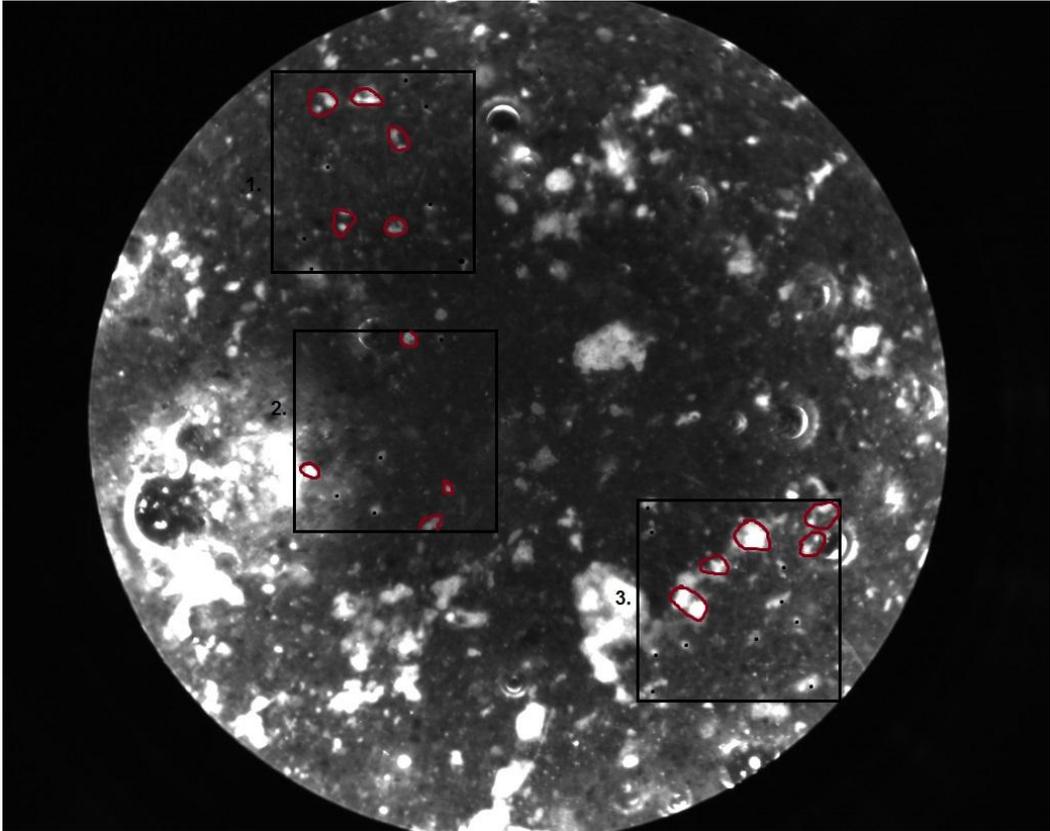


Abb. 32: Sondenbild von Versuchstag 85

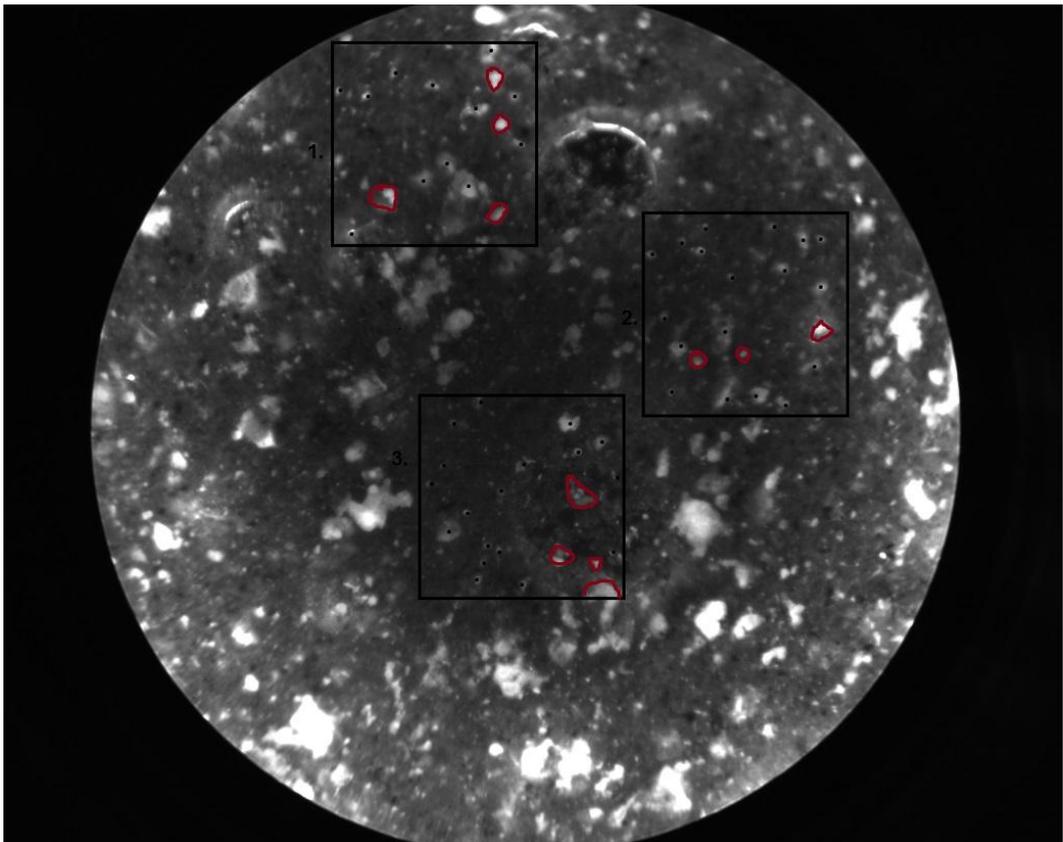
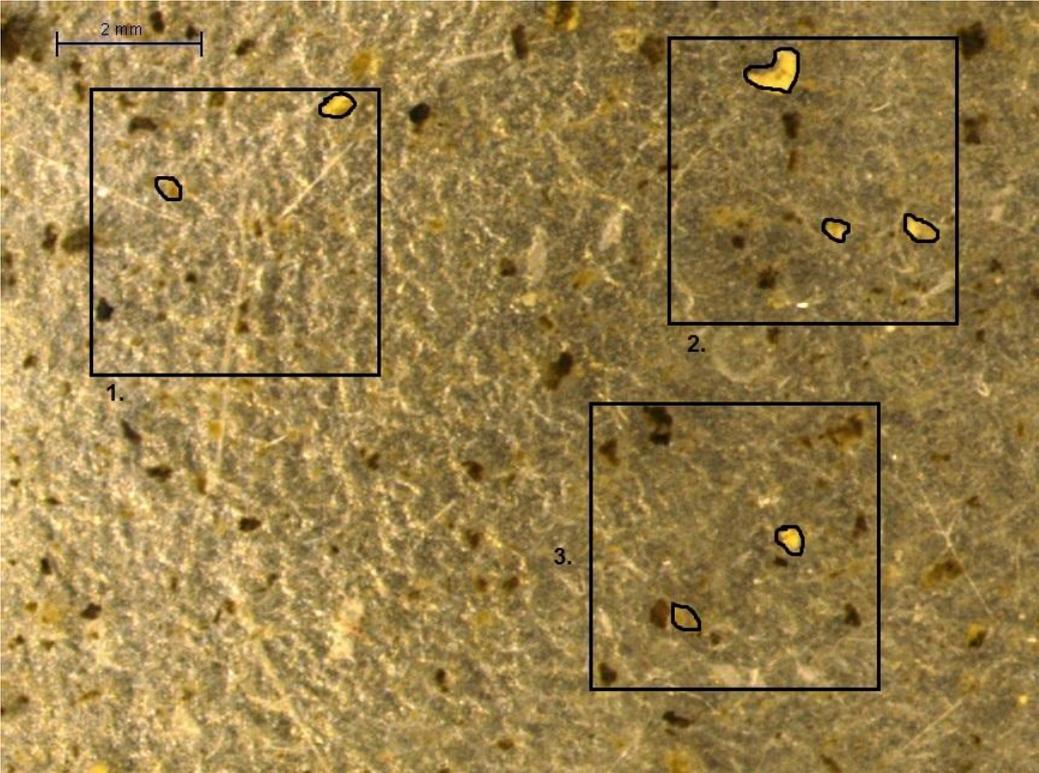
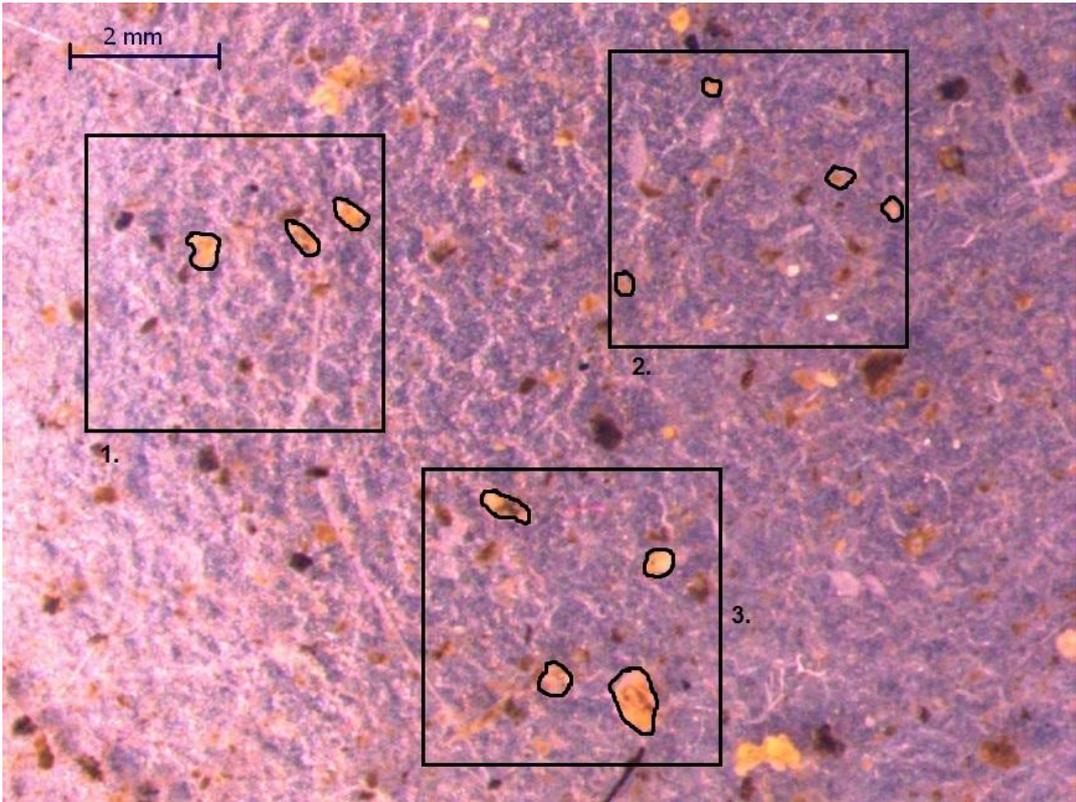


Abb. 33: Sondenbild von Versuchstag 117

**Mikroskopiebilder**



**Abb. 34: Mikroskop-Aufnahme der Probe von Tag 85 in einer 1:50 Verdünnung und 8-facher Vergrößerung (Bild 1)**



**Abb. 35: Mikroskop-Aufnahme der Probe von Tag 85 in einer 1:50 Verdünnung und 8-facher Vergrößerung (Bild 2)**

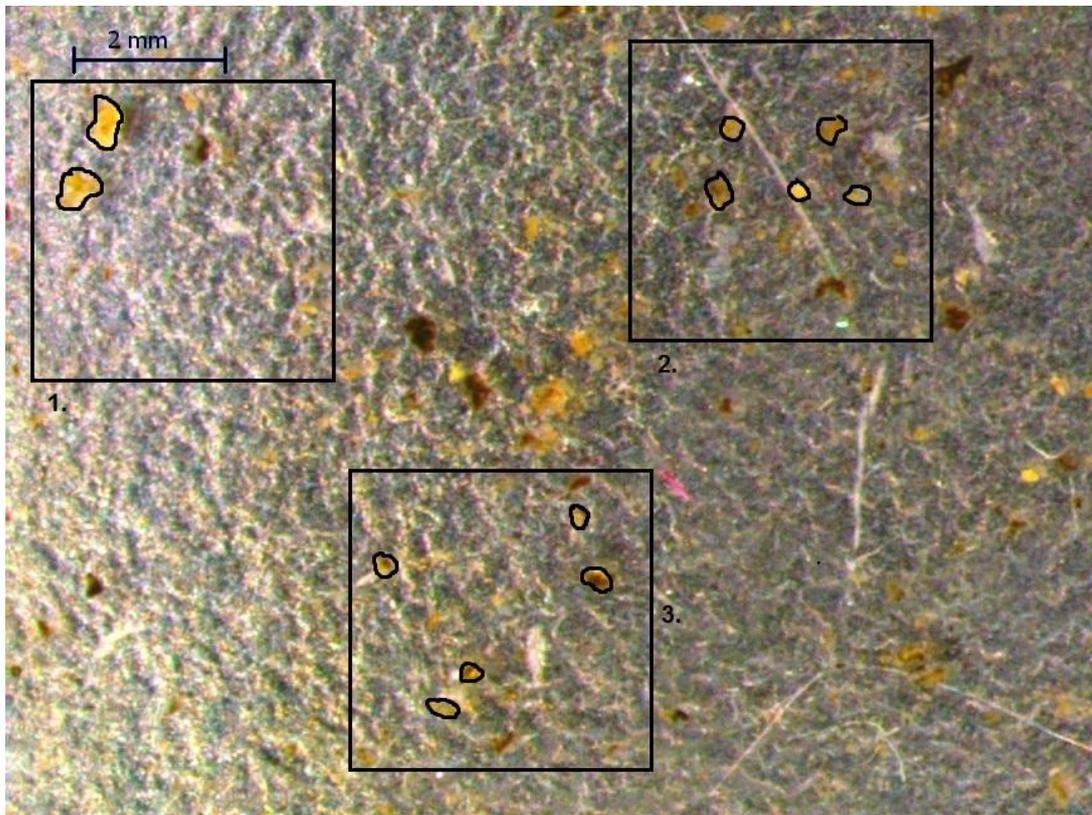


Abb. 36: Mikroskop-Aufnahme der Probe von Tag 85 in einer 1:100 Verdünnung und 8-facher Vergrößerung (Bild 1)

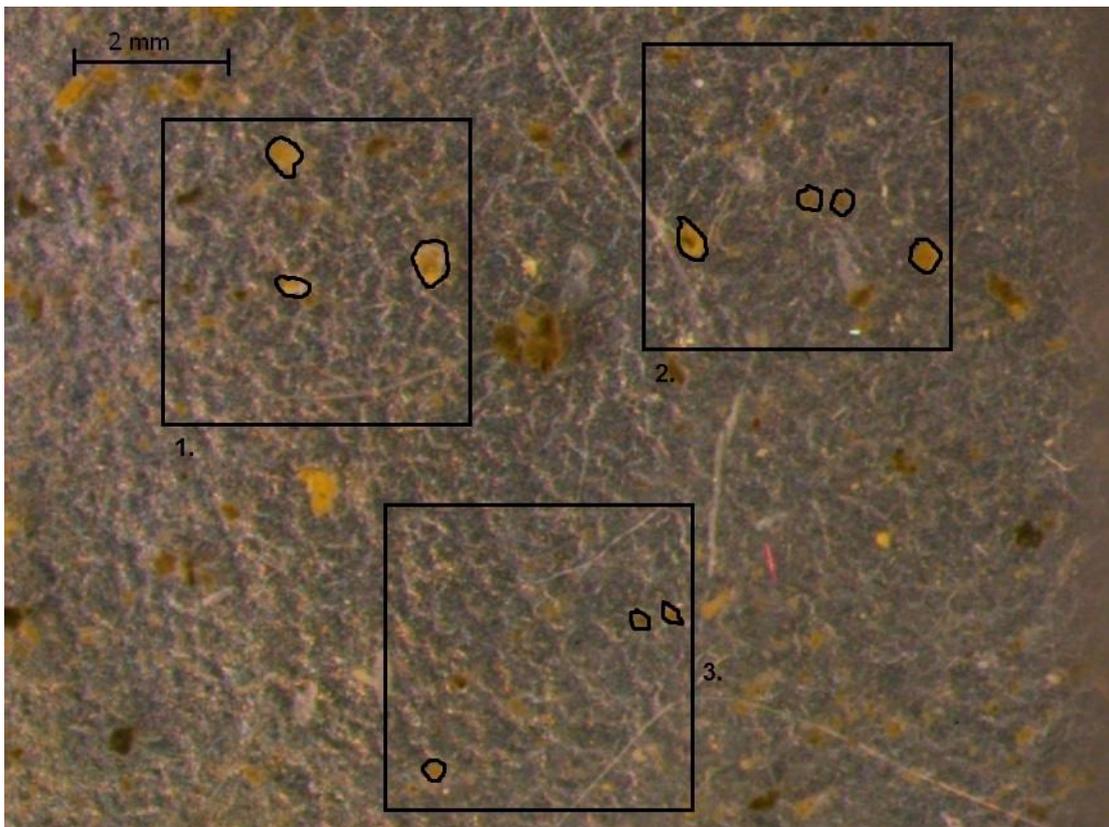


Abb. 37: Mikroskop-Aufnahme der Probe von Tag 85 in einer 1:100 Verdünnung und 8-facher Vergrößerung (Bild 2)

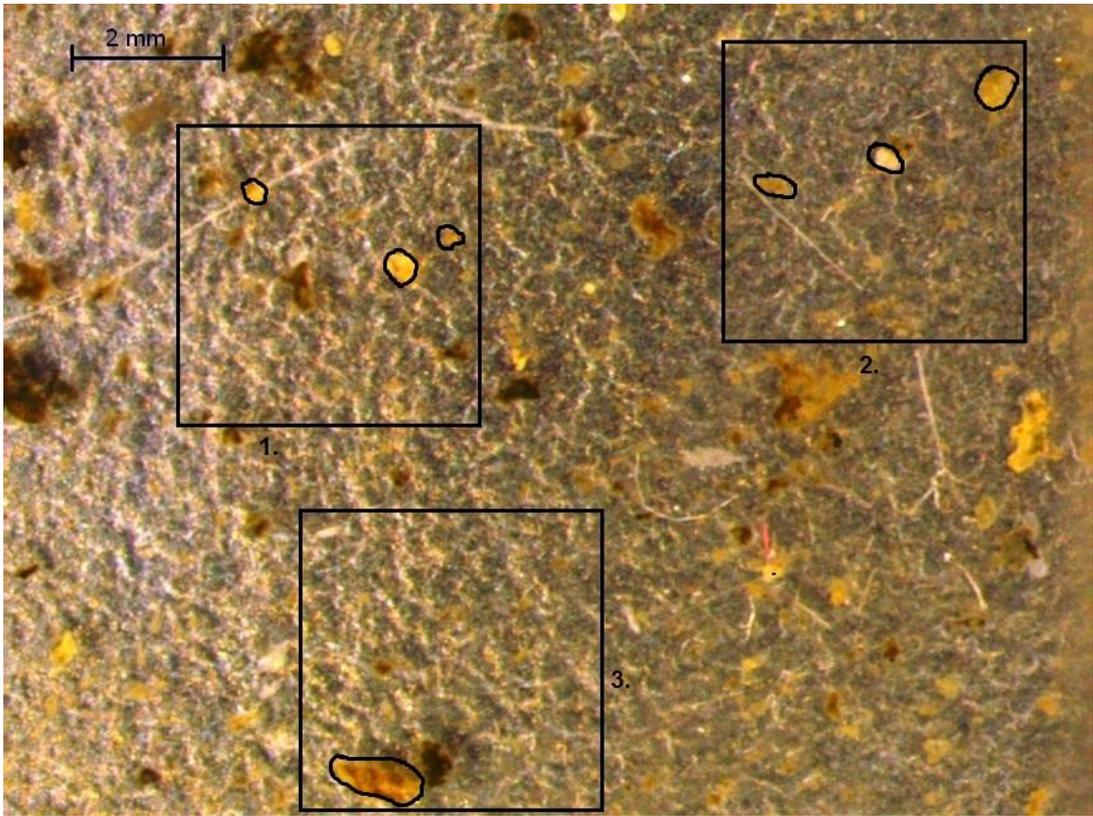


Abb. 38: Mikroskop-Aufnahme der Probe von Tag 85 in einer 1:100 Verdünnung und 8-facher Vergrößerung (Bild 3)

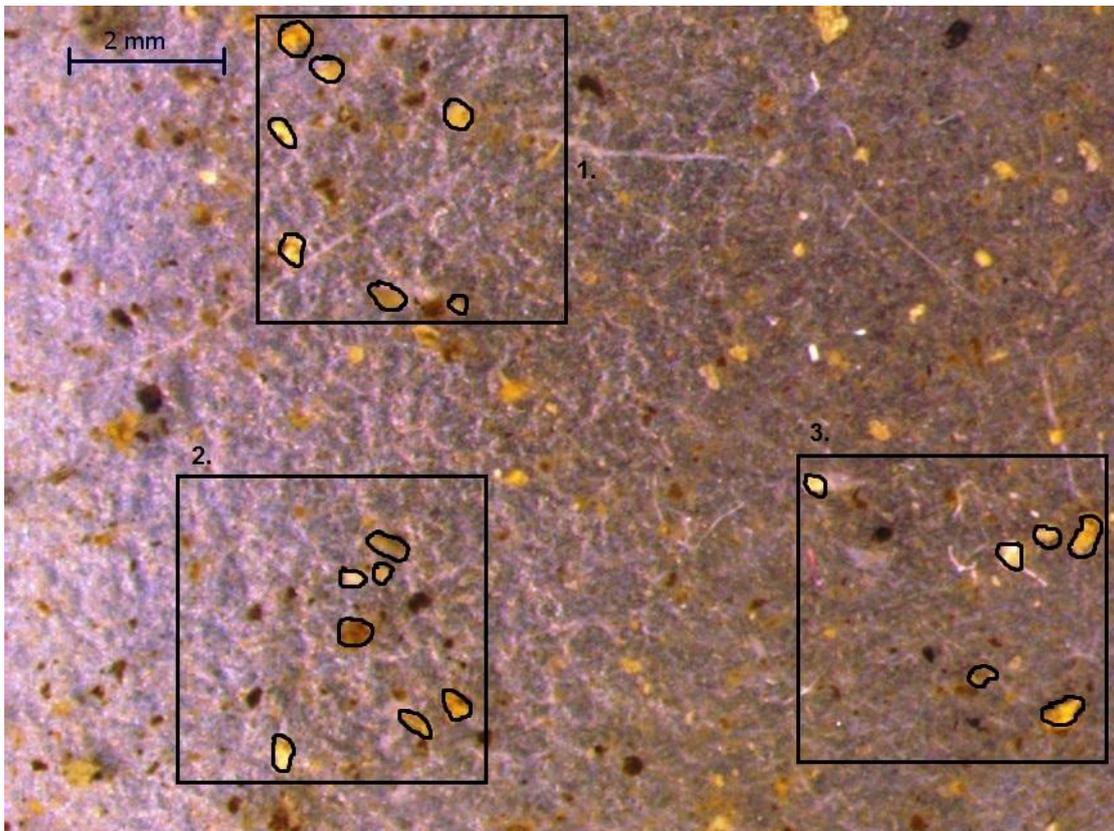


Abb. 39: Mikroskop-Aufnahme der Probe von Tag 117 in einer 1:50 Verdünnung und 8-facher Vergrößerung (Bild 1)

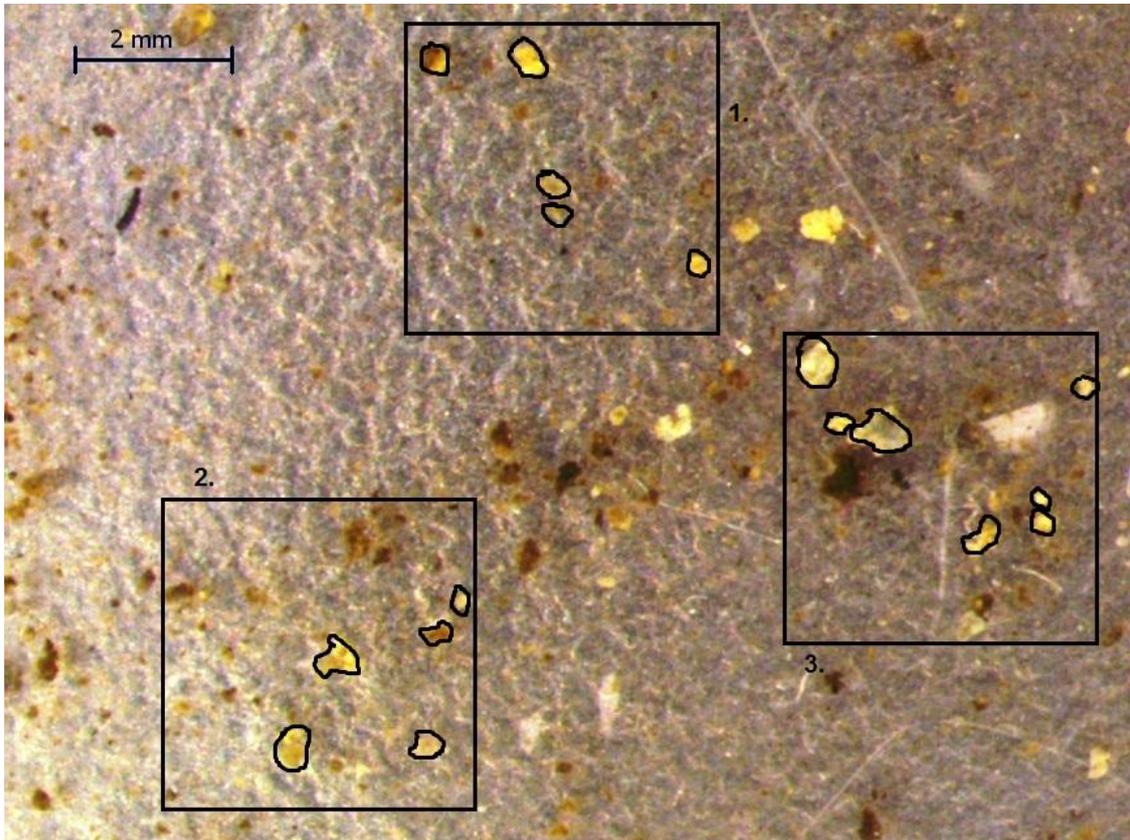


Abb. 40: Mikroskop-Aufnahme der Probe von Tag 117 in einer 1:50 Verdünnung und 8-facher Vergrößerung (Bild 2)

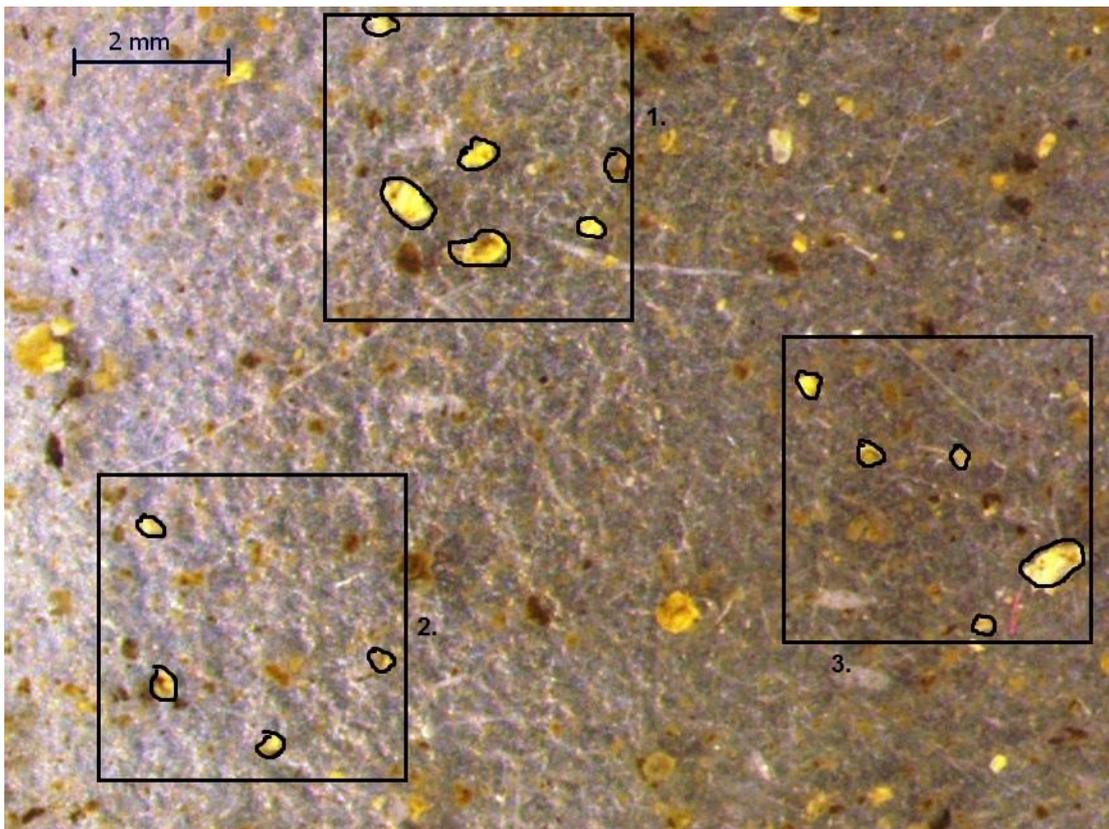


Abb. 41: Mikroskop-Aufnahme der Probe von Tag 117 in einer 1:50 Verdünnung und 8-facher Vergrößerung (Bild 3)

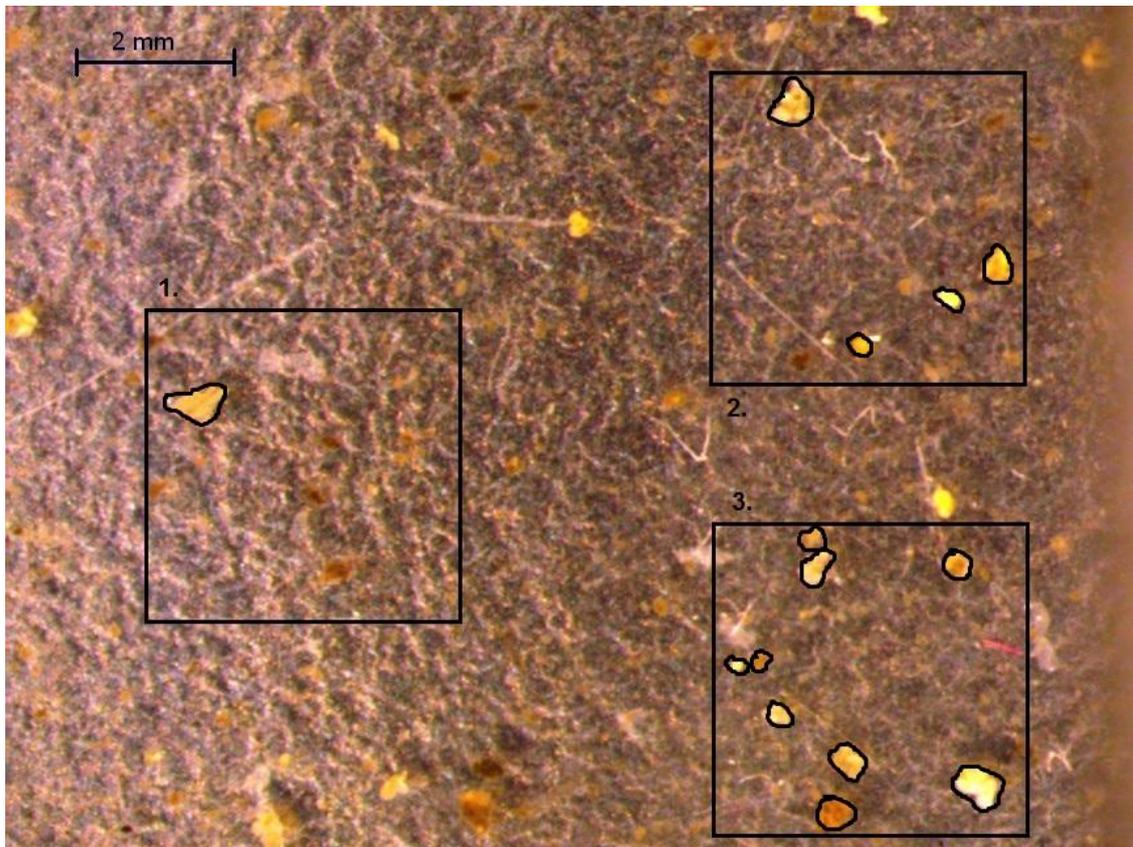


Abb. 42: Mikroskop-Aufnahme der Probe von Tag 117 in einer 1:100 Verdünnung und 8-facher Vergrößerung (Bild 1)

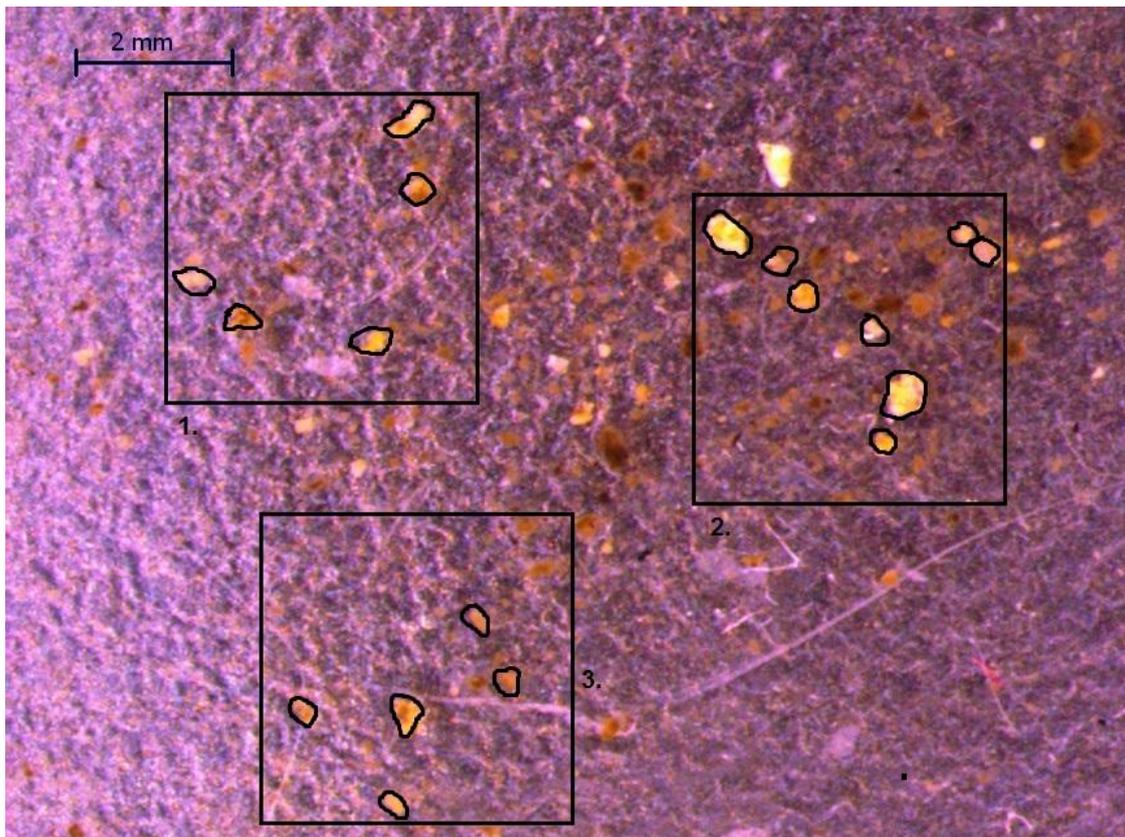


Abb. 43: Mikroskop-Aufnahme der Probe von Tag 117 in einer 1:100 Verdünnung und 8-facher Vergrößerung (Bild 2)

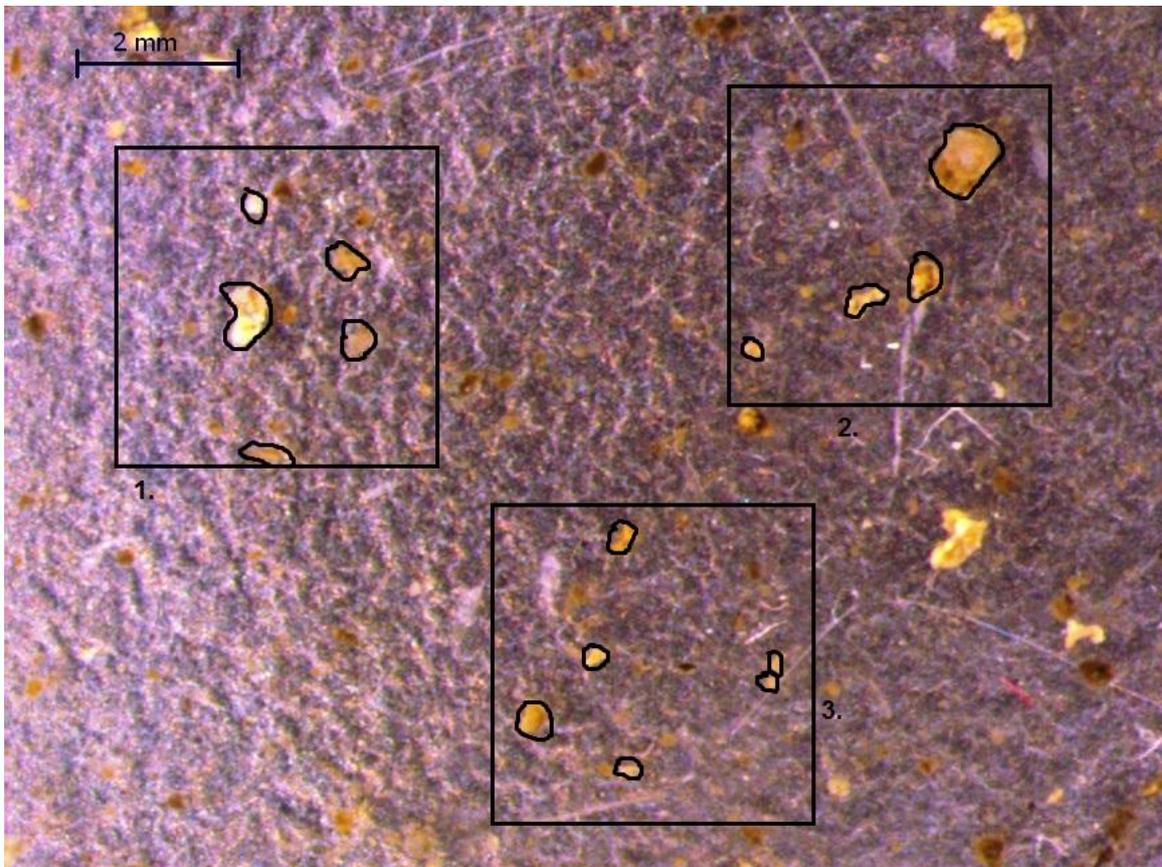


Abb. 44: Mikroskop-Aufnahme der Probe von Tag 117 in einer 1:100 Verdünnung und 8-facher Vergrößerung (Bild 3)

## Diagramme

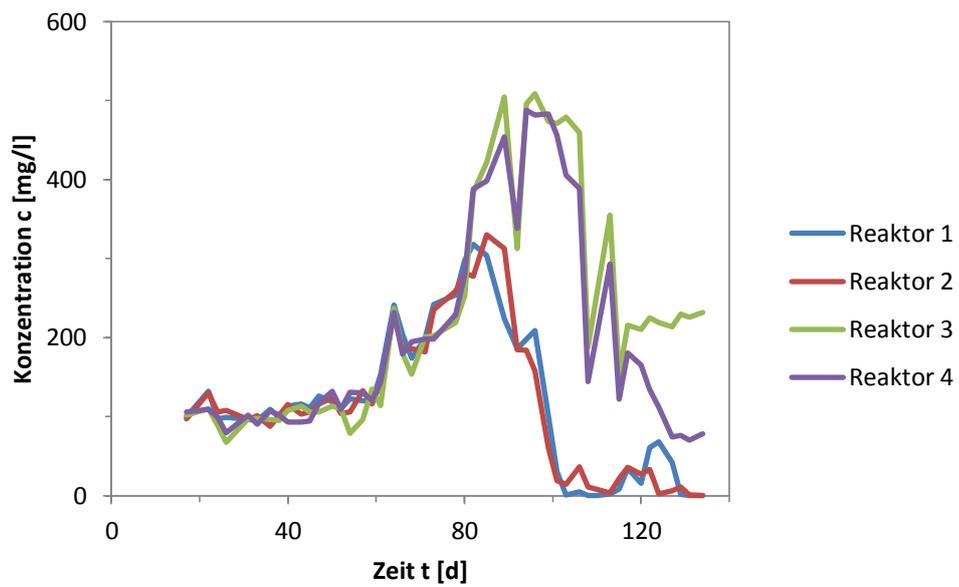


Abb. 45: Ammonium-Konzentration in allen Reaktoren

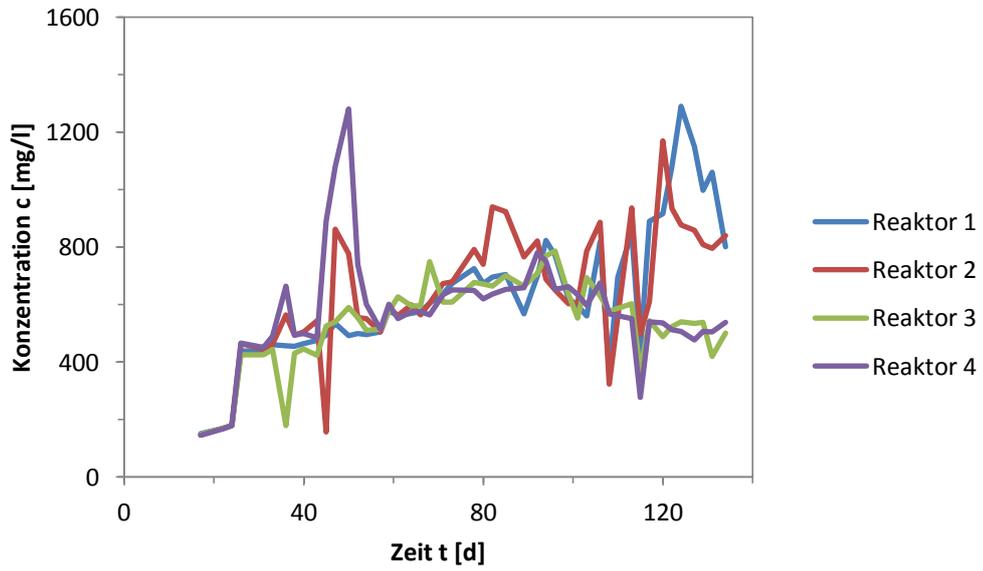


Abb. 46: CSB-Konzentrationen in allen Reaktoren

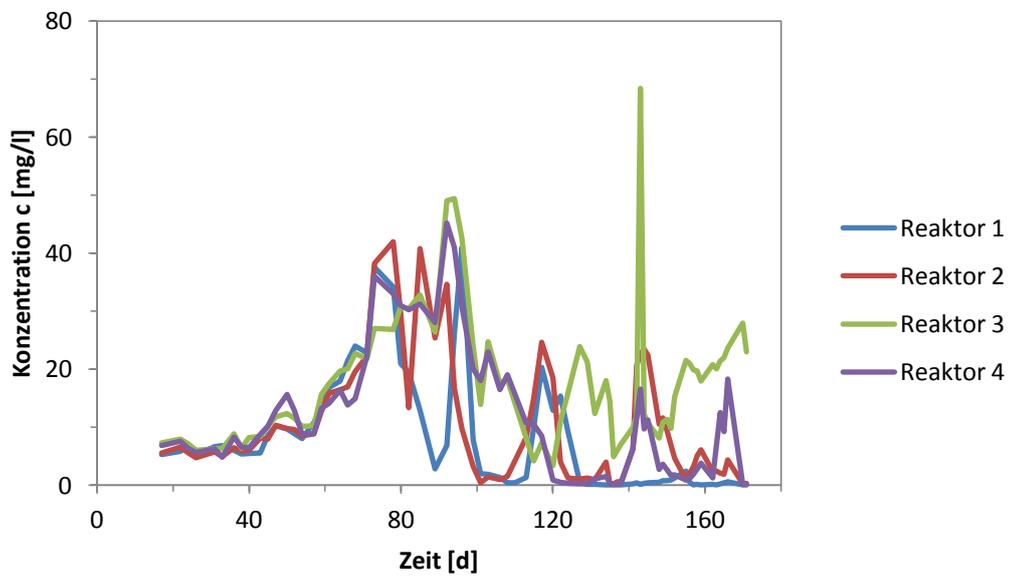


Abb. 47: ortho-Phosphat-Konzentration in allen Reaktoren

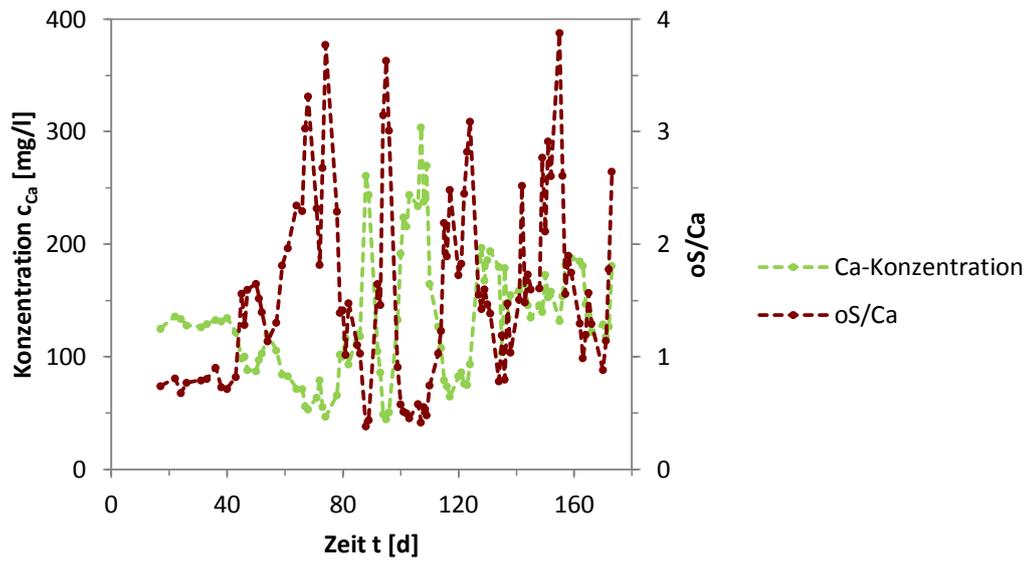


Abb. 48: Calcium-Konzentration und  $oS/Ca$ -Wert im Reaktor 1 für den gesamten Versuchszeitraum

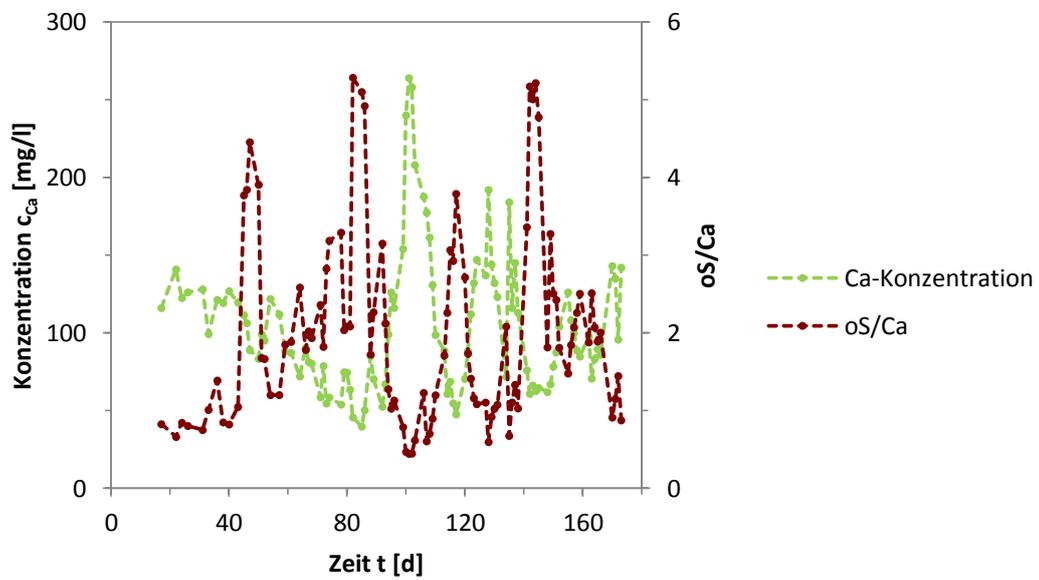


Abb. 49: Calcium-Konzentration und  $oS/Ca$ -Wert im Reaktor 2 für den gesamten Versuchszeitraum

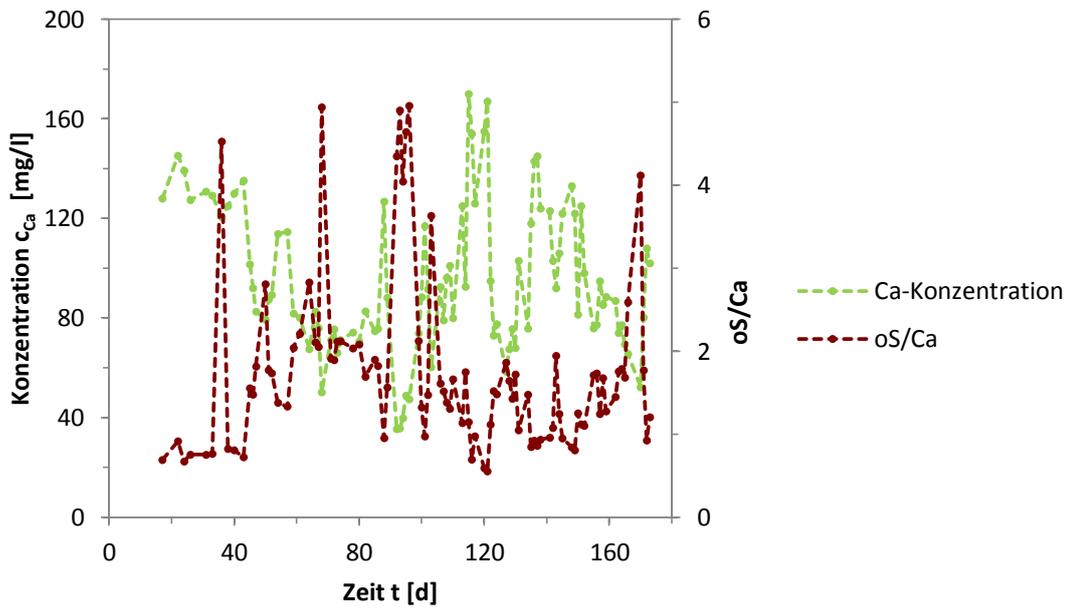


Abb. 50: Calcium-Konzentration und oS/Ca-Wert im Reaktor 3 für den gesamten Versuchszeitraum

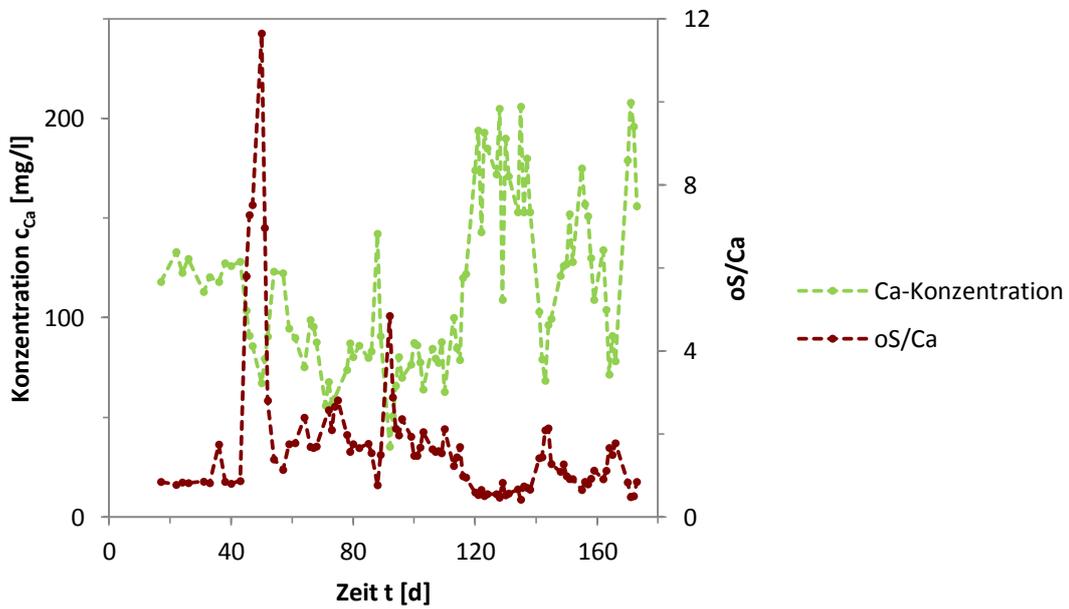


Abb. 51: Calcium-Konzentration und oS/Ca-Wert im Reaktor 4 für den gesamten Versuchszeitraum

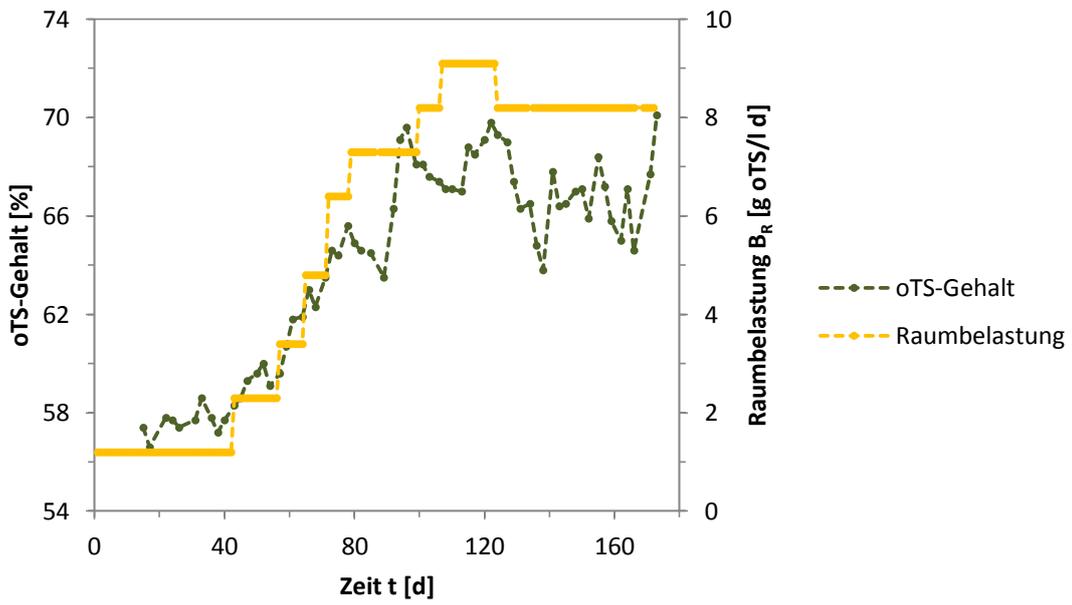


Abb. 52: oTS-Gehalt und Raumbelastung im Reaktor 1 für den gesamten Versuchszeitraum

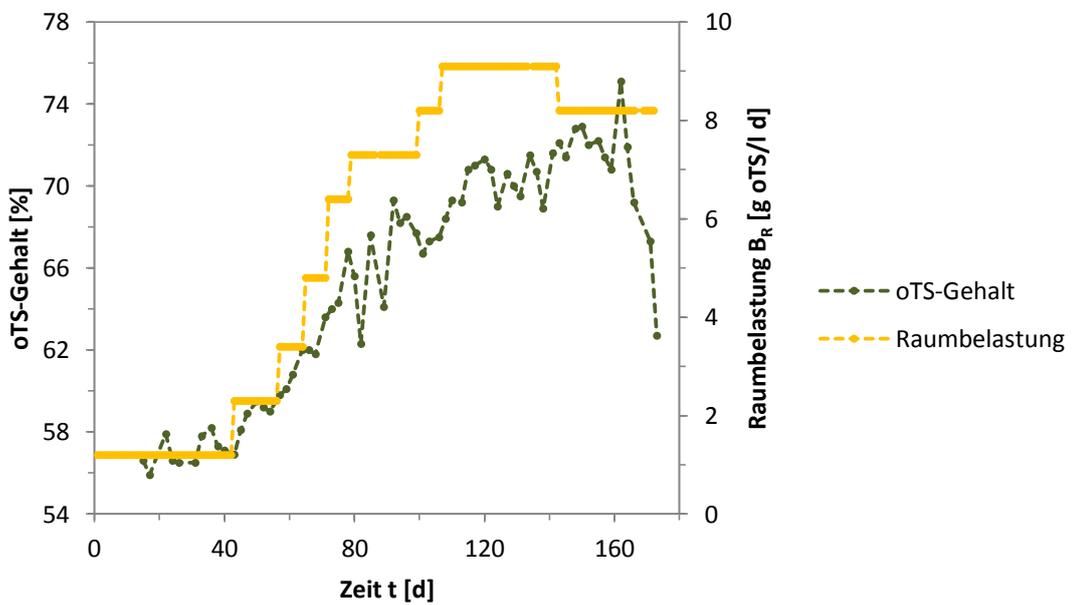


Abb. 53: oTS-Gehalt und Raumbelastung im Reaktor 2 für den gesamten Versuchszeitraum

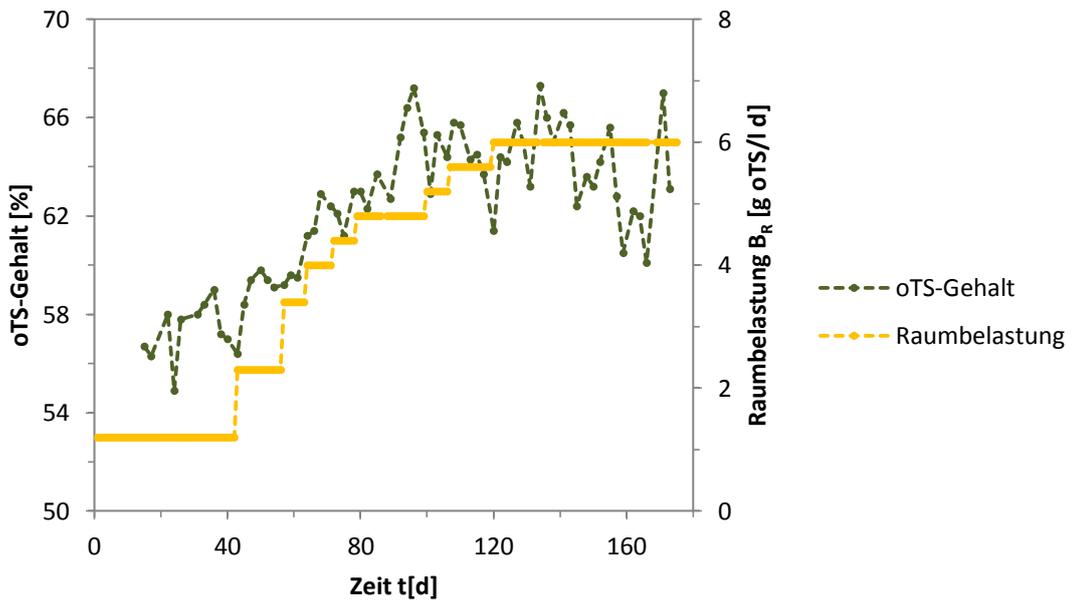


Abb. 54: oTS-Gehalt und Raumbelastung im Reaktor 3 für den gesamten Versuchszeitraum

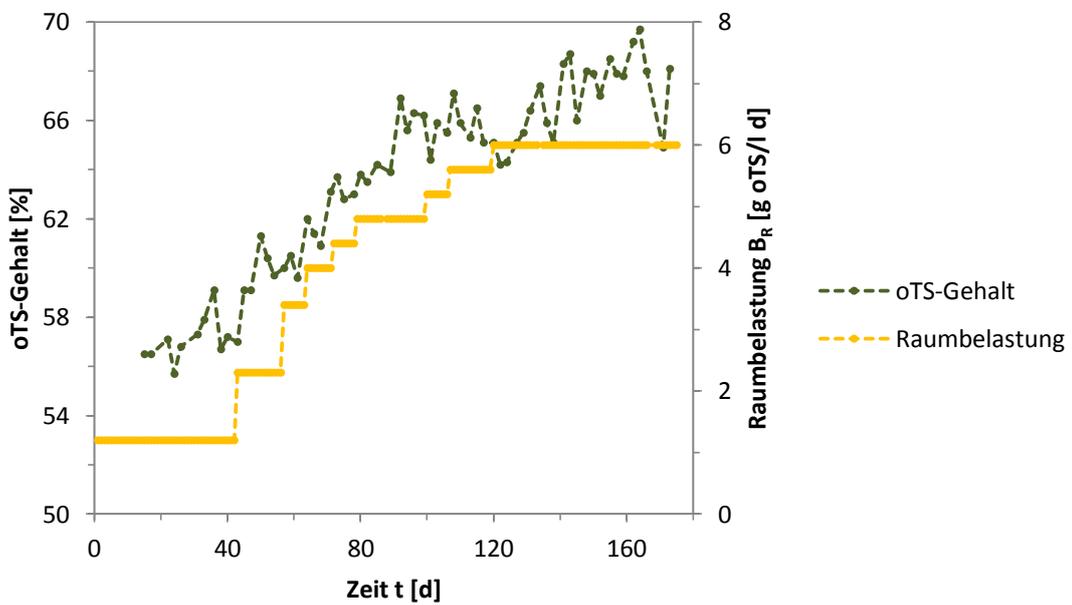


Abb. 55: oTS-Gehalt und Raumbelastung im Reaktor 4 für den gesamten Versuchszeitraum