

Cellulose analyse in verschillende stromen van een rioolwaterzuiveringsinstallatie



waternet

Auteurs:
I. Hoekstra
M. Houtsma

Leeuwarden, juni 2013



Hogeschool
VHL
University of Applied Sciences

Cellulose analyse in verschillende stromen van een rioolwaterzuiveringsinstallatie



Auteurs:
I. Hoekstra
M. Houtsma

Opdrachtgever:
Waternet
C. Ruiken

Begeleiding:
Van Hall Larenstein
L. Bentvelzen
G. Truijen

water **net**



Hogeschool
VHL
University of Applied Sciences

Leeuwarden, juni 2013

Voorwoord

Dit onderzoeksrapport is het eindresultaat van onze afstudeeropdracht van de opleiding milieukunde in deeltijd aan Hogeschool Van Hall Larenstein te Leeuwarden. Het onderzoek is uitgevoerd in opdracht van Chris Ruiken, medewerker bij Waternet.

Hierbij willen wij Dick Kuiper bedanken voor de begeleiding bij het werken met de Ankom fiber analyzer en Hans van der Meer van Sympatec voor de metingen met de Qicpic. Daarnaast bedanken wij onze begeleiders Geert Truijen en Leo Bentvelzen.

Iewke Hoekstra
Marit Houtsma

Veendam / Ried, juni 2013

Bronvermelding foto's en tabellen:

Alle foto's en tabellen in dit rapport zijn gemaakt door de auteurs.

Gebruikte afkortingen

ADF = acid detergent fiber; de ruwe celstof oplosbaar in een zure oplossing.

ADL = acid detergent lignin; de lignine oplosbaar in een zure oplossing.

AOCS = American oilchemists society

CLSM = confocal laser scanning microscopy.

FSC = Forest Stewardship Council

FTIR = Fourier transform infrarood spectroscopie.

IRS = infrarood spectroscopie

ISO = International organization for standardization.

MJA = meerjarenafspraak energie-efficiëntie

NDF = neutral detergent fiber; de ruwe celstof oplosbaar in een neutrale oplossing.

NIR = near infrared spectroscopy; nabij infrarood spectroscopie.

PJ = Peta joule, dit is 10^{15} Joule.

Rwzi = rioolwaterzuiveringsinstallatie.

SCA = Svenska Cellulosa Aktiebolaget

SEM = scanning electron microscopy.

TAPPI = Technical Association of the Pulp and Paper industry; niet gouvernementele organisatie op het gebied van pulp, papier en verpakkingen, publiceert normen, boeken en artikelen.

Inhoud

Voorwoord.....	
Gebruikte afkortingen.....	
Inhoud	
Samenvatting	
Summary	
1. Inleiding.....	10
1.1 Aanleiding	11
1.2 Landelijke ontwikkelingen	12
1.3 Probleembeschrijving	13
1.4 Doel.....	13
1.5 Onderzoeksvragen	13
2. Literatuuronderzoek.....	14
2.1 Cellulose	14
2.2 Samenstelling wc-papier	15
2.3 Cellulose in een rioolwaterzuiveringsinstallatie	16
2.4 Meetmethodes.....	17
2.4.1 Gekozen meetmethodes voor praktijktesten	21
3. Materiaal en methode.....	22
3.1 Ankom fiber analyzer	22
3.1.1 Berekeningen ruwe celstof	24
3.2 Qicpic image analysis	27
3.3 Ondersteunende proeven en voorbehandeling van monsters	28
4. Resultaten	30
4.1 Ankom fiber analyzer	30
4.2 Qicpic image analysis	34
4.3 Ondersteunende proeven en voorbehandeling van monsters	38
5. Discussie.....	39
6. Conclusie.....	39
7. Aanbevelingen	39
8. Literatuurlijst.....	40
9. Bijlagen.....	43
Bijlage 1 Antwoorden wc-papierproducenten	43

Bijlage 2	Ankom handleiding ruwe celstof analyse	44
Bijlage 3	Resultaten (Excel)berekeningen Ankom proeven 1 tot en met 5 en ondersteunende proef.....	47

Samenvatting

Sinds 2008 zijn alle waterschappen in Nederland voor hun afvalwaterzuivering aangesloten bij MJA (meerjarenafspraak energie-efficiëntie). Vijftien waterschappen in Nederland hebben de energiefabriek opgericht en willen energie winnen uit afvalwater. De 25 waterschappen in Nederland en enkele andere organisaties zijn in 2012 van start gegaan met de Grondstoffenfabriek. Hiermee willen ze uit afvalwater grondstoffen gaan winnen en hergebruiken om zo de kringlopen te sluiten.

Er is nog geen onderzoek verricht naar de afbraakmechanismen van wc-papier (cellulose) in het rioolstelsel en de rwzi. De techniek waarmee het afvalwater en slib worden verwerkt is om deze reden mogelijk niet optimaal.

Waternet voert een onderzoek uit met een Salsnes fijnzeef op de rioolwaterzuiveringsinstallatie in Blaricum. Deze zeef haalt de papiergezels (zeefgoed) uit het influent. Het zeefgoed is geschikt voor hergebruik.

Het is niet duidelijk wat voor invloed een fijnzeef heeft op de zuivering. Hiervoor is het noodzakelijk om cellulose (lees ruwe celstof) te kunnen meten in de verschillende stappen van een rwzi, maar een meetmethode voor cellulose is er nog niet.

Het doel van dit onderzoek is het vinden van een methode om cellulose te kunnen meten in verschillende stappen van een rwzi. Via literatuuronderzoek en praktijktesten is geprobeerd een methode te vinden. Het bleek moeilijk om achter de samenstelling van wc-papier te komen.

Methodes die zijn gebruikt om cellulose te meten in een rwzi zijn afkomstig van bijvoorbeeld de papier- en karton industrie, van de veevoerindustrie en van biomassa bepalingen. De "Van Soest" methode wordt vaak genoemd, deze wordt gebruikt door de veevoerindustrie om de hoeveelheid cellulose, hemicellulose en lignine te bepalen in voeders en granen. Het bedrijf Ankom heeft deze methode verbeterd en met de Ankom fiber analyzer kunnen 24 monsters in filterzakjes worden behandeld.

Infrarood en andere vormen van spectroscopie zouden ook kunnen worden geprobeerd.

De uiteindelijke gekozen analysemethoden zijn de Ankom fiber analyzer en de Qicpic met Lixell unit van Sympatec B.V. uit Etten-Leur. De Ankom fiber analyzer staat op Van Hall Larenstein en studenten kunnen hier proeven mee uitvoeren. De aanschaf van de filterzakjes en de chemicaliën zijn de kosten van de proeven. De Qicpic van Sympatec staat in Etten-Leur en de eerste twee proeven mogen kosteloos worden uitgevoerd, daarna worden de proeven in rekening gebracht. Het aanschaffen van de Qicpic kost 100.000 euro

Er zijn vijf proeven met de Ankom uitgevoerd met verschillende soorten monsters; influent, zeefgoed, slib, zwartband filters en veel verschillende merken wc-papier. Er is gebruik gemaakt van 3 typen filterzakjes namelijk de F57 met een maaswijdte van 25 micron, XT4 met een maaswijdte van 2 tot 3 micron en een zelfgemaakt zakje van nylon met een maaswijdte van 15 micron.

Met de Qicpic zijn twee metingen uitgevoerd. Het koken van influent met waterstofperoxide om de papiergezel schoon te koken voor de behandeling in de Qicpic is één van de ondersteunende proeven geweest. Daarnaast zijn ook monsters bekeken onder een microscoop om te kijken of er verschil in vezelsamenstelling en vezelhoeveelheid was.

Bij de Ankom zijn twee formules gebruikt om de ruwe celstof te berekenen. De standaard formule van Ankom en ten tweede een nauwkeuriger formule. De tweede formule is een afgeleide van de Ankom formule waarbij de twee onderdelen, het filterzakje en het monstermateriaal, apart van elkaar berekend zijn. Hierdoor is de uitkomst van de ruwe celstof bepaling nauwkeuriger.

Een overzicht van alle Ankom proeven staat op blz. 30 in tabel 7. De XT4 zakjes geven een 8 % hogere opbrengst dan de F57 zakjes. De nylon zakjes bleken niet geschikt, er spoelt teveel uit en er is een verkleuring van de zakjes waarneembaar.

Bij de Qicpic kunnen verschillende parameters worden ingesteld zoals de lfi, dit is de lengte van een vezel, de elongation, dit is de verhouding tussen de diameter van een vezel en de lengte van een vezel. De aspect ratio betekent exact bolvormig of vierkant. Bij de Qicpic is het moeilijk om een onderscheid te maken tussen een cellulosevezel of een kunststofvezel.

Door nu zelf parameters in te geven die overeenkomen met de afmetingen van een vezel kan er een selectie gemaakt worden van de deeltjes in een monster.

Danke is het grijze wc papier en met de microscoop is te zien dat samenstelling niet homogeen is, in bijvoorbeeld Page en Lotus is de samenstelling homogener. Op de foto's gemaakt met de microscoop van het zeefgoed zijn de vezels ook duidelijk herkenbaar. Bij het influent en primair slib zijn duidelijk minder papiervezels herkenbaar.

Het opgegeven asgehalte en ruwe celstof percentage van de Ankom test en de waarden van de filters opgegeven door de fabrikanten komen niet overeen.

Het is aan te bevelen om ook de ADF en NDF bepaling te doen met de Ankom om te kijken wat voor resultaten daar uit komen.

Het bleek lastig om bij influent en nat slib voldoende monstermateriaal in de zakjes te krijgen.

De Ankom behandeling wast de zakjes met slib niet schoon.

Bij de Qicpic is het aan te bevelen om een bekende hoeveelheid wc-papier in water te mixen en dan een meting uit te voeren.

Summary

Since 2008 the Dutch district water boards joined the MJA. This is an agreement between the government and the water boards to try to reduce the use of fossil fuels and make products and processes more energy efficient. The district water boards want to use the sewage water to make energy and recover the components in the water to close the cycles.

No research has been done about the degradation of toilet paper in the sewage and the water purification plant. The process of water treatment is perhaps not at its optimum.

Waternet investigates the use of a Salsnes fine sieve at the wastewater treatment plant in Blaricum. This sieve collects the paper fibers from the incoming sewage water. These paper fibers are suitable for reuse. It is not clear yet what the influence of the fine sieve is on the water treatment process.

It is necessary to analyze the cellulose in the different treatment steps, but there is not a method to analyze the cellulose yet.

The aim of this research is to try to find a method for analyzing cellulose in the different compartments of the water treatment plant.

The research method consists of reading literature and to test methods in practice. It was difficult to find the composition of toilet paper.

There are some methods in use to analyze cellulose but there are originating from the paper- and cardboard industry, the feed materials industry and the forage industry.

The "Van Soest" method is often used, it is in use in the cattle feed industry to analyze the amount of cellulose, hemicelluloses, and lignin in the forages. The Ankom company automated this method with the Ankom fiber analyzer. With the Ankom fiber analyzer it is possible to analyze 24 samples in filter bags in one treatment.

Infrared and other forms of spectroscopy also could be worth testing.

The methods tested in practice are the Ankom fiber analyzer and the Qicpic with Lixell unit from Sympatec B.V. with the office in Etten-Leur. The Ankom fiber analyzer can be used by students at Van Hall Larenstein in Leeuwarden. The purchase of the filter bags and the chemicals, are the cost of these tests. With the Qicpic of Sympatec located in Etten-Leur may the first two tests be performed free of charge. After these two tests the cost are being charged. Purchasing the Qicpic costs 100,000 euros. The Qicpic is an image analyzing system.

With Ankom five tests are carried out with different samples: sewage water, paper fibers from the fine sieve, sludge, filter papers and a lot of different toilet paper brands. There are three types of filter bags used. The F57 and XT4 from the Ankom company and self created filter bags from nylon. The F57 has a mesh of 25 micron, the XT4 of 2-3 micron and the nylon bag has a mesh of 15 micron.

With the Qicpic two tests are performed. Sewage water cooking with hydrogen peroxide to clean the paper fiber before the test with the Qicpic was one of the supporting tests. Also the

different samples are investigated with a microscope to see if there was a difference in fiber composition and amount.

Two formulas are used to count the crude fiber in the Ankom tests. The first one used was the standard Ankom formula and the one later on used is derived from the Ankom formula. The filter bag and the sample are counted for separately so the last formula is more exact. A summary with all the crude fiber results is at page 30 in table 7. The XT4 bags gave a 8% higher crude fiber % compared with the F57 bags. The nylon bags are not suitable for this purpose, there is too much loss of fiber and the bags fade.

When using the Qicpic different parameters can be set. For example the lefi, this is the length of a fiber. The elongation, this is the ratio between the diameter of a fiber and the length of a fiber. The aspect ratio means exact spherical or square. By setting parameters yourself, so what you think accounts for a fiber, the computer selects those particles in the sample.

Danke is the grey toilet paper and the fibers are not as clean as those of the toilet papers Page and Lotus. At the pictures from the microscope the fibers of the fine sieve are clear to see. There are less fibers to see at the pictures of the sludge and filtered sewage water. The ash and crude fiber percentages from paper filters given by the companies do not correspond.

The recommendation is to test the ADF and NDF method with Ankom to see what kind of results they give.

It was difficult to get enough sample material from filtered sewage water and sludge in the filter bags.

The sludge samples are not washed clean with the Ankom treatment.

The recommendation for the Qicpic is to mix a certain amount of toilet paper in water and then test this sample in the Qicpic.

1. Inleiding

Sinds 2008 zijn alle waterschappen in Nederland voor hun afvalwaterzuivering aangesloten bij MJA (meerjarenafspraak energie-efficiëntie). Doel is een 30 % verbetering van de energie-efficiëntie tussen 2005 en 2020. De waterschappen proberen dit te bereiken door middel van besparingen, het zelf opwekken van duurzame energie en het verbeteren van het zuiveringsproces.

Voor de afvalwaterzuivering is landelijk 8 PJ energie nodig (AgentschapNL, 2011). Dit komt overeen met het elektriciteitsverbruik van 250.000 huishoudens. De jaarlijkse energienota van alle waterschappen is een kostenpost van ongeveer € 70 miljoen (Unie van Waterschappen, 2011). Vijftien waterschappen hebben daarom samen de energiefabriek opgericht (Energiefabriek, 2012). Deze waterschappen hebben het traditionele waterzuiveringsproces uit een ander oogpunt bekeken. Hierbij willen ze energie winnen uit afvalwater. Energie die vervolgens ingezet kan worden om waterzuiveringen van energie te voorzien en die geleverd kan worden aan burgers en bedrijven.

De 25 waterschappen in Nederland en enkele andere organisaties zijn in 2012 van start gegaan met de Grondstoffenfabriek. Hiermee willen ze uit afvalwater grondstoffen gaan winnen en hergebruiken om zo de kringlopen te sluiten (Grondstoffenfabriek, 2012).

Naast de hierboven genoemde initiatieven werken de waterschappen ook samen met gemeentes. Samen willen zij komen tot een duurzame afvalwaterketen in 2030. Hoe zij dat willen gaan bereiken staat in de “visiebrochure Afvalwaterketen tot 2030” (Unie van Waterschappen, 2012). Daarin wordt afvalwater gezien als een bron van duurzame energie, water en grondstoffen. De grondstoffen die uit afvalwater kunnen worden teruggewonnen, zoals fosfaat, kunnen vervolgens weer gebruikt worden voor het produceren van bijvoorbeeld bioplastic, waterstof, ethanol en kunstmest. Ook hergebruik van wc-papier wordt in de visiebrochure genoemd (blz.7) bij de kansen om grondstoffen terug te winnen. In dit onderzoek wordt getracht om een meetmethode te vinden om cellulose te kunnen meten. Door de Nederlandse papier- en kartonindustrie is in 2012 voor 80 % aan oudpapier ingezet en voor 20 % aan verse houtvezel (VNP, 2013). Papier kan overigens niet oneindig worden gerecycled, de kwaliteit van de vezels wordt na elke bewerking minder, ze beschadigen en worden korter. In het algemeen kunnen vezels 2 tot 5 maal worden hergebruikt, afhankelijk van de vezelsoort en van de te produceren papiersoort. Er is dus altijd inbreng van verse vezels in het papierproductie proces noodzakelijk (Cobelpa, 2008).

Voor wc-papier is het moeilijk te achterhalen wat de (vezel)samenstelling is. Er is één soort gevonden die bestaat uit volledig gerecycled papier en dit op de verpakking aangeeft en dat is Danke (www.danke.de, 2013).

Wc-papier wordt in de meeste westerse landen samen met het afvalwater afgevoerd naar een rioolwaterzuiveringsinstallatie.

In Nederland is er in 1997 83 miljoen kilogram wc-papier verkocht (CBS, 1999).

Een gemiddelde inwoner van West Europa verbruikt gemiddeld circa 10 tot 14 kg per jaar. Nederlanders gebruiken gemiddeld 8,5 velletjes papier per toiletbezoek. Er wordt per dag in Nederland 22.000 kilometer aan papier door het toilet gespoeld (Kassa, 2009).

Uit eigen onderzoek blijkt dat er bij een inwoneraantal van 16.787.223 (cbs bevolkingsteller, 2013) per toiletbezoek de volgende aantallen wc-papier door de wc worden gespoeld bij een gemiddeld gebruik van 8,5 velletje. Zie tabel 1.

Merk	Lengte van 1 vel in cm	Per toiletbezoek in km	Gewicht in gram per rol
Euroshopper	12,2	17.408	110,58
Page	12,5	17.836	-
Danke	13,2	18.835	104,02

Tabel 1 aantal km wc-papier doorgespoeld per toiletbezoek van alle mensen in Nederland

Het hangt er dus van af met welke lengte van een vel wc-papier wordt gerekend. Het is niet duidelijk met welke vellengte, aantal toiletbezoeken of inwoneraantal is gerekend in het Kassa onderzoek. Er kan dus een behoorlijk groot verschil zitten tussen de verschillende berekeningen. In Nederland worden per dag 160.000 pakken wc-papier met 4 rollen verkocht, dus 640.000 rollen per dag (Toiletpapier, 2007). Maar het is niet duidelijk of dit papier allemaal door de wc wordt gespoeld. Het wordt namelijk ook gebruikt voor bijvoorbeeld het snuiten van de neus en schoonmaken. Er is nog geen onderzoek verricht naar de afbraakmechanismen van wc-papier (cellulose) in het rioolstelsel en de rwzi. Waarom hier nog geen onderzoek naar is verricht blijft een vraag. De techniek waarmee het afvalwater en slib worden verwerkt is om deze reden mogelijk niet optimaal (STOWA, Influent fijnzeven in rwzi's, 2010).

1.1 Aanleiding

Wc-papier (papiervezels) kan met behulp van fijnzeven met een maaswijdte $< 0,5$ mm uit het afvalwater verwijderd worden. Waternet (de gemeenschappelijke organisatie van Waterschap Amstel, Gooi en Vecht en gemeente Amsterdam) voert een innovatief onderzoek uit met een Salsnes fijnzeef op de rioolwaterzuiveringsinstallatie in Blaricum. Zie foto 1.



Foto 1 fijnzeef Blaricum

Begin 2011 is een zeefinstallatie met een maaswijdte van 0,35 mm in bedrijf genomen op deze rwzi. Een flink deel van het binnenkomende rioolwater wordt gezeefd. Het doel is om het zuiveringsproces efficiënter te maken ten aanzien van slibproductie en energie. Door het uitzeven van het rioolwater met een fijnzeef komt er minder vuillast in de waterzuivering en is er minder beluchtingsenergie nodig. De verwachting is dat er ook minder slib geproduceerd wordt en de afvoerkosten voor slib dus gaan afnemen. Het zeefgoed kan worden hergebruikt (STOWA, Verkenning naar mogelijkheden voor verwaarding van zeefgoed, 2012) en dit kan geld gaan opleveren.

Het door de fijnzeef geproduceerde product is zeefgoed, dit wordt ontwaterd met een pers. Dit zeefgoed bestaat voor 60 % - 80 % uit cellulose dat voornamelijk van wc-papier afkomstig is (STOWA, Influent fijnzeven in rwzi's, 2010), een klein deel is waarschijnlijk afkomstig van vochtige doekjes, hier moet nog nader onderzoek naar gedaan worden. (Clay, Hodgkinson, Upton, & Green, 1996) vonden in hun onderzoek bij roosters van rwzi's dat het hoofdbestanddeel bestond uit papier, plastic en voden. (Meeds & Balmforth, 1995) onderzochten roosters van twee rwzi's en twee "combined sewer overflows" (riooloverstorten) en ook zij vonden papier als hoofdbestanddeel, behalve bij één locatie waar bladeren in de meerderheid waren.

Het zeefgoed is interessant voor hergebruik (STOWA, Verkenning naar mogelijkheden voor verwaarding van zeefgoed, 2012). Het is zelfs mogelijk om van dit materiaal weer papier te maken. Op dit moment wordt het afgevoerd naar Orgaworld in Lelystad.

Om de fijnzeefinstallatie op meerdere rwzi's toe te kunnen passen is het van belang een economische afweging te kunnen maken. Wat voor invloed een fijnzeef op de zuivering en slibproductie van een rwzi heeft is nog niet vastgesteld. Dit omdat er van de cellulose geen massabalansen kunnen worden gemaakt. Er wordt wel cellulose afgebroken maar in welke hoeveelheid is niet duidelijk. Door gebruik te maken van een fijnzeef wordt cellulose als gehele groep uitgefilterd en wordt geen onderscheid gemaakt in cellulose, hemicellulose en lignine.

Er is nader onderzoek nodig om te kijken welke soorten cellulose er in influent voorkomen.

1.2 Landelijke ontwikkelingen

De uitkomsten van dit onderzoek zijn van belang voor de volgende onderzoeken en organisaties:

- 2 STOWA onderzoeken; een onderzoek waar onder andere Bioclear en KNN advies bij betrokken zijn voor de toepassing van zeefgoed, en een onderzoek waarbij Waternet betrokken is met een fijnzeef in Blaricum.
- De Grondstoffenfabriek; dit is een samenwerking tussen waterschappen en heeft als doel energie en grondstoffen zoals bijvoorbeeld cellulose te winnen uit het afvalwater.
- Kallisto project in Eindhoven; hierbij ontwikkelen STOWA, gemeenten, waterschappen en universiteiten innovatieve oplossingen voor de afvalwaterketen Eindhoven en het watersysteem De Dommel.
- Sewermining project TU Delft, hierbij wordt gekeken wat de gasopbrengst is bij het vergisten van zeefgoed.
- Promotieonderzoek Annelies Aarts aan de TU Delft: "Model based control in the urban water cycle".
- Promotieonderzoek Chris Ruiken aan de TU Delft: "Impact of toilet paper on behaviour of wastewater treatment plants".
- Plan van waterschap Aa en Maas voor de rwzi Aarle-Rixtel, de rwzi Aarle-Rixtel bestaat uit 2 dezelfde straten zodat er bij één straat een onderzoek kan worden uitgevoerd met een fijnzeef en bij de andere straat zonder fijnzeef. Op deze manier is het mogelijk om de processen in de straten met en zonder fijnzeef goed te vergelijken. De verwachting is dat er in Aarle-Rixtel met fijnzeven ruim 2000 ton/jaar aan zeefgoed wordt geproduceerd.
- Plan van wetterskip Fryslân voor het eventueel plaatsen van een fijnzeef op de rwzi Ameland, in het kader van Europese project "cradle to cradle islands".
- Plan van Hoogheemraadschap Hollands Noorderkwartier voor het eventueel plaatsen van fijnzeven op de rwzi Beemster ter uitbreiding van de zuiveringscapaciteit.

1.3 Probleembeschrijving

Er is geen standaardmethode om cellulose te kunnen meten in verschillende stappen (influent, zeefgoed, primair slib, secundair slib en uitgegist slib) van een rwzi. Er zijn wel pogingen gedaan, bijvoorbeeld een spectrofotometrische bepaling van de cellulose concentratie in slib, met de originele en een aangepaste methode van Updegraff 1969 (Updegraff, 1969), (STOWA, Influent fijnzeven in rwzi's, 2010). Geprobeerd is, om via dezelfde analysemethode concentraties cellulose in influent te meten. De methode bleek hier echter om nog onbekende redenen niet geschikt voor te zijn.

1.4 Doel

Het doel van dit onderzoek is om een methode te vinden om ruwe celstof te kunnen meten in de verschillende stappen van een rwzi. Hierbij wordt niet gekeken naar de herkomst van de cellulose (bijvoorbeeld bladeren, groente, door mensen uitgescheiden cellulose of wc-papier).

1.5 Onderzoeksvragen

Om de fijnzeeftechniek op grote schaal in te kunnen zetten is het noodzakelijk om massabalansen van cellulose te kunnen maken. Om massabalansen te kunnen maken is een betrouwbare methode nodig die cellulose kan meten in de verschillende stappen van een rioolwaterzuivering. Daarom dienen de onderstaande vragen te worden beantwoord:

- Welke analysetechnieken zijn er al voor het meten van cellulose in zeefgoed, influent, primair slib, secundair slib en uitgegist slib?
- Welke andere analysetechnieken zouden toegepast kunnen worden om cellulose te meten?
- Welke meetmethodes zijn geschikt voor welke zuiveringsstappen?

Van de gevonden analysetechnieken worden er twee ook daadwerkelijk in de praktijk getest.

2. Literatuuronderzoek

In dit hoofdstuk worden de resultaten van het literatuuronderzoek weergegeven. Er is literatuuronderzoek gedaan naar cellulose, de samenstelling van wc-papier en cellulose in een rwzi. De verschillende stappen van een rwzi en de werking van de Salsnes fijnzeef worden kort behandeld. Tenslotte worden de verschillende meetmethodes voor cellulose weergegeven en welke methodes uiteindelijk zijn uitgekozen om in de praktijk te gaan testen.

2.1 Cellulose

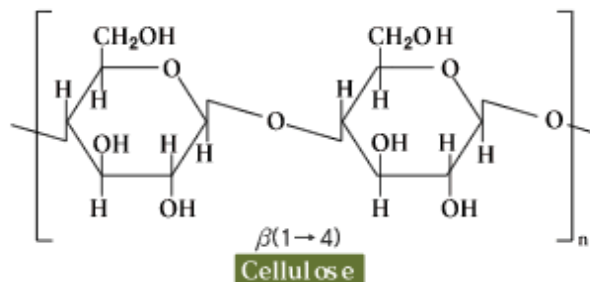
Cellulose is het meest voorkomende biomolecuul op aarde. Jaarlijks wordt er 180 miljard ton van geproduceerd door planten. Cellulose $(C_6H_{10}O_5)_n$ geeft stevigheid en structuur aan een plant en is het belangrijkste bestanddeel van de celwand van alle cellen van planten, maar ook van algen en veel bacteriën. Het vormt de voornaamste voedselbron voor grazers, zoals koeien, en veel bacteriën en schimmels.

Voordat de cellulose als voedingsstof door het organisme gebruikt kan worden, moet het eerst worden gehydrolyseerd tot afzonderlijke glucosemoleculen. Bacteriën en schimmels produceren hiervoor cellulasen die ze in hun omgeving loslaten. Zodra er glucose gevormd is, kunnen ze deze als voedsel opnemen. Koeien hebben cellulase producerende micro-organismen in hun spijsverteringskanaal om de cellulose in gras te hydrolyseren. Mensen kunnen het in het geheel niet verteren door gebrek aan het cellulase-enzym.

Chemisch gezien zijn de bestanddelen van een houtvezel cellulose, hemicellulose en lignine. Cellulose is een simpel molecuul. Het bestaat uit polymeren van lineair aan elkaar geregen glucosemoleculen (C6-suiker), die weer met elkaar combineren tot strengen van 3 nanometer dik waarin 18-36 van die lineaire polymeren bij elkaar zitten, de kristallijne cellulose microfibrillen, die millimeters lang zijn. Ongeveer 80 cellulosemoleculen vormen een microfibril (Campbell & Reece, 2008). De glucosemoleculen waaruit cellulose is opgebouwd bestaan uit glucose monomeren in de B configuratie. Cellulose is door de specifieke rangschikking van de glucosemoleculen (kristallijn) zeer moeilijk afbreekbaar.

De microfibrillen in de celwanden van de elementaire vezels liggen niet evenwijdig in de lengterichting van de vezel. De hoek waaronder deze vezels liggen bepaalt bijv. de rek van de vezel. Bij het uitrekken van de vezels verschuiven de microfibrillen ten opzichte van elkaar. Voor vezels liggen de microfibrillen onder een hoek van 5-10 graden met de lengterichting, de maximale rek van cellulose houdende vezels is daarom vaak klein. De vezels in een kokosnoot zijn flexibel, omdat deze vezels de vrucht heel houden wanneer deze uit de boom valt. Deze flexibiliteit wordt mede veroorzaakt door de grote fibrilhoek in een kokosvezel (Keijsers, Dam, & Yilmaz, 2011).

Cellulosevezels zijn hydrofiel, ze kunnen aan elkaar gebonden worden door het toevoegen van water en vervolgens te drogen. Vezels die nooit gedroogd zijn hebben andere eigenschappen dan vezels die al wel een droging hebben ondergaan.



Figuur 1 structuur van cellulose, bron: (Life sciences, 2010)

Hemicellulose is een verzamelnaam voor een reeks zeer nauw verwante koolhydraten die worden gemaakt in planten. Hemicellulose is een belangrijke component van de celwand en vormt meestal een soort matrix waarin cellulosemoleculen ingebed liggen. Waar cellulose uitsluitend is opgebouwd uit glucose-elementen, via β -1,4-bindingen met elkaar verbonden tot een polymeer, zie figuur 1, bestaat hemicellulose uit soortgelijke ketens, maar op basis van een aantal andere suikers (C5-suikers), zoals xylaan, arabinoxylaan en gluconomanan. De moleculen in hemicellulose zijn zodanig gerangschikt dat een ongeordende structuur wordt verkregen (amorf). Om deze reden is hemicellulose veel makkelijker afbreekbaar dan cellulose (Biomassa, 2012).

Lignine komt voor in de celwand van de plant en is een polymeer van aromatische verbindingen. Het vormt samen met hemicellulose een matrix van ongeordend (amorf)materiaal, waarin de geordende cellulose moleculen zijn ingebed. Lignine fungeert als een soort lijm en geeft ook bescherming aan de plant.

Door chemische reacties kan cellulose gemodificeerd worden. Voorbeelden van modificaties van cellulose zijn: verestering (celluloseacetaat), verethering (methyl-, hydroxyethyl- en carboxymethyl cellulose) en nitrering (cellulose-nitraat). De cellulose-derivaten worden moeilijker afgebroken dan cellulose zelf in de natuur (Tournois, 1994). Sigaretfilters bestaan uit celluloseacetaat filters.

2.2 Samenstelling wc-papier

Het is moeilijk gebleken om achter de exacte samenstelling van wc-papier te komen (zie bijlage 1). Papier voor huishoudelijk en sanitair gebruik waaronder dus ook wc- papier bestaat uit nieuwe vezel of gerecyclede vezel, of uit een mix hiervan (CEPI annual statistics 2010).

Daarnaast worden er tijdens het produceren van papier nog bepaalde materialen toegevoegd om speciale kenmerken aan het eindproduct toe te voegen. De belangrijkste soorten van de gebruikte materialen kunnen vooral worden gegroepeerd naar functie:

- Materialen voor dimensionering (zowel intern als oppervlaktelijming), deze worden gebruikt voor papiermachines om de absorptie van papier met betrekking tot de vloeistoffen zoals water of inkt te verbeteren. Hars, aluin, zetmeel en gelatine zijn de meest gebruikte materialen voor dit doel.
- Materialen voor het laden en vullen, deze worden gebruikt om de optische en fysische eigenschappen van het eindproduct zoals dekkracht, helderheid, de vloeïendheid en inkt opname. Vullingmaterialen omvatten porseleinaarde (kaolien, gebruikt door papiermakers voor de afwerking en het verkrijgen van consistentie en voor kunst-, coating- en chromopapier), calciumcarbonaat, bariumsulfaat (bariet), talk en titaandioxide.
- Materialen voor kleuring; pigmenten en kleurstoffen gebruikt om kleur aan het papier te geven en gewoonlijk toegevoegd aan de pulp.
- Toevoegingen die het papier speciale eigenschappen verlenen; met name het gebruik van zetmeel als bindmiddel om de sterkte van het uiteindelijke papier te verhogen (CEPI annual statistics 2010).

In een artikel van Liu et al. (Liu, Qin, Gao, Li, Fu, & Xu, 2012) wordt aangegeven dat de snelgroeiende loofhout soort populier een belangrijke grondstof is voor de papierindustrie. Van de pulpen van de populieren houtsnippers wordt onder andere wc-papier gemaakt. Op de verpakking van wc-papier staat soms wel aangegeven "100 % cellulose papier" (Euroshopper 3 laags, 200 vel geproduceerd in Italië) maar dat is dan ook het enige. Bij "Page extra comfort kussenzacht" staat alleen dat het bestaat uit een FSC mix (FSC C013545) en geproduceerd in Europa. Bij telefonisch contact komt al snel het "bedrijfsgeheim" ter sprake. Zie bijlage 1 voor een overzicht van de contacten.

De Zweedse papierproducent SCA (Svenska Cellulosa Aktiebolaget) brengt in Nederland onder andere de merken Danke en Tork op de markt.

Bij het grijze wc-papier Danke wordt geen bleekmiddel of kleurstof toegevoegd en het is gemaakt van 100 % gerecycled papier.

De soort "Tork premium soft" wordt gebruikt op Van Hall Larenstein.

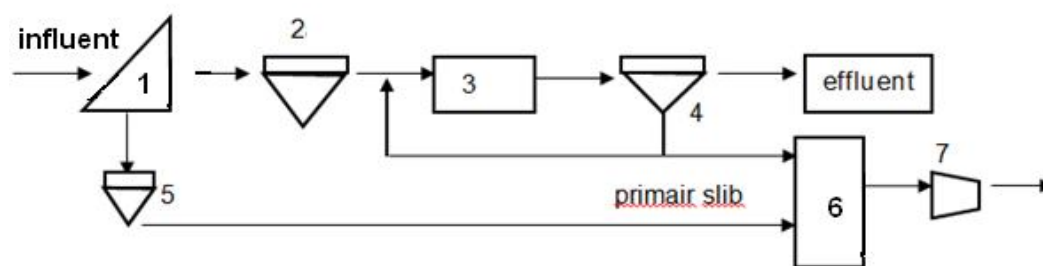
SCA houtsnippers worden gebleekt met zuurstof, peroxide en ozon. In de pulpfabriek in Östrand, Zweden wordt geen chloor meer gebruikt in het productieproces (SCA, 2013). Lotus Royale decor, met een doorspoelbare huls, heeft op de verpakking staan "100 % zuivere cellulose".

Albert Heijn, 4 laags, extra zacht en extra sterk toiletpapier, is gemaakt van "pure cellulose".

C. Liao en K. Kannan vonden in een onderzoek naar Bisfenol A in papier en papierproducten dat Bisfenol A ook in wc-papier voorkomt. Bisfenol A is een chemische stof die het menselijk hormoonstelsel kan beïnvloeden (Liao & K.Kannan, 2011).

2.3 Cellulose in een rioolwaterzuiveringsinstallatie

In figuur 2 is een overzicht gegeven van de verschillende onderdelen van een rwzi.



Figuur 2 de onderdelen van een rwzi, bron: auteurs

1= grofvuilrooster; influent bevat 50 mg-150 mg cellulose per liter

2= voorbezinktank en/of **fijnzeef**; zeefgoed bevat 30 %-90 % cellulose van de droge stof

3= aeratietank

4= nabezinktank

5= indikker

6= vergister; droge stof van slib bevat 5 %-25 % cellulose

7= ontwatering

Onderdelen van het zuiveringsproces:

Influent

Influent is het ruwe aangevoerde afvalwater dat op een rwzi gezuiverd moet worden. Dit influent bevat veel vaste stoffen, zoals plastic, hout en papier. Deze materialen kunnen niet biologisch worden gezuiverd en de grote stukken worden door het grofvuilrooster uit het influent verwijderd. Zie figuur 2. Influent bevat 50 mg-150 mg cellulose per liter.

Zeefgoed

Zeefgoed wordt verkregen door het toepassen van een fijnzeef op het influent van een rwzi. Het organische deel van afgescheiden materiaal (zeefgoed) bestaat voor circa 75 % uit cellulose. Dit cellulose is hoofdzakelijk afkomstig van toiletpapier.

Primair slib

Primair slib is slib dat in de voorbezinktank van een rwzi wordt afgescheiden en dat bestaat uit bezinkbare zwevende stoffen.

Secundair slib

Na de fysische zuivering van het afvalwater volgt de biologische zuivering. Daarbij wordt het organisch materiaal afgebroken. Bij deze afbraak worden diverse soorten micro-organismen, waaronder bacteriën, gebruikt die het organisch materiaal als voedsel gebruiken en het deels omzetten in nieuwe biomassa.

Uitgegist slib

Dit is slib wat uit de vergister komt. De droge stof van slib bevat 5 % -25 % cellulose.

Werking Salsnes fijnzeef

De werking van de Salsnes fijnzeef is gebaseerd op een roterend eindloze zeefdoek. Afvalwater wordt gevoed in het ontvangstcompartiment van de machine. De stroom met ruw afvalwater wordt eerst gefilterd door het filterdoek en het gefilterde water vloeit de machine uit via de uitvoerflens. Het oppervlak van het doek transporteert het gescheiden slib naar de luchtreiniging waar perslucht het slib van het doek in het slibcompartiment blaast.

Het materiaal dat wordt verzameld op het zeefdoek ontwikkelt een precoat, die wordt gebruikt bij de verdere filtratie. De precoat maakt het mogelijk om deeltjes af te kunnen vangen, die vele malen kleiner zijn dan de maaswijdte van het geïnstalleerde zeefdoek. Het vormen van een precoat maakt het mogelijk verwijderingrendementen van onopgeloste bestandsdelen te realiseren tot meer dan 80 % (Bwa-water, 2011). De bedrijfsvoering van de zeef heeft mogelijk impact op de samenstelling van het zeefgoed.

Papier is het belangrijkste cellulose materiaal in rwzi slib, zuiveringsslib kan daarom worden gebruikt als voeding voor een hydrolyse reactie om glucose en ethanol te produceren (Wang, 2008).

2.4 Meetmethodes

Uit literatuuronderzoek is gebleken dat er geen standaardmeetmethodes zijn om cellulose te kunnen meten in verschillende stappen (influent, zeefgoed, primair slib, secundair slib en uitgegist slib) van een rwzi. Er zijn wel pogingen gedaan, bijvoorbeeld een spectrofotometrische bepaling van de cellulose concentratie in slib, met de originele en een aangepaste methode van Updegraff uit 1969 (STOWA, Influent fijnzeven in rwzi's, 2010).

Geprobeerd is, om via dezelfde analysemethode concentraties cellulose in influent te meten. De methode bleek hier echter om nog onbekende redenen niet geschikt voor te zijn.

Updegraff wilde de hoeveelheid cellulose kunnen vaststellen in schimmels en bacteriën met behulp van een spectrofotometer (Updegraff, 1969).

Er is veel literatuur te vinden over de Van Soest methode. Deze methode wordt al tientallen jaren gebruikt om bij veevoer de hoeveelheid hemicellulose, cellulose en lignine te analyseren (Rabou & Lips, 2003). De Van Soest methode is gebaseerd op het oplossen van niet vezelachtige componenten door chemicaliën en door middel van filtratie de vezels te scheiden.

Het bedrijf Ankom (Ankom.com, 2010) heeft deze methode verbeterd door gebruik te maken van filterzakjes waar de monsters in worden gestopt. Deze worden dan behandeld in de Ankom fiber analyzer, een apparaat speciaal voor de analyse van vezels. Het voordeel van de fiber analyzer is dat het minder arbeidsintensief is. Een nadeel van de Ankom methode is de prijs van de filterzakjes, die ligt rond de 1 euro per stuk. Met de Ankom fiber analyzer kunnen de ruwe celstof (crude fiber), de "acid detergent fiber" ofwel de ruwe celstof oplosbaar in zuur milieu (ADF) en "neutral detergent fiber"; de ruwe celstof oplosbaar in neutraal milieu (NDF) worden bepaald. Dit dient elk in een afzonderlijke test te gebeuren. De NDF geeft aan hoeveel hemicellulose, cellulose en lignine er in de vezels zitten. De ADF is een weergave van de hoeveelheid cellulose en lignine. Dus de hoeveelheid hemicellulose is de NDF- ADF.

Bij de ADF blijven dus de cellulose en lignine over na het behandelen met H_2SO_4 en CTAB (cetyltrimethyl ammonium bromide). Deze bepaling is geschikt voor granen, voeders en alle vezeldragend materiaal.

Bij de NDF bepaling blijven de hemicellulose, cellulose en lignine over na behandeling met een oplossing (zie bijlage 2 voor de benodigde chemicaliën). Deze methode is geschikt voor granen, voeders en alle vezelhoudend materiaal.

De ADL is de "acid detergent lignin" dat wil zeggen de hoeveelheid lignine.

Bij de crude fiber test worden de eiwitten, suikers, zetmeel, vetten en delen van de structurele koolhydraten en lignine verwijderd. Deze analyse is goedgekeurd door de AOCS (American oilchemists society), dit in tegenstelling tot de ADF en NDF analyse.

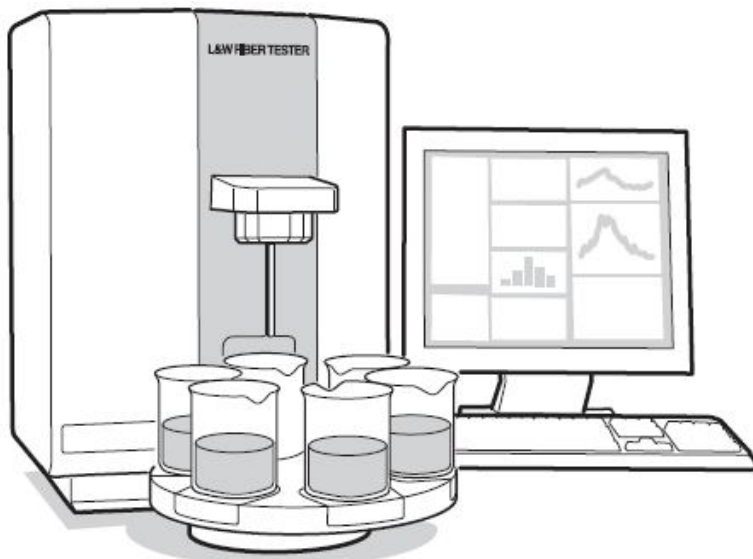
Uit eerdere onderzoeken met NDF en ADF bepalingen is gebleken dat zelf gemaakte filterzakjes ook betrouwbare resultaten kunnen geven. Wel is het noodzakelijk om te

beschrijven welk type filterzakje is gebruikt (Marichal, Trujillo, Cadenazzi, & Arias, 2011). Zelf de filterzakjes (laten) maken kan ook goedkoper zijn dan de Ankom filterzakjes te gebruiken die nu 1 euro per stuk kosten. Ze worden nu exclusief door Ankom in Amerika gemaakt. Wel wordt genoemd dat bij het gebruik van nylon filterzakjes er verliezen kunnen optreden van vezeldeeltjes bij de NDF bepaling (Valente, Detmann, de Campos Valadares Filho, Paulino, Figueiras, & de Souza, 2011). Maar de in het onderzoek van Valente gebruikte zakjes zijn de F57 van Ankom met een maaswijdte van 25 micron, nylon zakjes met een maaswijdte van 50 micron en niet geweven textiel (bijvoorbeeld vilt) van 100 gram per m². Gezien het verschil in maaswijdte is het ook niet verwonderlijk dat er bij het nylon zakje veel meer uitspoelt. Naast nylon zou ook polypropyleen gebruikt kunnen worden om filterzakjes van te maken.

Alfa cellulose dat wordt gekookt met zwavelzuur (H₂SO₄) verandert abrupt van structuur bij 65 % H₂SO₄ van een vezelige vorm naar een gelatine vorm. De belangrijkste oorzaak hiervan is het verbreken van de waterstofbruggen. De hydrolyse van cellulose wordt sterk beïnvloed door de graad van kristalliniteit en de mate van zwellen van cellulose. Beneden de 250°C is alpha cellulose in de kristallijne vorm. Wanneer de cellulose wordt voorbehandeld met 65 % zwavelzuur wordt de meeste cellulose opgelost. Als het daarna weer wordt verdund met water slaat een deel van de opgeloste cellulose neer (Xiang, Lee, Pettersson, & Torget, 2003). Tijdens de behandeling in de Ankom loopt de temperatuur op tot 100 °C en de zwavelzuur is 33 % dus dat zou betekenen dat de cellulose gewoon in de vezelvorm blijft en gemeten kan worden. Alpha cellulose is een gezuiverde cellulose. Whatman cellulose filters zijn bijvoorbeeld gemaakt van een hoge kwaliteit katoenvezels die zijn behandeld om een minimum van 98 % alpha cellulose te bevatten.

B. Godin et al. (Godin, et al., 2011) onderzochten verschillende analytische methodes voor het analyseren van lignocellulotische biomassa. Ze keken hierbij naar de meervoudige polymeren zoals cellulose, hemicellulose en pectine. De onderzochte methodes waren “Van Soest”, “Prosky”, “Uppsala”, “Selvendran” en “niet zetmeel meervoudige suikers”. De “Van Soest” methode bleek de beste methode gezien de verkregen data over de aard van de structurele meervoudige suikers en de tijd nodig voor de analyse.

In de pulp- en papierindustrie wordt gebruikt gemaakt van bijvoorbeeld een “Kajaani fiber analyzer”. Het is erg belangrijk in deze industrie om constant de vele verschillende pulpen van de verschillende soorten bomen en papiersoorten te bewaken. Kajaani FS300 analyseert 10.000 vezels in zes minuten. Maximaal zes monsters kunnen automatisch worden geanalyseerd en dit apparaat voldoet aan de ISO en TAPPI normen. Daarnaast zijn er nog de “KajaaniMAP” en de “KajaaniPulpExpert”, dit zijn beide apparaten ingebouwd in de produktielijn en beschikken beide over de beeldanalysemodule. Deze module kan één gram vezels per minuut analyseren. Er worden vijftig keer per seconde foto's van de vezel suspensie genomen. Zo geeft deze module informatie over de individuele vezels en de verspreiding van de vezeleigenschappen. Deze informatie is bijvoorbeeld de vezellengte, vezelbreedte en treksterkte (Williamson, 2006). Lorentzen & Wettre (L&W products, 2012), brengt ook twee apparaten op de markt voor de analyse van vezels. De “L&W fiber tester” (zie figuur 3) en de “L&W fiber quality transmitter”. “De L&W fiber tester” lijkt erg op de “Kajaani fiber analyzer”.



Figuur 3 L&W fiber tester, bron: (L&W products, 2012)

Deze tester heeft een zichzelf schoonmakende meetcel en meet onder andere de vezellengte, vezelbreedte en vezelvorm. Maximaal zes monsters kunnen er in één ronde worden geanalyseerd en alle resultaten van de meting worden op het computerscherm getoond en kunnen worden opgeslagen in de database. De vezellengte kan worden gemeten tussen 0,2 en 7,5 mm en de breedte tussen 10 en 100 μ m. De fiber tester meet ook het aantal vezels en het aantal vezels per gram, daarnaast zijn er nog veel meer resultaten te halen uit de metingen. Deze meetmethode voldoet aan de ISO 16065-2.

Naast de “fiber tester” produceert Lorenzten & Wettre ook de “fiber quality transmitter”. Dit apparaat wordt op een procesleiding gezet en het monster wordt uit de leiding gehaald. Op deze manier kunnen er maximaal 200 monsters per uur worden geanalyseerd. Onder andere de vezellengte, -breedte, -vorm, -omtrek en -oppervlakte worden geregistreerd.

Infrarood spectroscopie wordt veel gebruikt in de voedsel en farmaceutische industrie voor kwalitatieve en kwantitatieve analyse. Bijvoorbeeld het bewaken van productkwaliteit en productieprocessen. Met nabij infrarood spectroscopie (NIR) kunnen er metingen van inhoudsstoffen of van kenmerken worden verricht in vloeibare, viskeuze en vaste producten. NIR behelst het meten van de intensiteit van door het monster geabsorbeerd nabij infrarood licht als functie van de golflengte. Het nabij infrarood licht omspannt het golflengtegebied tussen 780 - 2500 nm ($12800 - 4000 \text{ cm}^{-1}$) van het elektromagnetisch spectrum. De energie in dit gebied komt overeen met de energie voor vibraties van molecuulverbindingen. In die context wordt NIR ook vaak vibratiespectroscopie genoemd. NIR wordt specifiek gebruikt voor metingen aan organische verbindingen (C-H, O-H, N-H en C=O). In de papier- en hout industrie wordt NIR ook gebruikt voor bijvoorbeeld het meten van de dichtheid.

F. Xu et al. (Xu, Yu, Tesso, Dowell, & Wang, 2013) onderzochten de samenstelling van biomassa met nabije infrarood spectroscopie (NIR) en Fourier transform infrarood spectroscopie (FTIR).

FTIR is succesvol gebruikt om biomassa te analyseren (Tucker, Nguyen, Eddy, Kaddam, Gedvilas, & Webb, 2001). FTIR maakt gebruik van de golflengte in het midden infrarode gebied, van 2500-25000 nm ($4000-400 \text{ cm}^{-1}$).

De voordelen van infrarood spectroscopie zijn:

- Monstervoorbereiding is simpel
- Analyse is snel en precies
- Veel bestanddelen kunnen op hetzelfde moment worden onderzocht
- Het monster blijft in originele staat en kan voor andere analyses worden gebruikt
- Er worden geen gevaarlijke chemicaliën gebruikt

- Minder arbeidsintensief in vergelijking met de standaard natte chemische methodes
- Snellere resultaten in vergelijking met de standaard natte chemische methodes

De nadelen van infrarood spectroscopie (IRS) zijn:

- Groot aantal monsters nodig (>100) voor ontwikkelen van robuuste calibraties
- Bij een concentratie van bestanddelen < 1gram per liter of kilogram geen resultaat
- Statistische modellen nodig om de robuuste data over de chemische bindingen te verwerken naar informatie over samenstellingen van biomassa
- De techniek van IRS bij het onderzoeken van biomassa is nog in ontwikkeling

Fouriertransform infrarood spectroscopie (FTIR) is toegepast om cellulose in primair en uitgegist slib te kunnen meten (Parravicini, Smidt, Svardal, & Kroiss, 2006). Parravicini et al. vonden spectroscopie een snelle en goedkope methode om informatie te krijgen over de chemische samenstelling van organisch materiaal en de veranderingen die het ondergaat gedurende het zuiveringsproces.

Er is niet veel onderzoek gedaan naar het gedrag van cellulose in een rwzi. In een onderzoek naar cellulose in een opwaartse anaerobe slib deken reactor blijkt de cellulose zich op te hopen bij temperaturen lager dan 20 °C. Dit is een probleem voor de anaerobe vergisting van het slib (Syutsubo, et al., 2011). De zwevende delen bevatten 30 tot 40 % cellulose. In dit onderzoek werd bevestigd dat de afbraak van cellulose sterk wordt beïnvloed door de temperatuur van het rioolwater. De methode die werd gebruikt om cellulose te meten is die van Van Soest en Mc Queen (1973).

D. Petruțiu heeft in 2011 als student onderzoek gedaan voor Wetterskip Fryslân. Hij heeft drie verschillende testen gedaan met behulp van cellulase enzymen en spectroscopie (Petruțiu, sustainable water cycle and waste water treatment, 2011) om de hoeveelheid suikers te kunnen meten.

Voor voedingsmiddelen is het van belang om ook metingen te kunnen verrichten om eigenschappen en kwaliteit te kunnen vermelden. Bijvoorbeeld voor melkpoeder is het weer in oplossing komen een belangrijke eigenschap. Veel studies zijn daar ook naar uitgevoerd maar naar de vorm van een poederdeeltje is nog weinig onderzoek verricht. Een reden hiervoor was altijd het gebrek aan een betrouwbare meetmethode. Metingen werden verricht met “confocal laser scanning microscopy (CLSM)” of “scanning electron microscopy (SEM)” (Gaiani, et al., 2011).

Tegenwoordig worden laser diffractie systemen gekoppeld aan een computer die de beelden meteen opslaat voor latere bewerking. Op deze manier is er een “on line” meting van vorm en grootte aan veel deeltjes mogelijk. De Qicpic analyzer van Sympatec is zo'n systeem. Met dit systeem wordt via beeldanalyse en een software pakket twee dimensionaal informatie verkregen over deeltjesgrootte en deeltjesvorm. De deeltjes kunnen voorkomen in poeders van bijvoorbeeld de farmaceutische industrie, het kunnen vezels zijn, gemalen koffie of zandkorrels. Met een aparte unit, de Lixell, kunnen ook suspensies en emulsies worden gemeten. Hierbij kan dan bijvoorbeeld worden gekeken hoe snel tabletten oplossen en wat de deeltjesgrootte en hoeveelheid deeltjes in de oplossing dan is.

De Qicpic meet met een laserlicht van 532 nanometer. De lichtbron kan worden ingesteld van 1 tot 500 Hz. Er kan gemeten worden met zeven verschillende lenzen voor een meetbereik van 1 tot 30.720 micrometer. Er kunnen 450 afbeeldingen per seconde worden gemaakt.

In het onderzoek van Gaiani et al. 2011, wordt de deeltjesgrootte van melkpoedersoorten gemeten met een laser licht diffusie granulometer vergeleken met de Qicpic analyzer van Sympatec.

Uit dit onderzoek bleek dat er geen significante verschillen waren. Li et al. (Li, Wilkinson, & Patchigolla, 2005) vergeleken verschillende technieken met elkaar en vonden een afwijking bij niet bolvormige deeltjes onder de 10 micrometer.

X. Wang (Wang, 2008) onderzocht de vezels in rwzi slib met de Van Soest methode voor NDF, ADF en ADL. De Weende ruwe celstof vezel analyse werd toegepast op slib voor en na zure hydrolyse om de vezel inhoud vast te stellen inclusief cellulose, hemicellulose en

lignine. Bij de Weende methode werd nog een centrifuge stap geïntroduceerd om filterverstoppingen te voorkomen. De hoeveelheid cellulose werd vastgesteld uit de resultaten van de ADF analyse min de ADL analyse, hemicellulose werd vastgesteld als de NDF- ADF.

2.4.1 Gekozen meetmethodes voor praktijktesten

Er zijn twee methodes uitgekozen om praktijktesten mee te gaan doen. De eerste methode is de Ankom fiber analyzer. Deze staat op Hogeschool Van Hall Larenstein en kan gebruikt worden door studenten. De tweede methode is de Qicpic van Sympatec B.V. uit Etten-Leur. Beide methodes zouden geschikt kunnen zijn om cellulose te kunnen meten in de verschillende stappen van een rwzi.

3. Materiaal en methode

De meeste influent- en slibmonsters zijn uit praktische overwegingen (dicht bij school gelegen) gehaald bij de rwzi van Wetterskip Fryslân in Leeuwarden, bij deze rwzi is geen fijnzeef aanwezig. Het gebruikte zeefgoed is afkomstig van de rwzi van Waternet in Blaricum. Voor één van de testen met de Qicpic zijn monsters gebruikt van Waternet. Bij de vijfde proef met de Ankom zijn er naast zeefgoed ook slibmonsters van de rwzi in Blaricum gebruikt. Voor een overzicht van alle proeven zie blz. 26 figuur 4.

3.1 Ankom fiber analyzer

De Ankom fiber analyzer (zie foto 2) wordt normaal gesproken gebruikt om het vezelgehalte te bepalen van diervoeders en granen. Aangezien het zeefgoed uit ook uit vezels bestaat is het zeker het proberen waard om testen met de Ankom fiber analyzer te gaan uitvoeren. In dit onderzoek is steeds de ruwe celstof analyse (crude fiber analysis) gebruikt. Hierbij wordt gespoeld met zuur, loog en demiwater.

Er kunnen maximaal 24 monsters per keer worden onderzocht. De monsters gaan in filterzakjes speciaal gemaakt voor de vezel analyses. Er is 0,5 tot 1 gram monstermateriaal nodig. Het type zakje is F57, deze worden alleen door Ankom geleverd en zijn ongeveer 5x5 cm met een maaswijdte van 25 micron. Het F57 type is as- en stikstof vrij (Ankom.com, 2010). Naast het F57 type levert Ankom nog een ander filterzakje, de XT4, deze is voor de olie- en vet bepaling en heeft een maaswijdte van twee tot drie micron. Voor de vetbepaling is een ander apparaat nodig, dit kan niet in de fiber analyzer. Het XT4 zakje is gebruikt om te kijken of er door de kleinere maaswijdte minder vezelmateriaal uitspoelt.

Naast de door Ankom geleverde zakjes zijn er ook zelfgemaakte zakjes getest van nylon. Deze zelfgemaakte filterzakjes bestaat uit twee lagen nylon waarbij de beide zijanten en de onderkant dubbel gestikt zijn om uitspoeling tussen de stiksels te voorkomen en zijn gemaakt met een huishoudelijke naaimachine. Na het vullen met monstermateriaal wordt de bovenkant dicht geseald.

Dit nylon heeft een maaswijdte van 15 micron en is geleverd door Lampe B.V. uit Sneek (www.lampe.nl, 2013). Voor deze zakjes is gekozen om te kijken of er bruikbare resultaten uit volgen door het verschil in maaswijdte tussen de F57 en XT4 in. Ook zou dit, bij goede resultaten, een goedkoper alternatief kunnen zijn voor de Ankom zakjes.

Werkwijze:

De filterzakjes worden gewogen en vervolgens gevuld met een monster. Vervolgens worden de zakjes weer gewogen, genummerd, dicht geseald en in een houder geplaatst (zie foto 2). De houder wordt in het apparaat geplaatst, overgoten met 2 liter 0,255N normaal zwavelzuur (H_2SO_4) zodat alle filterzakjes ondergedompeld zijn en het systeem wordt gesloten. De timer wordt ingesteld en de knoppen voor de verwarming (100 °C) en beweging worden ingedrukt.



Foto 2 Ankom fiber analyzer en filterhouder

De eerste ronde duurt veertig minuten. Het systeem zorgt automatisch voor het oplossen en filtreren van de monsters. Na veertig minuten kan de vloeistof uit het apparaat lopen en wordt er drie keer voor vijf minuten gespoeld met 1,8 liter demiwater wat is opgewarmd tot 90 graden Celsius. Vervolgens wordt er weer voor veertig minuten een behandeling uitgevoerd, dit maal met 0,313 N natriumhydroxide. Ook daarna drie keer spoelen met opgewarmd demiwater. Daarna worden de zakjes uit de houder gehaald en ondergedompeld in aceton voor vijf minuten en wordt er een beetje geroerd. Als dat klaar is kunnen de zakjes in de droogstoof (105 °C) worden geplaatst, hier dienen ze minstens vier uren in te blijven. Na het verblijf in de droogstoof worden ze vijftien minuten in de exsiccator geplaatst om af te koelen zodat ze geen vocht aantrekken. Daarna de zakjes wegen, de kroesjes wegen (daar gaan de filterzakjes in) en kroesjes+zakjes wegen. Na het wegen worden de kroesjes in de verasser geplaatst, die vijfenveertig minuten opwarmt en dan blijven de kroesjes er nog minstens twee uren in staan bij 550 graden Celsius. Bijna alles verbrandt nu, ook de filterzakjes, de anorganische stoffen zoals mineralen blijven over. Als de kroesjes uit de verasser komen worden ze weer even in de exsiccator geplaatst. Vervolgens worden ze weer gewogen. Daarna kan het percentage ruwe celstof worden berekend.

De volgende soorten wc-papier zijn gebruikt voor de testen met de Ankom fiber analyzer:

- Tork Premium Soft, wit onbedrukt wc papier, niet op rol maar losse vellen, gebruikt op Van Hall Larenstein
- Page extra comfort kussenzacht, 3 laags, FSC keurmerk
- Lotus 3 laags royale decor met super absorberende kussentjes, 100 % cellulose, met een doorspoelbare huls (www.aquatube.eu), ecopromise certificering (www.ecopromise.nl)
- C1000, 2 laags, zacht, met FSC keurmerk
- Albert Heijn, 4 lagen extra sterk, extra zacht, gemaakt van pure cellulose
- Danke (van SCA, in Nederland in Zeist), grijs 3 lagen, 100 % gerecycled, zonder bleekmiddel, zonder toegevoegde kleurstoffen

De gebruikte cellulosefilters zijn:

- zwartband rondfilter, diameter 110 mm, van Schleicher en Schuell, asvrij
- Whatmanfilter 589/1, diameter 125 mm, zwartband, asvrij

De gebruikte monsters van rwzi Leeuwarden en Blaricum:

- influent (gefilterd om genoeg materiaal te krijgen)
- gedroogd zeefgoed
- slib (2 dagen gedroogd in de buitenlucht en deel daarvan nog in droogstoof)

Het gebruikte cellulose monster is:

- methylcellulose

Bij de laatste proef is nog een monster methylcellulose (zie foto 3) gebruikt, dit is gezuiverde cellulose. Deze cellulose is afkomstig van Sympatec en gebruikt in de vierde test omdat er door een storing van de fijnzeef in Blaricum geen zeefgoed beschikbaar was. Ditzelfde materiaal is ook bij de tweede meting in de Qicpic getest. De producent levert dit als onder andere verdikkingsmiddel voor levensmiddelen, tandpasta en behangplaksel.

Methylcellulose is toegelaten voor gebruik als voedseladditief (E461), maar er is een nieuwe aanvraag gedaan door Dow Wolff Cellulosics, deze producent wil het product nu ook gaan toepassen als ingrediënt in verschillende typen samengestelde voedingsmiddelen (Nieuwe voedingsmiddelen, 2013).

Methylcellulose wordt geproduceerd uit gezuiverde cellulose.

Elk anhydroglucose bevat hydroxyl groepen op de 2^e, 3^e en 6^e positie. Vervanging van deze hydroxyl groepen levert een reeks aan cellulose derivaten op zoals methylcellulose.

Alleen bij de eerste proef is het wc-papier en zeefgoed nog gemalen, normaal gesproken gebeurt dit ook met voer en granen. Bij de latere proeven is dit niet meer gedaan omdat er meer kans is op uitspoeling door het kleiner worden van de vezels.



Foto 3 methylcellulose

3.1.1 Berekeningen ruwe celstof

Er zijn twee formules gebruikt om ruwe celstof te berekenen. Ten eerste de standaard formule van Ankom (zie tabel 2) en ten tweede een nauwkeuriger formule. De tweede formule is een afgeleide van de Ankom formule waarbij de twee onderdelen, het filterzakje en het monstermateriaal, apart van elkaar berekend zijn. Hierdoor is de uitkomst van de ruwe celstof bepaling nauwkeuriger. De berekeningen worden hieronder uitgelegd.

Formule Ankom

De standaard formule zoals omschreven in de Ankom handleiding (Ankom.com, 2010) is als volgt:

$$\% \text{ ruwe celstof} = 100 \times \frac{(W3 - (W1 \times C1))}{W2}$$

W1 = Gewicht filterzakje in gram

W2 = Gewicht monster in gram

W3 = Gewichtsverlies na verassen

C1 = Correctie op leeg gewicht filterzakje

Inhoud filterzakje	Gewicht filterzakje in gram W1	Gewicht monster in gram W2	Verdwenen in de verasser in gram W3	C1	% RC
Zeefgoed	0,4847	0,5413	0,7216	0,9967	44,0605

Tabel 2 voorbeeld van een berekening met Ankom formule

Voorbeeld berekening C1 uit tabel 2 zie handleiding Ankom ruwe celstof analyse (Ankom.com, 2010).

Afgeleide formule Ankom

De formule is opgebouwd uit drie onderdelen.

Er worden maximaal 24 monsters geplaatst in het Ankom apparaat waaronder een aantal blanco filterzakjes. Deze blanco filterzakjes worden gebruikt om te bepalen wat er met de filterzakjes gebeurt tijdens de behandeling in Ankom. Van de filterzakjes wordt het percentage wat is uitgespoeld en het percentage as bepaald.

De filterzakjes en het monstermateriaal zijn apart van elkaar gewogen. De gemiddelde percentages van de uitkomsten van as wat is uitgespoeld en wat er van de blanco filterzakjes is uitgespoeld worden toegepast op de filterzakjes met monsters. Hierdoor kunnen de monsters ook apart worden berekend op ruwe celstof. Hieronder wordt het in stappen uitgelegd.

Stap 1:

In tabel 3 is het percentage berekend van de uitspoeling van het filterzakje en het asgehalte bepaald van een Ankomzakje. Door meer lege filterzakjes te behandelen en te berekenen kan het gemiddelde bepaald worden van de uitspoeling en de as.

Nummer filterzakje	Gewicht zakje	Gewicht na Ankom	Uitgespoeld Ankom gewicht	Percentage uitgespoeld	Gewicht na verassen	Percentage as
Gemiddeld in %	0,5018	0,4967	0,0051	1,00%	0,0018	0,36%

Tabel 3 berekening gemiddelde percentage uitgespoeld en as Ankomzakje, alle gewichten in gram

Percentage van filterzakje uitgespoeld:

Gewicht zakje – gewicht na Ankom = uitgespoeld Ankom gewicht

$$0,5018 - 0,4976 = 0,0051$$

uitgespoeld Ankom gewicht / gewicht zakje * 100%

$$0,0051 / 0,5018 * 100\% = 1,00\% \text{ uitgespoeld}$$

Percentage as:

Gewicht na verassen / gewicht zakje * 100%

$$0,0018 / 0,5018 * 100\% = 0,36\%$$

Stap 2:

Het filterzakje en monster zijn gescheiden van elkaar gewogen. Door nu de gemiddelde waarden van de uitkomsten van tabel 3 toe te passen op tabel 4 wordt het percentage uitspoeling en het percentage as bepaald van het filterzakje alleen.

Nummer filterzakje	Gewicht filterzakje in gram	1% wordt uitgespoeld	0,36% is as
28 Cellulose	0,5059	0,0051	0,0018

Tabel 4 berekening gemiddelde percentage uitgespoeld en gemiddelde percentage as van filterzakje

Percentage uitgespoeld:

Gewicht filterzakje in gram tabel 4 / 100% * gemiddelde percentage uitspoeling tabel 3

$$0,5059 / 100\% * 1\% = 0,0051 \text{ gram}$$

Percentage as:

$$0,5059 / 100\% * 0,36\% = 0,0018 \text{ gram}$$

Stap 3:

Het filterzakje en monster zijn apart gewogen. Door nu de uitkomsten van tabel 4 te verrekenen in tabel 5 kunnen de percentages van uitgespoeld monster, asgehalte monster en het ruwe celstof percentage worden berekend.

Gewicht monster gram	Totaal gewicht zakje en monster	Gewicht filterzakje + monster na Ankom	Totaal uitgespoeld Ankom	Uitspoeling monster	Percentage uitgespoeld	Totaal asgehalte	Asgehalte monster	Percentage as monster	% Ruwe celstof monster
0,7569	1,2628	1,1418	0,1210	0,1159	15,32	0,0030	0,0012	0,16	84,52

Tabel 5 berekening percentage uitgespoeld, percentage as van het monster en het ruwe celstof percentage

Percentage uitgespoeld:

Uitspoeling monster / gewicht monster * 100%

$0,1159 / 0,7569 * 100\% = 15,32\%$

Percentage as:

Asgehalte monster / gewicht monster * 100%

$0,0012 / 0,7569 * 100\% = 0,16\%$

Percentage ruwe celstof:

$100\% - \text{percentage uitgespoeld} - \text{percentage as monster}$

$100\% - 15,32\% - 0,16\% = 84,52\%$

3.2 Qicpic image analysis

Naast de Ankom methode zijn er twee testen gedaan met de Qicpic van het bedrijf Sympatec uit Etten-Leur. Dit is een systeem waarbij via beeldanalyse en een softwarepakket tweedimensionaal informatie wordt verkregen over deeltjesgrootte en deeltjesvorm. De deeltjes kunnen voorkomen in poeders van bijvoorbeeld de farmaceutische industrie, het kunnen vezels zijn, gemalen koffie of zandkorrels. Met een aparte unit, de Lixell, kunnen ook suspensies en emulsies worden gemeten (zie foto 4). De Qicpic meet met een laserlicht van 532 nanometer. De lichtbron kan worden ingesteld van 1 tot 500 Hz. Er kan gemeten worden met zeven verschillende lenzen voor een meetbereik van 1 tot 30.720 micrometer. Er kunnen 450 afbeeldingen per seconde worden gemaakt.



Foto 4 de Qicpic met de Lixell unit

De monsters zijn gemeten met het Sympatec Image Analysing systeem (IA) Qicpic met meetrange M7 (10-10.000 μm) in combinatie met het dispergeersysteem Lixell. Er is gebruik gemaakt van een doorstroomcuvet met een weglengte van 2 mm.

Met het standaard WINDOX 5 software pakket zijn vervolgens tabellen en grafische presentaties gemaakt. Deze tabellen zijn verwerkt in een analyserapport (H. van der Meer, 2012).

Bij de tweede test is er één monster geanalyseerd. Hierbij is weer de meetrange M7 (10-10.000 μm) gebruikt. In het bijbehorende analyserapport (H. van der Meer, 2013) staan alle tabellen en grafieken weergegeven. In hoofdstuk 4 staan enkele grafieken van de metingen.

3.3 Ondersteunende proeven en voorbehandeling van monsters

Naast de bovengenoemde methodes zijn er meerdere testen uitgevoerd om resultaten te kunnen verklaren en relaties te kunnen aantonen. Zie bladzijde 29 voor een schematisch overzicht van alle proeven.

Een van de proeven die is gedaan is bijvoorbeeld het koken van influent met waterstofperoxide om de papiervezel schoon te koken voor de behandeling in de Qicpic. Na de meting met de Qicpic is een droge stof bepaling gedaan om met de uitkomsten van de meting te kunnen rekenen. Zie tabel 6. Verschillende slibsoorten zijn ook gekookt met waterstofperoxide om te kijken of het vuil losgeweekt kan worden van de vezels. Influent, zeefgoed, de verschillende soorten slib en de gebruikte wc-papiersorten zijn bekeken onder de microscoop om te kijken of er vezels aanwezig zijn en of er verschillen zijn in vezelsamenstelling, zie paragraaf 4.3.

Influent gefilterd	Gewicht monster in gram	Influent in liter	Concentratie gram / liter	Percentage droge stof
Filter 1	0,0447	0,25	0,1788	0,018%

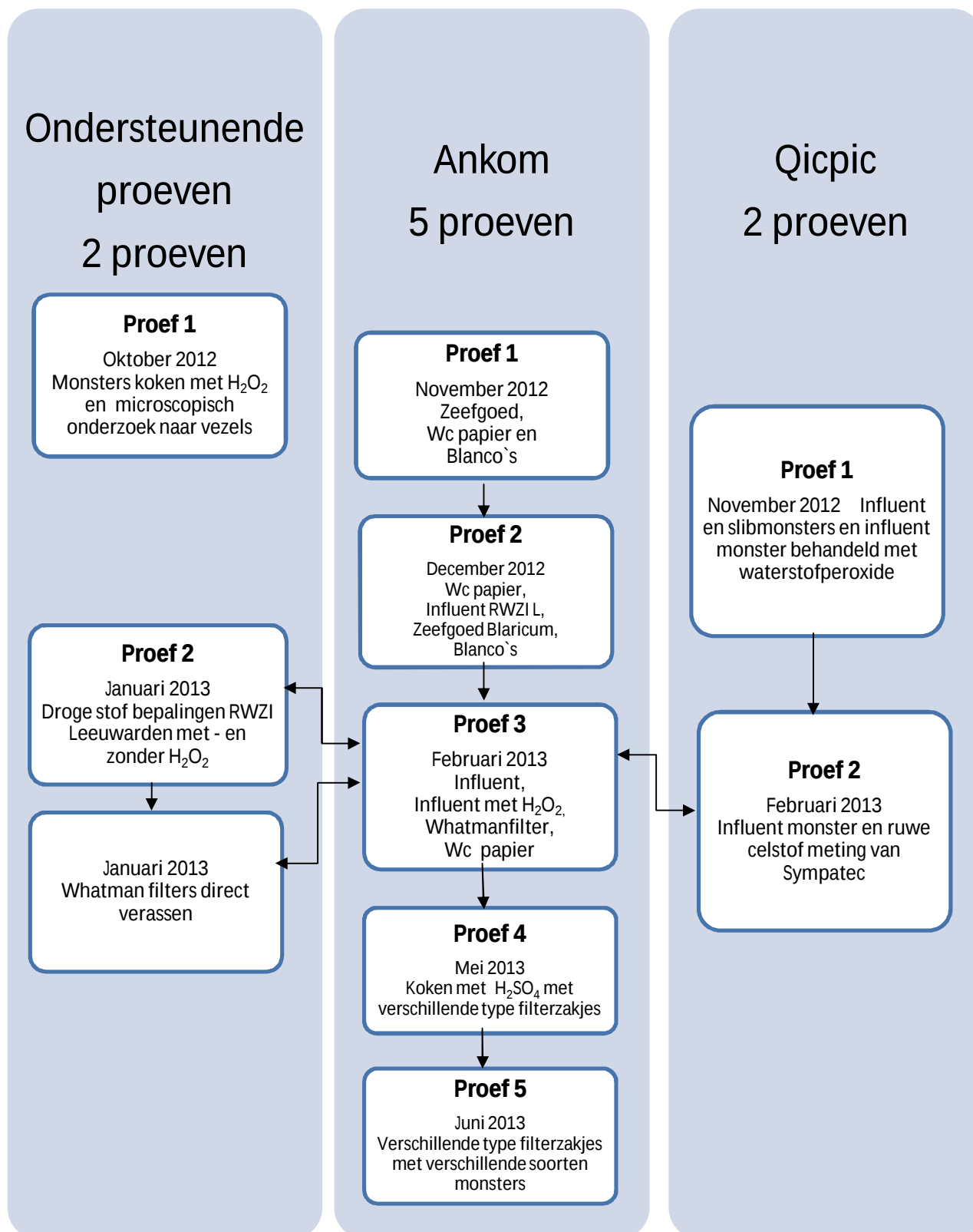
Tabel 6 droge stof bepaling

Gewicht monster / influent * 100%

$1 / 0,25 * 0,0447 = 0,1788 \text{ g} / 1000 \text{ ml} * 100\% = 0,018\% \text{ droge stof.}$

Schematisch overzicht van proeven

Voor uitgebreid verslag en resultaten van onderstaand overzicht, zie hoofdstuk 3 en 4.



Figuur 4 schematisch overzicht, bron: auteurs

4. Resultaten

4.1 Ankom fiber analyzer

In totaal zijn er vijf proeven met de Ankom fiber analyzer uitgevoerd. Bij de eerste drie proeven zijn de F57 filterzakjes gebruikt. Bij de vierde en vijfde proef zijn naast de F57 zakjes ook andere filterzakjes gebruikt, de XT4 en de zelfgemaakte nylon zakjes. De ruwe celstof percentages van de vijf uitgevoerde Ankom proeven staan in tabel 4 op blz.30. Voor alle (excel)berekeningen zie bijlage 3.

Proef 1: De uitkomsten van proef 1 waren wel voldoende om een volgende proef te starten.

Proef 2: In deze proef zijn meerdere soorten wc-papier getest om te kijken of er verschillen zijn. Bij deze en andere proeven is besloten om de monsters niet meer fijn te malen omdat de vezels dan zodanig klein kunnen worden dat er meer kans is dat ze uitspoelen. Bij het berekenen van de ruwe celstof percentages met de standaard Ankom formule kwamen er grote verschillen in de uitkomsten vergeleken met de wc-papier soort Tork van proef 1. Hierop is de formule aangepast. Zie berekeningen ruwe celstof 3.1.1. Na het toepassen van de aangepaste formule waren de uitkomsten van de ruwe celstof van proef 1 en 2 nagenoeg gelijk. Daarop is besloten een volgende proef te doen met wc-papier en influent. Dit in combinatie met een droge stof bepaling en een Qicpic meting.

Proef 3: Bij deze proef is een verbinding gezocht tussen de Ankom proef en de Qicpic meting. Hierbij is ook een droge stof bepaling gedaan van influent dat gekookt is zonder waterstofperoxide en met waterstofperoxide. De ruwe celstofpercentages van de Ankom en de uitkomsten van de telling van deeltjes die overeenkomen met vezels van de Qicpic meting konden zo vergeleken worden.

Het bleek lastig om het influent te filteren en zodoende genoeg materiaal te krijgen voor de Ankom behandeling. De filters verstopten gauw waardoor het influent er niet meer door loopt. Er bleven twee monsters over met een gewicht van 0,1605 en 0,1576 gram. Volgens de Ankom handleiding is er minstens een monstergewicht nodig van 0,5 gram.

Influent is gekookt met en zonder waterstofperoxide en de uitkomsten gaven een verschil van 25%. Het monster gekookt met waterstofperoxide had een hoger droge stof gehalte en het asgehalte is ook beduidend hoger.



Foto 5 gefilterd influent na Ankom behandeling

Na de behandeling in de Ankom is een zakje met influentmonster opengemaakt om te zien hoe het materiaal eruit ziet. Bij foto 5 is duidelijk te zien dat er papierachtig materiaal aanwezig is.

De ruwe celstof uitkomsten van het wc-papier zijn vergelijkbaar met proef 1 en 2. De Whatmanfilters geven de hoogste percentages ruwe celstof.

Proef 4: Gezien de uitkomsten van de vorige proeven is de volgende stap het proberen van verschillende typen filterzakjes. Het doel van deze test is om de verschillende maaswijdten van de zakjes te vergelijken met de eerdere proeven waar maar één maaswijdte (25 micron) is gebruikt. Er is gekozen voor het XT4 zakje van Ankom (2 tot 3 micron) en een zelfgemaakt zakje van nylon (15 micron).

Er zijn ook zakjes met inhoud gekookt in dezelfde zwavelzuuroplossing die gebruikt wordt bij de Ankom. Er is gekozen voor drie verschillende kooktijden om te kijken of de tijdsduur van koken effect heeft op het oplossen van de filterzakjes en de inhoud.

Er heeft een chemische reactie plaatsgevonden met de nylon zakjes, zie foto 6, de zakjes worden roze. Ook komt dit tot uiting in de berekeningen. De nylon zakjes hebben ook effect op de andere zakjes. Daarom is het moeilijk een conclusie te trekken. De tijdsduur van koken heeft niet of nauwelijks effect.

Uit de Ankom behandeling volgt dat de XT4 zakjes hogere percentages ruwe celstof laten zien dan de F57 zakjes. De verklaring hiervoor is waarschijnlijk de kleinere maaswijdte waardoor er minder vezels uitspoelen. Gezien de verkleuring van de zakjes is misschien ook het monstermateriaal aangetast en daardoor is de berekening niet helemaal betrouwbaar.

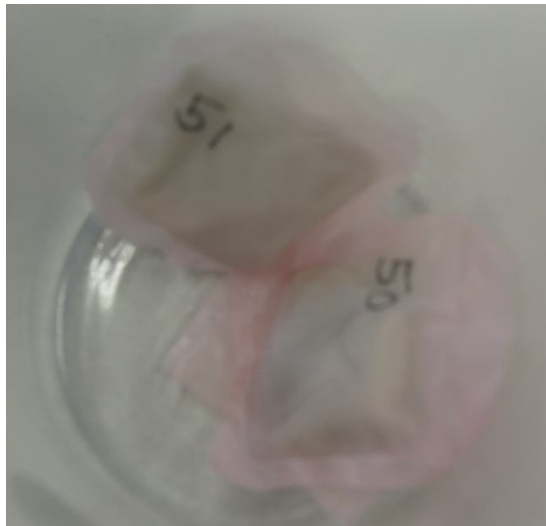


Foto 6 verkleuring van de nylonzakjes

Proef 5:

Na de 4^e proef is besloten om nog een laatste proef te doen met de twee soorten Ankom zakjes. Dit keer zijn er monsters van zeefgoed, slib en zeefgoed in combinatie met verschillende hoeveelheden Tork wc-papier gebruikt. Het doel van de verschillende hoeveelheden Tork wc-papier was om een ijklijn te krijgen.

Er is gekozen voor de wc-papier soort Tork omdat hier al veel resultaten van bekend zijn.

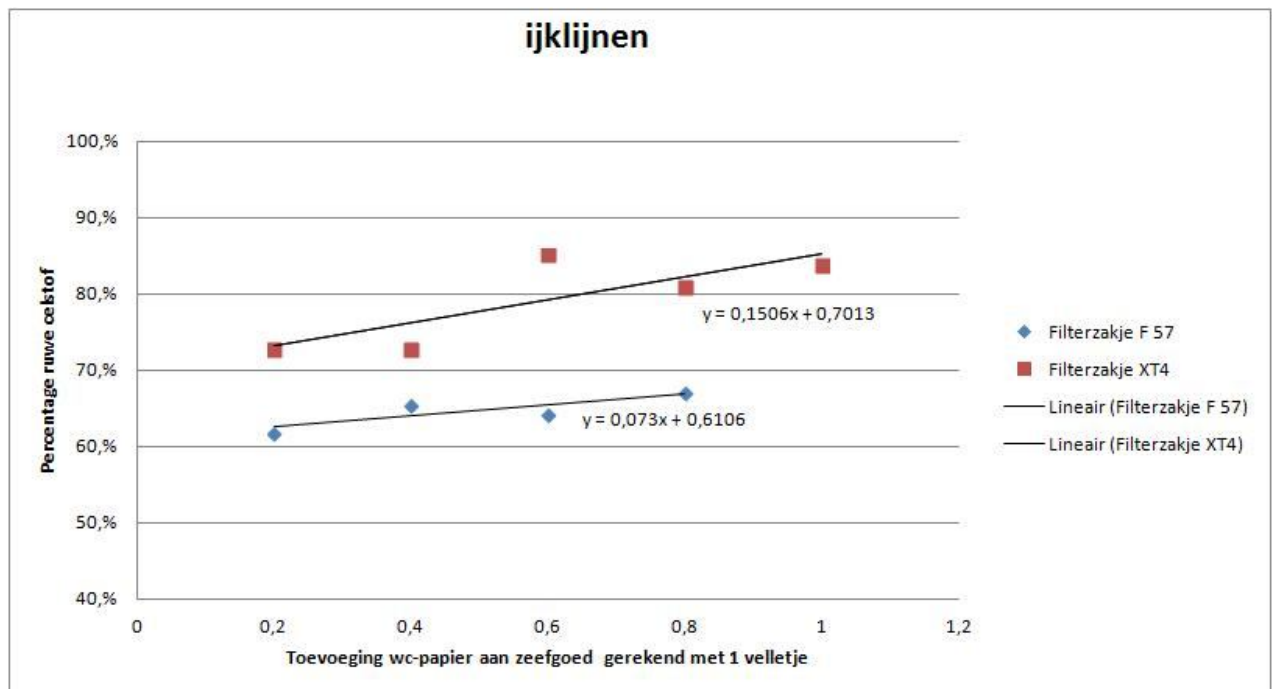
Het gebruikte slib bij deze proef is ingedikt secundair slib (surplusslib of spuislib) van de rwzi Blaricum wat net als het zeefgoed twee dagen buiten heeft gestaan om te drogen. Een deel van dit slib heeft net als een deel van het zeefgoed 22 uur in de droogstoof (105 graden Celsius) gestaan.

Het bleek lastig om bij de natte slib monsters de zakjes dicht te sealen, het is de vraag of er genoeg monster gewicht in de zakjes is gegaan.

Bij het uitknippen van de zakjes na de Ankom behandeling zijn de monsters niet schoon gewassen, er komt nog bruin water uit.

De XT4 zakjes blijven plakken aan de schaal en verliezen daarom een stuk van het zakje.

De uitkomsten bij het natte slib zijn negatief, dit is te verklaren door het lage monstergewicht en het uitspoelen van respectievelijk 92 % en 91 % van het monster bij filterzakje F57. Bij XT4 liggen de percentages op 64 % en 59 %.



Grafiek 1 de ijklijnen van de wc-papier toevoegingen in de twee typen filterzakjes

Werkwijze ijklijn:

Van een velletje Tork wc-papier is een strook van respectievelijk 20%, 40%, 60% en 80% gesneden en als laatste één heel velletje genomen en in verschillende filterzakjes gestopt met een toevoeging van zeefgoed. Deze werkwijze is toegepast met filterzakje F57 en XT4, zie grafiek 1. Vervolgens zijn de monsters net als de andere monsters behandeld in het Ankom apparaat. Op de x-as zijn de percentages wc-papier en zeefgoed weergegeven en op de y-as staan de ruwe celstof percentages.

	Proef 1 F57	Proef 2 F57	Proef 3 F57	Proef 4 F57	Proef 4 XT4	Proef 4 nylon	Proef 5 F57	Proef 5 XT4
Inhoud filterzakje	% ruwe celstof							
Zwartband filter		84,53						
Zwartband filter		83,63						
Zwartband filter		83,43						
Whatmanfilter			87,02	86,06	91,56	81,03		
Whatmanfilter			85,34	81,57	89,21			
Methyl cellulose				77,45	90,08	77,03		
Tork	74,84	77,17	76,75	78,12	81,39	78,29		
Tork	75,06	76,68	77,77	77,85	113,40			
Tork	75,58	76,00			90,17			
Page		80,18	78,27					
Page		80,11	78,34					
Page		80,38						
Lotus		82,75	79,07					
Lotus		82,03	78,89					
Lotus		82,87						
C1000		80,97						
C1000		79,48						
C1000		79,11						
AH		78,90						
AH		80,33						
AH		78,68						
Danke		76,88	74,94	75,78	85,99	74,00		
Danke		75,43	74,73	80,44	87,77			
Danke		75,37						
Zeefgoed	44,98							
Zeefgoed	42,01							
Zeefgoed	44,61							77,05
Zeefgoed d.stoof							61,45	84,18
Zeefgoed d.stoof							64,22	82,47
Zeefg+1 vel Tork							Zakje stuk	83,86
Zeefg.+4/5 Tork							67,09	81,06
Zeefg.+3/5 Tork							64,35	85,18
Zeefg.+2/5 Tork							65,54	72,80
Zeefg.+1/5 Tork							61,83	72,93
Slib droogstoof							50,12	61,97
Slib droogstoof							34,49	
Nat slib							-9,78	3
Nat slib							-4,33	-21,26
Influent			11,31					
Influent			12,23					

Tabel 7 percentage ruwe celstof Ankom proeven

4.2 Qicpic image analysis

Met de Qicpic zijn op 3 oktober 2012 en 30 januari 2013 metingen uitgevoerd.

Bij de eerste test zijn er verschillende monsters gemeten. Zie grafiek 2. Deze test was om te proberen wat voor mogelijkheden er zijn met de Qicpic. Hieronder volgt een opsomming van de gemeten monsters:

- Influent
- Actief slib 20x exact verdund
- Actief slib behandeld met H_2O_2 (waterstofperoxide)
- Actief slib behandeld met H_2O_2 1x verdund
- Influent behandeld met 30 % H_2O_2
- Actief slib ongeveer 10 x verdund
- Actief slib 10x exact verdund

Tijdens de meting is gebleken dat de monsters verdund moesten worden omdat er verstoppingen dreigden van de cuvet. Na de monsters te hebben verdund lukten de metingen. Met deze metingen worden alle deeltjes zichtbaar gemaakt, zie figuur 5.

	LEFI Aspect ratio Elongation Image number	388.596 μm 0.265 0.054 0
	LEFI Aspect ratio Elongation Image number	368.390 μm 0.222 0.060 0
	LEFI Aspect ratio Elongation Image number	257.713 μm 0.288 0.089 0
	LEFI Aspect ratio Elongation Image number	254.662 μm 0.236 0.094 0

Uitleg bij figuur 5:

Lefi is de lengte van een vezel.

Aspect ratio is exact bolvormig of vierkant.

Elongation is de verhouding tussen de diameter van een vezel en de lengte van een vezel.

Figuur 5 afgebeelde deeltjes door Qicpic bron: (H. van der Meer, 2013)

Formule: $\text{Elongation} = \text{diameter vezel} / \text{lengte vezel}$.

Image number is het nummer van het deeltje, in figuur 5 is geen nummer gegeven aan de deeltjes.

Door nu zelf parameters in te geven die overeenkomen met de afmetingen van een vezel kan er een selectie gemaakt worden van de deeltjes in een monster.

Na de eerste meting is in overleg met de heer van der Meer gekozen voor een tweede gratis meting. Normaal gesproken kosten deze metingen geld.

Gezien de uitkomsten van proef 1 is besloten om een tweede proef uit te voeren

Bij de tweede meting is er één monster gemeten (zie grafiek 3). De heer van der Meer had al een monster van methylcellulose gemeten. Van ditzelfde methylcellulose is ook een monster gebruikt in de Ankom.

Het meegebrachte monster is voorbehandeld. De totale hoeveelheid influent is 750 ml. Dit monster is aan de kook gebracht en daarna is in 4 stappen een totale hoeveelheid van 100 ml waterstofperoxide 30% toegevoegd. Na de 4e toevoeging was er geen reactie meer in het bekglas waar te nemen. De wand van het bekglas werd schoongespoten met demiwater om al het schuim wel in het monster te houden. Één uur na de eerste toevoeging van waterstofperoxide werd het koken gestopt.

Het monster van uiteindelijk 900 ml is bij Sympatec nog verdund met water tot een hoeveelheid van 1800 ml. Deze verdunning was nodig om verstopping van het meetsysteem te voorkomen.

Uitleg bij grafiek 3: De elongation is uitgezet tegen de volumeverdeling.

Er zijn verschillende metingen verricht met verschillende elongations. Eerst met een elongation kleiner dan 0,1 daarna kleiner dan 0,15 en als laatste een elongation kleiner dan 0,2.

Met een elongation kleiner dan 0,2 voldoen er meer “vezels” in deze formule dan gemeten met een elongation kleiner dan 0,1.

Er worden dus aannames gemaakt voor kenmerken van de vezels afkomstig van het wc-papier om berekeningen te kunnen maken met de uitkomsten van de meting.

Op de horizontale as wordt de elongation weergegeven en op de verticale as volumeverdeling.

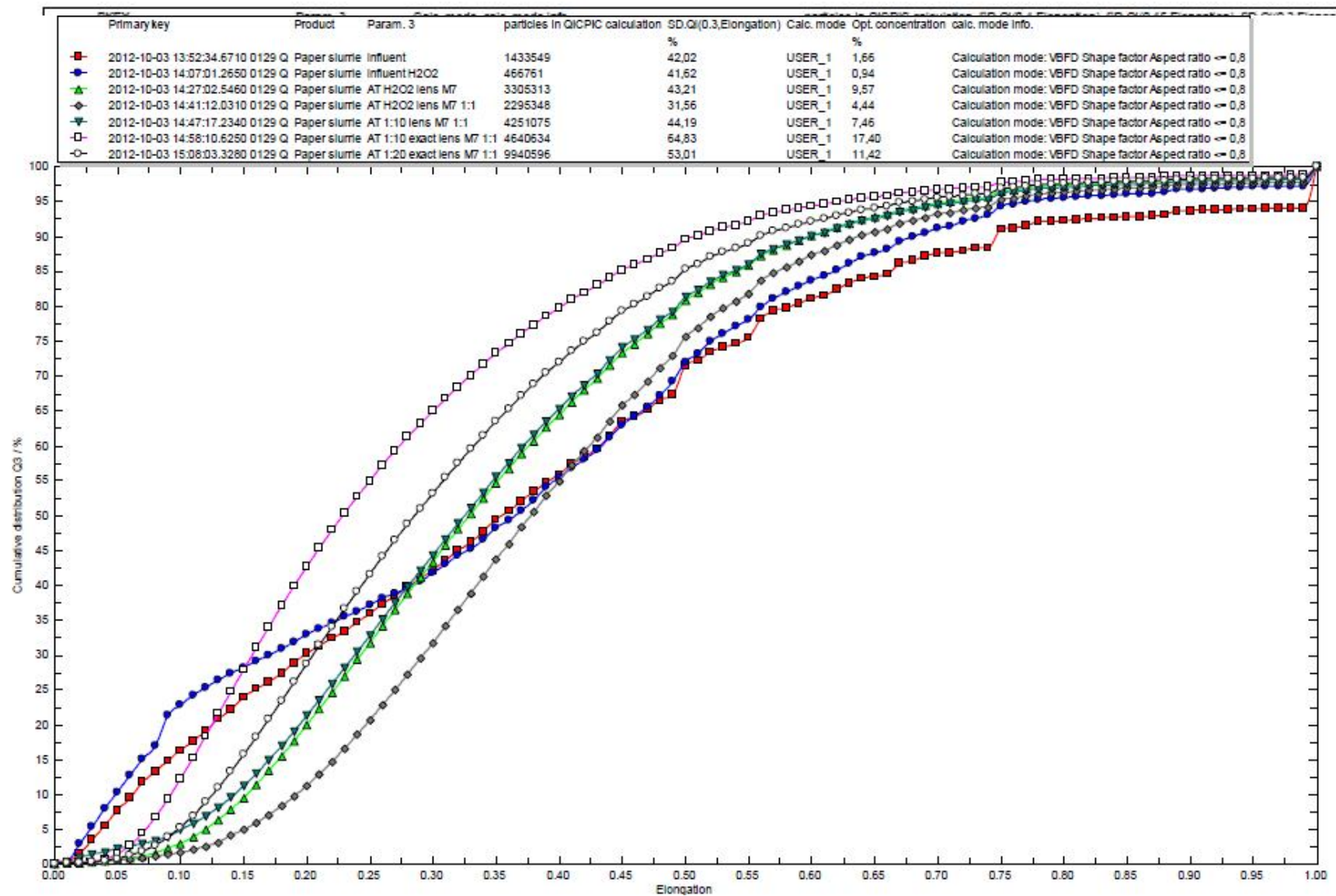
Wanneer we een elongation voor een vezel aannemen van $\leq 0,1$ dan zit er in het influent monster ongeveer 34 % van het volume van de deeltjes aan vezel dus 136.686.

Bij een aanname van de elongation voor de vezel $\leq 0,15$ dan zit er in het influent monster ongeveer 47 % van het volume van de deeltjes aan vezel dus 188.948

Bij een aanname van de elongation voor de vezel $\leq 0,2$ dan zit er in het influent monster ongeveer 57 % van het volume van de deeltjes aan vezel dus 229.150.

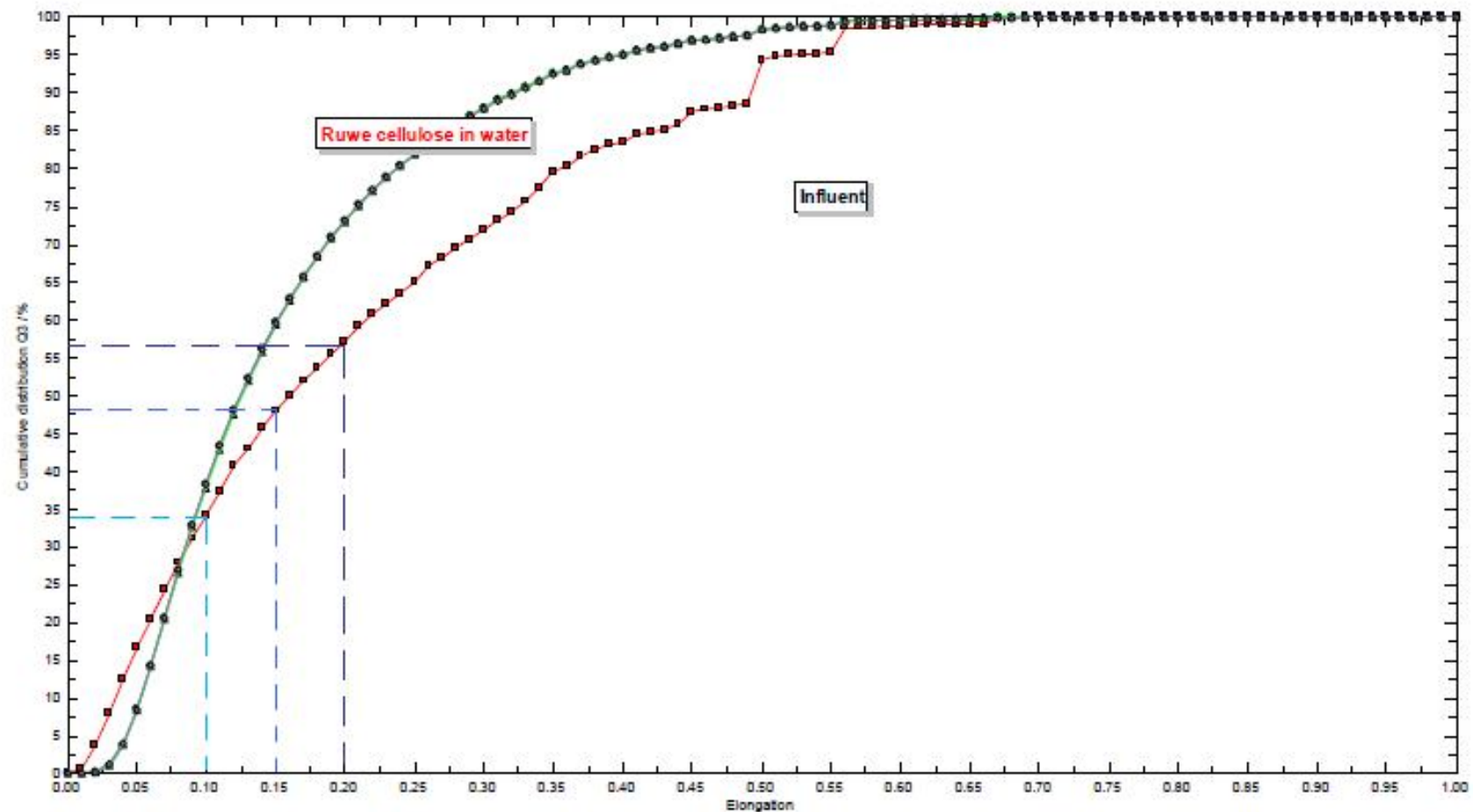
De lijnen van de ruwe cellulose en influent in de grafiek komen overeen.

Door nu een juiste elongation te bepalen worden er vergelijkbare uitkomsten verkregen als bij de proeven met de Ankom. Hiermee is het belang van een ijklijn aangetoond.



Grafiek 2 verschillende monsters gemeten met Qicpic, bron: (H. van der Meer, 2012).

PKKEY	Param. 3	Calc. mode	calc. mode info.	particles in QICPIC calculation	SD.QI(0.1,Elongation) %	SD.QI(0.15,Elongation) %	SD.QI(0.2,Elongati %
2013-01-30 14:07:39.6250 0175 Q Influent 1x extra verd	USER_6	Calculation mode: VBFD Shape factor Aspect ratio <= 0.6	402018		34.00	47.85	57.04
2013-01-29 14:44:30.3120 0175 Q cellulose	USER_6	Calculation mode: VBFD Shape factor Aspect ratio <= 0.6	115234		38.15	59.54	73.02
2013-01-29 14:43:49.6560 0175 Q cellulose	USER_6	Calculation mode: VBFD Shape factor Aspect ratio <= 0.6	114773		37.70	59.33	72.86
2013-01-29 14:43:09.1250 0175 Q cellulose	USER_6	Calculation mode: VBFD Shape factor Aspect ratio <= 0.6	116185		38.20	59.44	72.94



Grafiek 3 meting van influent en methylcellulose, bron: (H. van der Meer, 2013).

4.3 Ondersteunende proeven en voorbehandeling van monsters

Enkele gebruikte soorten wc papier zijn met de microscoop onderzocht. Hieronder zijn de merken Danke en Lotus wc-papier weergegeven als foto. Danke is het grijze wc papier en met de microscoop is te zien dat de samenstelling niet homogeen is, zie foto 6. In Lotus is de samenstelling homogener zie foto 7. Van het zeefgoed is ook een foto gemaakt zie foto 8. De vezels zijn minder duidelijk te zien dan bij de wc-papier soorten. Wel zijn de vezels lang genoeg om niet uit te spoelen. Ook op foto 9 en 10 zijn enkele papiervezels herkenbaar.

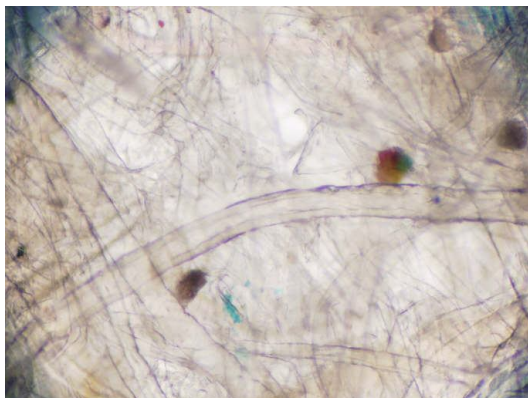


Foto 6 Danke 10x lens LBD- 2N

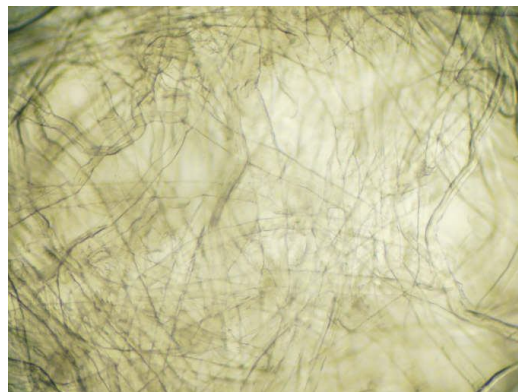


Foto 7 Lotus 10x lens LB 100

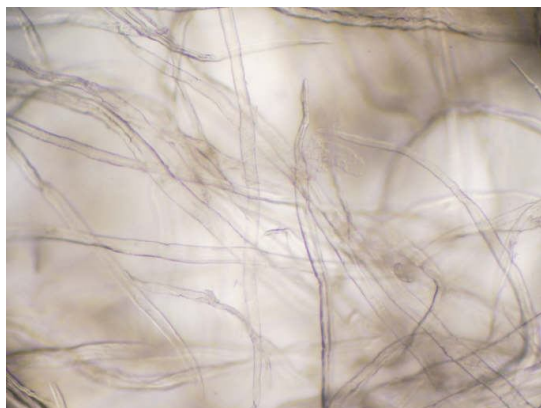


Foto 8 zeefgoed 10X

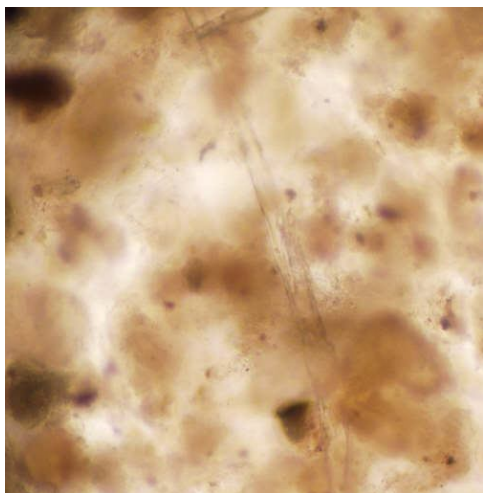


Foto 9 actief slib 10x

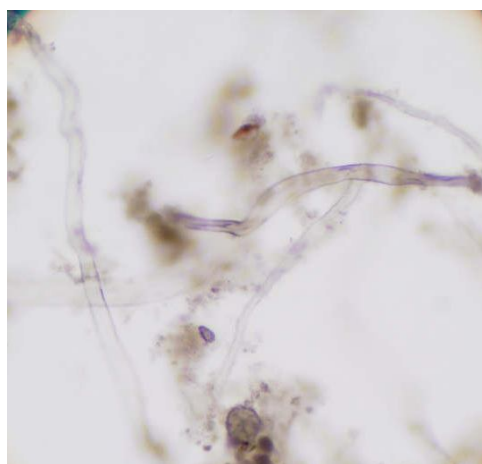


Foto 10 influent 10x

5. Discussie

Bij de Qicpic blijft het de vraag bij zeefgoed, influent en slibsoorten of wat je meet ook echt cellulosevezel is en niet een kunststofvezel. Er zijn meer proeven met de Qicpic nodig, in dit onderzoek zijn er twee metingen gedaan en niet meer in verband met de kosten.

Met elke volgende proef met de Qicpic bedragen de kosten 250 euro per meting en de aanschaf van een Qicpic kost 100.000 euro.

Het opgeven percentage cellulose van de wc-papierfabrikanten ligt beduidend hoger dan de uitkomsten van de Ankom methode, daarom is het de vraag of de methode wel geschikt is of de door de fabrikanten opgeven waardes kloppen niet. Ook bij de Whatmanfilters ligt het opgegeven asgehalte lager dan de waardes die uit de Ankom testen blijken. Het is onduidelijk hoe groot de meetfout is door het niet drogen van de filterzakjes en de monsters in een droogstoof. De handleiding van de ruwe celstof methode zou voor metingen aan rwzi monsters aangepast moeten worden.

Bij de ruwe celstof methode worden de eiwitten, suikers, zetmeel, vetten en delen van de structurele koolhydraten en lignine verwijderd. Cellulose en hemi-cellulose zijn structurele koolhydraten. Tijdens de ruwe celstof analyse met Ankom zouden er dus ook delen van cellulose en hemi-cellulose uitspoelen. Dit zou de lagere percentages aan ruwe celstof kunnen verklaren.

6. Conclusie

Er zijn verschillende (aangepaste) analysetechnieken uit andere bedrijfstakken geprobeerd voor het meten van cellulose in rwzi monsters. Er is niet één methode die geschikt is om in alle stappen van een rwzi cellulose te meten. De Ankom zou wel geschikt zijn om zeefgoed te kunnen meten. Slib wordt al een stuk lastiger. Bij de laatste Ankom proef komt er nog bruin water uit de zakjes met slib.

De zelfgemaakte nylon zakjes in dit onderzoek zijn niet geschikt voor de Ankom methode. Bij een grotere maaswijdte van de zakjes bij de Ankom spoelt er meer materiaal uit. Gezien de uitkomsten van de Ankom methode is het de vraag of de standaard Ankom formule wel geschikt is voor de monsters van influent, zeefgoed en verschillende soorten slib.

De asgehaltes van de Ankom zakjes komen niet overeen met de opgegeven waarden van Ankom.

Het behandelen met waterstofperoxide verhoogt zowel het droge stof als het asgehalte. De XT4 zakjes geven gemiddeld een 8% hoger percentage aan ruwe celstof dan de F57 zakjes.

7. Aanbevelingen

Bij een eventueel vervolgonderzoek met de Qicpic zou er eerst een ijklijn moeten komen door kleine stukjes wc-papier in suspensie te brengen in water.

Voor de Ankom zouden grotere zakjes gebruikt moeten worden, vooral om nat slib in te doen. Zakjes met nat slib zouden eerst weer in de droogstoof moeten drogen voordat ze geseald kunnen worden. Zelf zakjes maken zou wel kunnen maar dan is het aan te bevelen om de zakjes dicht te sealen en niet te naaien. Ook zou de leverancier van het filterdoek de zakjes kunnen maken.

De ADF en NDF bepaling in combinatie met de ADL zou ook geprobeerd kunnen worden met de Ankom fiber analyzer.

De handleiding van de ruwe celstof methode zou voor metingen aan rwzi monsters aangepast moeten worden.

Een andere methode die getest kan worden is de NIR (near infrared light of nabij infrarood spectroscopie) methode. Nabij infra rood spectroscopie is een relatief nieuwe technologie voor het bewaken van productkwaliteit en productieprocessen.

8. Literatuurlijst

(1999, juli). Opgeroepen op april 17, 2013, van CBS:

<http://www.cbs.nl/NR/rdonlyres/9298A7DA-5440-4298-A62B-02E7A6599E6F/0/k29907.pdf>

Agentschap NL MJA3. (2010). Opgeroepen op maart 23, 2013, van Agentschap NL: © Agentschap NL | juli 2010

AgentschapNL. (2011). Opgeroepen op juni 2013, van www.agentschap.nl:
<http://www.agentschapnl.nl/sites/default/files/MJP%202009-2012%20Afvalwaterzuivering%20Waterschappen%20-%20definitief.pdf>

Ankom.com. (2010). Opgeroepen op juni 2, 2013, van crude fiber analysis:
<http://www.ankom.com/media/documents/Method%201%20Crude%20Fiber%20Method%20-%20A2000%20-%20Rev%20E%20-4-13-11.pdf>

Ankom.com. (2010). Opgeroepen op april 27, 2013, van filterbags:
<http://www.ankom.com/product/fiber-filter-bags-100-count.aspx>

Biomassa. (2012). Opgeroepen op juni 2, 2013, van Biobasedeconomy:
<http://www.biobasedeconomy.nl/themas/biomassa/duurzame-delen-planten/>

Bwa-water. (2011, maart). Opgeroepen op juni 2, 2013, van http://bwa-water.nl/wp-content/uploads/2011/04/2011-02_Publicatie_Salsnes-v1.pdf

Campbell, N., & Reece, J. (2008). *Biology blz. 68-74*. San Francisco: Pearson Benjamin Cummings.

cbs bevolkingsteller. (2013). Opgeroepen op juni 1, 2013, van bevolking:
<http://www.cbs.nl/nl-NL/menu/themas/bevolking/cijfers/extra/bevolkingsteller.htm>

CEPI annual statistics 2010. (sd). Opgeroepen op januari 5, 2013, van www.vnp-online.nl, blz 77: <http://www.vnp-online.nl/index.cfm?firm=vnp&fuseaction=show.page&pageid=118>

Clay, S., Hodgkinson, A., Upton, J., & Green, M. (1996). Developing acceptable sewage screening practices. *Water Science and Technology* , 229-234.

Cobelpa. (2008, mei). Opgeroepen op juni 1, 2013, van groene aankopen:
<http://www.cobelpa.be/pdf/groeneaankopen.pdf>

Energiefabriek. (2012). Opgeroepen op mei 19, 2013, van <http://energiefabriek.com>

Fiber filter bags. (sd). Opgeroepen op april 27, 2013, van *Ankom.com*:
<http://www.ankom.com/product/fiber-filter-bags-100-count.aspx>

Gaiani, C., Boyanova, P., Hussain, R., Murrieta Pazos, I., Karam, M., Burgain, J., et al. (2011). Morphological descriptors and colour as a tool to better understand rehydration properties of dairy powders. *International dairy journal* , 462-469.

Godin, B., Agneessens, R., Gofflot, S., Lamaudiere, S., Sinnaeve, G., Gerin, P. A., et al. (2011). Revue bibliographique sur les methodes d'analyse des polysaccharides structuraux des biomasses lignocellulosiques. *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.* , 165-182.

- Grondstoffenfabriek. (2012). Opgeroepen op maart 10, 2013, van www.grondstoffabriek.com: <http://www.grondstoffabriek.com/wat-is-het/>
- H. van der Meer. (2012). *analyserapport nr.12-860/Q*. Etten-Leur: Sympatec.
- H. van der Meer. (2013). *analyserapport nr.13-873/Q*. Etten-Leur: Sympatec.
- Kassa. (2009, april 11). *wc-papier test*. Opgeroepen op mei 28, 2013, van <http://kassa.vara.nl/tests/details/tpid/120/test/wc-papiertest>
- Keijzers, I. E., Dam, D. J., & Yilmaz, D. G. (2011). *Cellulose, een eindeloze bron van mogelijkheden*. Wageningen: Food & Biobased Research nummer 1274.
- L&W products. (2012). Opgeroepen op oktober 2012, van fiber: http://w.com.datakultur.net/index.php?page=shop.product_details&flypage=flypage.tpl&product_id=97&category_id=8&option=com_virtuemart&Itemid=53&lang=en
- Li, M., Wilkinson, D., & Patchigolla, K. (2005). Comparison of particle size distributions measured using different techniques. *particulate science and technology*, 23 , 265-284.
- Liao, C., & K.Kannan. (2011). Widespread occurrence of bisphenol A in paper and paper products: implications for human exposure. *Environmental science & technology* , 9372-9379.
- Life sciences. (2010). Opgeroepen op juni 2013, van web textbook Division of life sciences, Komaba Organization for Educational Excellence, College of Arts and Sciences, The University of Tokyo.: http://csls-text.c.u-tokyo.ac.jp/inactive/01_00.html
- Liu, N., Qin, M., Gao, Y., Li, Z., Fu, Y., & Xu, Q. (2012). Pulp properties and fiber characteristics of xylanase treated aspen apmpl. *Bioresources* , 3367-3377.
- Marichal, M. d., Trujillo, A., Cadenazzi, M., & Arias, G. (2011). Fiber analysis: Evaluation of screen printing fabric filters bags by three statistical approaches. *Animal feed science and technology* , 79-85.
- Meeds, B., & Balmforth, D. (1995). Full-scale testing of mechanically raked bar screens. *Water and Environmental Management* , 614-620.
- Nieuwe voedingsmiddelen. (2013, mei 1). Opgeroepen op juni 2013, 4, van Het College ter Beoordeling van Geneesmiddelen (CBG): http://www.cbg-meb.nl/CBG/nl/nieuwe_voedingsmiddelen/actueel/Adviesrapport_voor_tweede_beoordeling_van_methylcellulose/default.htm
- Parravicini, V., Smidt, E., Svoldal, K., & Kroiss, H. (2006). Evaluating the stabilisation degree of digested sewage sludge: investigations at four municipal wastewater treatment plants. *Water Science & Technology* , 81-90.
- Petruțiu, D. (2011). *sustainable water cycle and waste water treatment*. Leeuwarden.
- Rabou, L., & Lips, S. (2003). *Phyllis database uitbreiding met biochemische samenstellingen ten behoeve van de productie van vloeibare en gasvormige brandstoffen*. Petten: ECN en Ato B.V.

- SCA. (2013). Opgeroepen op april 27 , 2013, van SCA:
<http://www.sca.com/en/ppc/Products2/Products1/Celeste1/Celeste-Manufacturing-Process/>
- Soest, P. v., & McQueen, R. (1973). The chemistry and estimation of fibre. *Symposium on fibre in human nutrition*, (pp. 123-130). Edinburgh University.
- STOWA. (2010). *Influent fijnzeven in rwzi's*. Amersfoort: Stichting Toegepast Onderzoek Waterbeheer.
- STOWA. (2012). *Verkenning naar mogelijkheden voor verwaarding van zeefgoed*. Amersfoort: Stichting Toegepast Onderzoek Waterbeheer.
- Syutsubo, K., Yoochatchaval, W., Tsushima, I., Araki, N., Kubota, K., Onodera, T., et al. (2011). Evaluation of sludge properties in a pilot-scale UASB reactor for sewage treatment in a temperate region. *Water Science & Technology* , 1959-1966.
- Toiletpapier*. (2007). Opgeroepen op maart 10, 2013, van wetenschap.info.nu:
<http://wetenschap.info.nu/techniek/2841-toiletpapier-wc-papier.html>
- Tournois, H. (1994). Biologisch afbreekbare polymeren. *Chemische feitelijkheden* ,
<http://www.chemischefeitelijkheden.nl/Uploads/Magazines/h109-Biologisch-afbreekbare-polymeren.pdf>.
- Tucker, M., Nguyen, Q., Eddy, F., Kaddam, K., Gedvilas, L., & Webb, J. (2001). Fourier transform infrared quantitative analysis of sugars and lignin in pretreated softwood solid residues. *Applied biochemistry and biotechnology* , 51-61.
- Unie van Waterschappen. (2011). Opgeroepen op maart 5, 2013, van Unie van Waterschappen: http://www.uvw.nl/nieuwsbrief-maart-201111.html?newsdetail=20110323-277_stand-van-zaken-meerjarenafpraak-energie-efficiency-mja3
- Unie van Waterschappen. (2012). Opgeroepen op maart 5, 2013, van Unie van Waterschappen: *Afvalwaterketen tot 2030.pdf*
- Updegraff, D. (1969). Semimicro Determination of Cellulose in Biological Materials. *analytical biochemistry* 32 , 420-424.
- Valente, T., Detmann, E., de Campos Valadares Filho, S., Paulino, M., Figueiras, J., & de Souza, M. (2011). Simulation of variations in the composition of samples in the evaluation of neutral detergent fiber contents by using cellulose standard in filter bags made from different textiles. *Revista Brasileira de Zootecnia* , 1596-1602.
- VNP. (2013, juni 1). Opgeroepen op juni 1, 2013, van Koninklijke vereniging van Nederlandse papier - en karton fabrieken: <http://vnp.nl/wp-content/uploads/2013/05/Jaarverslag-2012.pdf>
- VNP. (2013). Opgeroepen op januari 5, 2013, van www.vnp-online.nl: <http://www.vnp-online.nl/index.cfm?firm=vnp&fuseaction=show.page&pageid=151>
- Wang, X. (2008). *Feasibility of glucose recovery from municipal sewage sludges as feedstocks using acid hydrolyse*. Kingston, Ontario, Canada: Queen's University.

Williamson, M. (2006). Kajaani Fiber Analysis Products: Laboratory quality precision with online analyzer reliability. *Pulp and paper* , 8-11.

www.danke.de. (2013). Opgeroepen op juni 2, 2013, van <http://www.danke.de/>

www.lampe.nl. (2013). Opgeroepen op april 2013, van producten:
http://www.lampe.nl/4_producten/22_vloeistoffiltratie

Xiang, Q., Lee, Y., Pettersson, P., & Torget, R. (2003). Heterogeneous aspects of acid hydrolysis of alpha cellulose. *applied biochemistry and biotechnology* , 504-514.

Xu, F., Yu, J., Tesso, T., Dowell, F., & Wang, D. (2013). Qualitative and quantitative analysis of lignocellulosic biomass using infrared techniques: a mini review. *Applied energy* , 801-809.

9. Bijlagen

Bijlage 1 Antwoorden wc-papierproducenten

In onderstaande tabel 8 staat een overzicht van gecontacteerde wc-papier producenten / wc-papier merken met de vraag wat de samenstelling is van wc-papier.

Merk/producent	Contact via	Reactie	Website
Tork (SCA)	info@tork.nl	geen	www.tork.nl
Page (Kimberly Clark)	0800-0227171	bedrijfsgeheim	www.page.nl
Kimberly Clark	jeff@jefflindsay.com	geen	www.jefflindsay.com
Danke (SCA)	consumentenservice@sca.com	100%oudpapier, bleken met zuurstof	www.danke.de

Tabel 8 reacties producenten wc-papier

AOCS Approved Procedure Ba 6a-05
ANKOM Technology

Method 7
4/14/11

Crude Fiber Analysis in Feeds By Filter Bag Technique (For A200, A200I)

DEFINITION

This method determines crude fiber which is the organic residue remaining after digesting with 0.255N H_2SO_4 and 0.313N NaOH. The compounds removed are predominantly protein, sugar, starch, lipids and portions of both the structural carbohydrates and lignin.

SCOPE

This method is applicable for all feed materials such as grains, meals, pet foods, mixed feeds, forages and the following oilseeds: corn and soybeans.

APPARATUS

1. Analytical Balance—capable of weighing down to 0.1 mg.
2. Oven—capable of maintaining a temperature of $102 \pm 2^\circ C$.
3. Electric muffle furnace—with rheostat control and pyrometer that will maintain a temperature of $600 \pm 15^\circ C$.
4. Digestion instrument—capable of performing the digestion at $100 \pm 0.5^\circ C$ and maintaining a pressure of 10-25 psi. The instrument must also be capable of creating a similar flow around each sample to ensure uniformity of extraction. (ANKOM²⁰⁰ w/65 rpm agitation, ANKOM Technology).
5. Filter bags—constructed from chemically inert and heat resistant filter media, capable of being heat sealed closed and able to retain 25 micron particles while permitting rapid solution penetration (F57 or F58, ANKOM Technology, see Numbered Notes 1).
6. Heat sealer—sufficient for sealing the filter bags closed to ensure complete closure (1915, ANKOM Technology).
7. Desiccator pouch—collapsible sealable pouch with desiccant inside that enables the removal of air from around the filter bags (MoistureStop Weigh Pouch, ANKOM Technology).
8. Marking pen—solvent and acid resistant (F08, ANKOM Technology).

REAGENTS

1. Sulfuric acid solution— $0.255 \pm 0.005N$. 1.25 g H_2SO_4 /100 mL. Concentration must be checked by titration (see Notes, *Caution*).
2. Sodium hydroxide solution— $0.313 \pm 0.005N$. 1.25 g NaOH/100 mL. Concentration must be checked by titration (see Notes, *Caution*).

PREPARATION OF SAMPLE

Grind samples through a centrifugal mill with a 2 mm screen or cutter type (Wiley) mill with a 1 mm screen.

Samples ground finer may show particle loss from the filter bags and result in low values.

PROCEDURE

1. Use a solvent and acid resistant marker to label the filter bags. Weigh filter bag (W_1) and zero balance.

Note—Do not pre-dry filter bags; any moisture will be accounted for by the blank bag correction.

2. Weigh 0.95-1.00 g of prepared sample (W_2) directly in filter bag. Avoid placing the sample on the upper 4 mm of the bag.
3. Using a heat sealer, completely seal the upper edge of the filter bag within 4 mm of the top.

Note—Use sufficient heat to completely seal the filter bag and allow enough cool time (2 sec) before removing the bag from the heat sealer.

4. Weigh one blank bag and include in run to determine blank bag correction (C_1 , see Number Note 2).
5. Extract fat from samples by placing all bags into a 250 mL container. Add enough petroleum ether to cover bags and soak for 10 min. Pour off solvent and allow bags to air-dry. Spread sample uniformly inside the filter bag by shaking and flicking the bag to eliminate clumping.
6. Place a maximum of 24 bags into the Bag Suspender. All nine trays are used regardless of the number of bags being processed. Place three bags per tray and then stack trays on center post with each level rotated 120 degrees. Insert the Bag Suspender with bags into the fiber analyzer vessel and place the Bag Suspender weight on top of the empty 9th tray to keep it submerged.

Note—Prior to inserting the Bag Suspender, if the vessel temperature is warm from a previous run, add cool water and exhaust.

7. When processing 24 sample bags, pour 1900-2000 mL of ambient temperature acid ($0.255N H_2SO_4$) solution into the fiber analyzer vessel. If

processing less than 20 bags, add 100 ml/bag of acid solution (use minimum of 1500 mL to ensure Bag Suspender is covered).

8. Turn Agitate and Heat on and confirm that Bag Suspender is agitating properly. Close and completely seal the lid of vessel. Extract samples for a total of 40 min.
9. At end of extraction, turn Heat and Agitate off. Open the drain valve (slowly at first) and exhaust hot solution before opening lid.

Note—The solution in the vessel is under pressure. The exhaust valve needs to be opened to release the pressure and solution prior to opening the lid.

10. After the solution has been exhausted, close the exhaust valve and open the lid. Add 1900 mL of (50-90°C) rinse water and agitate for 5 min. The lid may be sealed with the Heat on or left open with the Heat off. Repeat hot water rinse (total of two rinses).
11. When processing 24 sample bags, pour 1900-2000 mL of ambient temperature base (0.313N NaOH) solution over the Bag Suspender in the vessel. If processing less than 20 bags add 100 mL/bag of the base solution (minimum of 1500 mL).
12. Turn Agitate and Heat on and confirm that Bag Suspender is agitating properly. Close and completely seal the lid of vessel. Extract samples for a total of 40 min.
13. At end of extraction, turn Heat and Agitate off. Open the drain valve (slowly at first) and exhaust hot solution before opening lid.

Note—The solution in the vessel is under pressure. The exhaust valve needs to be opened to release the pressure and solution prior to opening the lid.

14. After the solution has been exhausted, close the exhaust valve and open the lid. Add 1900 mL of (50-90°C) rinse water and agitate for 5 min. The lid may be sealed with the Heat on or left open with the Heat off. Repeat hot water rinse (total of three rinses).
15. When the rinsing process is complete remove the samples. Gently press out excess water from bags. Place bags in a 250 mL beaker and add enough acetone to cover bags and soak for 3-5 min.
16. Remove bags from acetone and place on a wire screen to air-dry. Completely dry in oven at 102±2°C (most ovens will complete drying within 2-4 hrs).

Note—Do not place bags in the oven until acetone has completely evaporated.

17. Remove bags from oven, place directly into a collapsible desiccant pouch and flatten to remove air. Cool to ambient temperature and weigh bags.

Note—Do not use conventional desiccator container.

18. Ash the entire bag/sample in pre-weighed crucible for 2 hrs at 600±15°C, cool in desiccator and weigh to calculate loss of weight of organic matter (W_3).

CALCULATIONS

$$\% \text{ Crude Fiber} = 100 \times \frac{(W_3 - (W_1 \times C_1))}{W_2}$$

Where: W_1 = Bag tare weight

W_2 = Sample weight

W_3 = Weight of Organic Matter (Loss of weight on ignition of bag and fiber)

C_1 = Ash corrected blank bag factor (loss of weight on ignition of blank bag/original blank bag)

PRECISION

Results of the collaborative study (see tables 1 & 2) indicates the precision (S_r , RSD_r , r) that the analyst should use as a benchmark for evaluating replication in the same laboratory.

NOTES

Caution

Sulfuric acid is a strong acid and will cause severe burns. Protective clothing should be worn when working with this acid. Always add acid to water and not the reverse.

Sodium hydroxide can severely burn skin, eyes and respiratory tract. Protective clothing should be worn when working with this acid. Always add caustic material to water and not the reverse.

Petroleum ether and acetone are extremely flammable. Avoid static electricity. A fume hood should be used at all times when using petroleum ether or acetone.

NUMBERED NOTES

1. F57 filter bags may produce up to 0.5% units lower values on finely ground feed samples. Finely ground samples are samples with fiber particles less than 25 microns.

2. A running average blank bag correction factor (C_1) should be used in the calculation of fiber. The inclusion of a blank bag in each run is mainly used as an indicator of particle loss. A C_1 larger than 1.0000 indicates that sample particles were lost from filter bags and deposited on the blank bag. Any fiber particle loss from the filter bags will generate erroneous results. If particle loss is observed then grinding method needs to be evaluated.

Table 1. Results of the international collaborative study of the Filter Bag Technique for crude fiber compared with three laboratories using an Official Crude Fiber Method.

Collaborative Laboratory No.	Rep	Whole Corn	Cattle Feed	Alfalfa	Whole Soy	Poultry Starter	Calf Starter	Swine Feed	Horse Feed	Soy Meal	Pig Starter	Dog Food
% Crude Fiber												
1	1	2.1	14.5	22.6	9.8	4.7	11.0	17.5	6.4	3.7	2.8	1.3
	2	1.8	14.2	22.4	9.9	4.9	10.7	17.2	6.5	4.0	2.9	1.3
2	1	1.7	14.8 C	22.5	7.2 C	4.4	10.4	17.4	5.8	3.4	2.6	7.1 C
	2	2.0	20.2 C	23.0	10.1 C	4.7	11.1	17.4	6.0	3.5	2.8	1.0 C
3	1	1.6	14.1	22.5	10.1	4.6	10.8	17.6	6.6	3.9	3.1	2.0
	2	1.9	14.6	22.5	10.3	4.7	10.9	17.6	6.8	4.0	3.2	1.6
4	1	1.6	14.2	22.2	9.5	4.4	10.6	17.1	6.2	3.4	3.0	1.3
	2	1.7	14.7	22.2	9.9	4.7	10.5	16.9	6.4	3.7	2.9	1.3
5	1	1.5	13.9	22.7	9.5	4.8	10.5	17.3	5.9	3.6	2.8	1.3
	2	1.8	14.5	22.4	10.1	4.7	10.5	17.6	6.0	3.5	2.7	1.4
6	1	1.8	14.1	22.6	9.3	4.7	10.9	17.2	6.3	3.7	2.8	1.2
	2	2.0	14.3	21.9	9.4	4.5	10.4	17.2	6.1	3.8	3.0	1.3
7	1	1.7	14.5	24.0	10.0	4.8	10.7	17.4	6.1	3.7	3.0	1.2
	2	1.5	14.8	23.6	10.0	4.3	10.4	17.4	6.2	4.0	2.9	1.1
8	1	1.6	15.0	22.3	9.3	4.6	10.7	17.4 C	6.0 C	3.7	2.5	0.5
	2	1.6	14.4	22.9	10.0	4.3	10.8	2.4 C	5.2 C	3.4	2.6	1.1
9	1	1.4	14.4	21.9	8.9	4.6	10.4	17.0	5.9	3.4	2.7	1.3
	2	1.8	14.3	22.6	9.6	4.2	10.4	16.6	5.9	3.7	2.7	1.2
10	1	1.7	14.1	21.4	9.3	4.5	10.8	17.0	6.3	3.8	2.9	1.4
	2	1.7	14.2	22.1	9.8	4.8	10.9	17.3	6.3	3.6	2.8	1.4
11	1	1.4	14.3	23.3	8.5	4.7	10.9	17.7 C	6.1	3.6	2.8	1.3
	2	1.5	15.9	24.1	8.9	5.5	11.9	19.1 C	6.2	4.2	2.9	0.6
Mean		1.69	14.44	22.62	9.60	4.65	10.73	17.27	6.21	3.70	2.83	1.25
Official Method Laboratories ^a												
% Crude Fiber												
Central Analytical		1.8	14.5	23.0	10.2	4.4	9.3 G	14.7 G	6.8	2.9	1.9 G	3.4 G
Hahn Laboratories, Inc.		2.0	14.0	21.2	8.4	4.2	10.6	17.4	5.7	4.2	2.9	1.6
SDSU Olson Bio. Lab		2.4	14.2	23.8	10.1	4.6	10.8	17.4	6.8	4.1	2.8	1.3
Mean		2.05	14.23	22.67	9.57	4.40	10.70	17.40	6.43	3.73	2.85	1.45

Outliers: C-Chochran, G-Grubbs, DG-Double Grubbs

^a AOCS Official Method Ba 6-84, AOAC 962.09

Table 2. Summary of the statistical analysis of the Filter Bag Technique crude fiber collaborative study, including comparison with the Official Method.

Sample type	Whole Corn	Cattle Feed	Alfalfa	Whole Soy	Poultry Starter	Calf Starter	Swine Feed	Horse Feed	Soy Meal	Pig Starter	Dog Food
Number of laboratories	11	10	11	10	11	11	9	10	11	11	10
Number of replicates	22	20	22	20	22	22	18	20	22	22	20
Overall FBT mean	1.69	14.44	22.62	9.60	4.65	10.73	17.27	6.21	3.70	2.83	1.25
Official Method mean ^a	2.05	14.23	22.67	9.57	4.40	10.70	17.40	6.43	3.73	2.85	1.45
S _r	0.16	0.44	0.36	0.32	0.26	0.28	0.18	0.10	0.20	0.09	0.23
S _R	0.19	0.44	0.67	0.48	0.27	0.33	0.28	0.27	0.22	0.17	0.31
RSD _r , %	9.6	3.1	1.6	3.3	5.5	2.6	1.1	1.6	5.3	3.3	18.1
RSD _R , %	11.4	3.1	2.9	5.0	5.8	3.1	1.6	4.3	6.0	6.0	24.5
r	0.46	1.23	1.00	0.88	0.72	0.80	0.51	0.27	0.55	0.26	0.64
R	0.54	1.23	1.86	1.34	0.75	0.94	0.78	0.75	0.62	0.48	0.86
HORRAT VALUE	3.07	1.14	1.18	1.75	1.82	1.11	0.62	1.42	1.83	1.75	6.34

^a Official Method AOCS Ba 6-84/AOAC 962.09

Bijlage 3 Resultaten (Excel)berekeningen Ankom proeven 1 tot en met 5 en ondersteunende proef.

Ankom proef 1

Nummer filterzakje	Gewicht filterzakje in gram	1% wordt uitgespoeld	0,36% is as
Zeefgoed 1	0,4847	0,0048	0,0017
Zeefgoed 2	0,4826	0,0048	0,0017
Zeefgoed 3	0,5188	0,0052	0,0018
WC Tork 4	0,5033	0,0050	0,0018
WC Tork 5	0,4953	0,0050	0,0018
WC Tork 6	0,4987	0,0050	0,0018

Gewicht monster in gram	Totaal gewicht zakje en monster	Gewicht filterzakje + monster na Ankom	Totaal uitgespoeld Ankom	Uitspoeling monster	Percentage uitgespoeld	Totaal asgehalte	Asgehalte monster	Percentage as monster	Ruwe celstof monster	Berekening volgens Ankom% RC
0,5413	1,0260	0,727	0,2990	0,2942	54,34	0,0054	0,0037	0,68	44,98	44,06
0,5526	1,0352	0,7135	0,3217	0,3169	57,34	0,0053	0,0036	0,65	42,01	41,11
0,5801	1,0989	0,7762	0,3227	0,3175	54,73	0,0057	0,0039	0,66	44,60	43,68
0,5800	1,0833	0,9362	0,1471	0,1421	24,49	0,0057	0,0039	0,67	74,83	73,94
0,6052	1,1005	0,9493	0,1512	0,1462	24,17	0,0065	0,0047	0,78	75,05	74,21
0,5185	1,0172	0,8896	0,1276	0,1226	23,65	0,0058	0,0040	0,78	75,58	74,59

Ankom proef 2

Nummer filterzakje	Gewicht filterzakje in gram	1% wordt uitgespoeld	0,36% is as
28 Cellulose	0,5059	0,0051	0,0018
29 Cellulose	0,4949	0,0049	0,0018
30 Cellulose	0,4929	0,0049	0,0018
31 Tork	0,4989	0,0050	0,0018
32 Tork	0,4802	0,0048	0,0017
33 Tork	0,4951	0,0050	0,0018
34 Page	0,5031	0,0050	0,0018
35 Page	0,4804	0,0048	0,0017
36 Page	0,4862	0,0049	0,0017
37 Lotus	0,4802	0,0048	0,0017
38 Lotus	0,4893	0,0049	0,0017
39 Lotus	0,5099	0,0051	0,0018
40 C1000	0,4916	0,0049	0,0017
41 C1000	0,505	0,0051	0,0018
42 C1000	0,5035	0,0050	0,0018
43 AH	0,5116	0,0051	0,0018
44 AH	0,5007	0,0050	0,0018
45 AH	0,5049	0,0050	0,0018
46 Danke	0,4903	0,0049	0,0017
47 Danke	0,5005	0,0050	0,0018
48 Danke	0,5016	0,0050	0,0018

Gewicht monster in gram	Totaal gewicht zakje en monster	Gewicht filterzakje + monster na Ankom	Totaal uitgespoeld Ankom	Uitspoeling monster	Percentage uitgespoeld	Totaal asgehalte	Asgehalte monster	Percentage as monster	Ruwe celstof monster	Berekening volgens Ankom% RC
0,7569	1,2628	1,1418	0,1210	0,1159	15,32	0,0030	0,0012	0,16	84,52	99,89
0,7799	1,2748	1,1431	0,1317	0,1268	16,25	0,0027	0,0009	0,12	83,63	99,77
0,7693	1,2622	1,1305	0,1317	0,1268	16,48	0,0025	0,0007	0,10	83,42	99,86
0,7057	1,2046	1,0435	0,1611	0,1561	22,12	0,0068	0,0050	0,71	77,17	99,27
0,7070	1,1872	1,0234	0,1638	0,1590	22,49	0,0076	0,0059	0,83	76,68	99,19
0,7058	1,2009	1,0311	0,1698	0,1648	23,36	0,0063	0,0045	0,64	76,00	99,37
0,6976	1,2007	1,0620	0,1387	0,1337	19,16	0,0064	0,0046	0,66	80,18	99,35
0,6896	1,1700	1,0324	0,1376	0,1328	19,26	0,0061	0,0044	0,64	80,11	99,4
0,6901	1,1763	1,0396	0,1367	0,1318	19,10	0,0053	0,0036	0,52	80,38	99,52
0,6579	1,1381	1,0239	0,1142	0,1094	16,63	0,0058	0,0041	0,62	82,75	99,39
0,6557	1,1450	1,0259	0,1191	0,1142	17,42	0,0054	0,0037	0,56	82,02	99,44
0,6564	1,1663	1,0530	0,1133	0,1082	16,48	0,0061	0,0043	0,65	82,86	99,37
0,6349	1,1265	1,0039	0,1226	0,1177	18,54	0,0049	0,0032	0,50	80,97	99,51
0,6395	1,1445	1,0136	0,1309	0,1258	19,68	0,0072	0,0054	0,85	79,48	99,09
0,6599	1,1634	1,0239	0,1395	0,1345	20,38	0,0052	0,0034	0,52	79,11	99,46
0,7368	1,2484	1,0924	0,1560	0,1509	20,48	0,0064	0,0046	0,62	78,90	99,36
0,7357	1,2364	1,0901	0,1463	0,1413	19,21	0,0052	0,0034	0,46	80,33	99,46
0,7388	1,2437	1,0842	0,1595	0,1545	20,91	0,0049	0,0031	0,42	78,67	99,49
0,8821	1,3724	1,1824	0,1900	0,1851	20,98	0,0206	0,0189	2,14	76,88	97,83
0,8844	1,3849	1,1749	0,2100	0,2050	23,18	0,0141	0,0123	1,39	75,43	98,64
0,8867	1,3883	1,1789	0,2094	0,2044	23,05	0,0158	0,0140	1,58	75,37	98,45

Ondersteunende proef

Gewicht- en percentage as whatmanfilter direct verast

	Gewicht filter	Gewicht na verassen	Percentage as
Filter 1	1,2236	0,001	0,082%
Filter 2	1,2279	0,0012	0,098%
gemiddelde	1,2258	0,0011	0,090%

Influent gefilterd

Influent gefilterd
Filter 1
Filter 2
Filter 3

Gewicht monster in gram	Influent in liter	Concentratie Gr/L	Percentage droge stof
0,0447	0,25	0,1788	0,018%
0,1001	0,25	0,4004	0,040%
0,1148	0,25	0,4592	0,046%

Influent gefilterd en gekookt met waterstofperoxide

Influent gefilterd	Gekookt en waterstofperoxide toegevoegd
Filter 4	100 ml
Filter 5	100 ml
Filter 6	100 ml

Gewicht monster in gram	Influent in liter	Concentratie Gr/L	Percentage droge stof
0,2104	0,75	0,2805	0,028%
0,2870	0,7	0,4100	0,041%
0,2411	0,75	0,3215	0,032%

Influent gefilterd in Ankomzakjes

Influent gefilterd	Gewicht filterzakje in gram	Totaal gewicht zakje en monster	Gewicht monster in gram	Concentratie Gr/L	Percentage droge stof
Influent 1 (1L Ankom)	0,4658	0,6298	0,1640	0,1640	0,016%
Influent 2 (1L Ankom)	0,4801	0,6625	0,1824	0,1824	0,018%

correctie whatmanfilter

Influent gefilterd	Gewicht filter in gram	Gewicht na verassen	percentage as
Filter 1 + 2	1,2258	0,0011	0,090%

Monster Etten-Leur, droge stof en asgehalte

Gewicht monster in gram	Gewicht filter	Totaal gewicht M+F	1 Liter influent	Concentratie Gr/L	Percentage droge stof	Totaal gewicht as	Asgehalte monster	Percentage as monster
0,626	1,2782	1,9042	0,75	0,8347	0,083%	0,1356	0,1345	21,49%

Ankom proef 3

Berekening gemiddelde percentage uitgespoeld en as Ankomzakje

Nummer filterzakje	Gewicht zakje	Gewicht na Ankom	Uitgespoeld ankom gewicht	Percentage uitgespoeld	Gewicht na verassen	Percentage as
Blanco 1	0,4912	0,4865	0,0047	0,96	0,0036	0,73
Blanco 2	0,5084	0,5031	0,0053	1,04	0,003	0,59
Gemiddeld in %				1,00		0,66

Berekening Ankom

Nummer filterzakje	Gewicht filterzakje in gram	1% wordt uitgespoeld	0,66% is as	Gewicht monster in gram	Totaal gewicht zakje en monster	Gewicht filterzakje + monster na Ankom	Totaal uitgespoeld Ankom	Uitspoeling monster
Danke 1	0,4894	0,0049	0,0032	1,2521	1,7415	1,4413	0,3002	0,2953
Danke 2	0,4973	0,0050	0,0033	1,2393	1,7366	1,4322	0,3044	0,2994
Lotus 3	0,4930	0,0049	0,0033	1,3033	1,7963	1,5299	0,2664	0,2615
Lotus 4	0,4966	0,0050	0,0033	1,3018	1,7984	1,5286	0,2698	0,2648
Page 5	0,4978	0,0050	0,0033	1,3930	1,8908	1,5902	0,3006	0,2956
Page 6	0,4829	0,0048	0,0032	1,3849	1,8678	1,5774	0,2904	0,2856
Tork 7	0,4858	0,0049	0,0032	1,4639	1,9497	1,6166	0,3331	0,3282
Tork 8	0,4933	0,0049	0,0033	1,4611	1,9544	1,6387	0,3157	0,3108
Whatman filter 11	0,4308	0,0043	0,0028	0,9849	1,4157	1,2852	0,1305	0,1262
Whatman filter 12	0,4490	0,0045	0,0030	0,9308	1,3798	1,2407	0,1391	0,1346
Influent 1 (1L Ankom)	0,4669	0,0047	0,0031	0,1605	0,6274	0,4866	0,1408	0,1361
Influent 2 (1L Ankom)	0,4448	0,0044	0,0029	0,1576	0,6024	0,4663	0,1361	0,1317

Berekening gemiddelde percentage uitgespoeld en as Whatmanfilter behandeld in ankom

	Gewicht filter	gewicht filter uitgespoeld	Percentage uitgespoeld	Gewicht na verassen	Percentage as
Filter 11	0,9849	0,1262	12,81%	0,0017	0,17%
Filter 12	0,9308	0,1346	14,46%	0,0018	0,19%
Gemiddeld in %			13,64%		0,18%

Berekening Ankom

Percentage uitgespoeld	Totaal asgehalte	Asgehalte monster	Percentage as monster	Ruwe celstof monster %
23,58%	0,0218	0,0186	1,48%	74,93%
24,16%	0,0171	0,0138	1,11%	74,72%
20,06%	0,0146	0,0113	0,87%	79,07%
20,34%	0,0133	0,0100	0,77%	78,89%
21,22%	0,0104	0,0071	0,51%	78,27%
20,62%	0,0176	0,0144	1,04%	78,34%
22,42%	0,0154	0,0122	0,83%	76,74%
21,27%	0,0173	0,0140	0,96%	77,77%
12,81%	0,0045	0,0017	0,17%	87,02%
14,46%	0,0048	0,0018	0,20%	85,34%
84,82%	0,0093	0,0062	3,87%	11,31%
83,54%	0,0096	0,0067	4,23%	12,24%

Gewicht- en percentage as whatmanfilter direct verast

	Gewicht filter	Gewicht na verassen	Percentage as
Filter	2,6349	0,0024	0,091%

Gewicht na droogstoof - gewicht schaal - gewicht
filter na correctie



Gewicht monster in gram	Gewicht filter na correctie	Gewicht monster na correctie	Concentratie Gr/L	Percentage droge stof	Totaal asgehalte	Asgehalte monster	Percentage as monster	Percentage as monster
0,2017	1,1438	0,3823	0,3823	0,038%	0,0322	0,0298	14,78%	7,80%
0,1983	1,1311	0,3770	0,3770	0,038%	0,0258	0,0234	11,82%	6,22%
0,1968	1,1336	0,3759	0,3759	0,038%	0,0261	0,0237	12,06%	6,31%

Influent gefilterd zonder correctie whatman filter

Influent gefilterd	Gewicht monster in gram	1 Liter influent	Concentratie Gr/L	Percentage droge stof	Totaal asgehalte	Asgehalte monster	Percentage as monster
Filter 1	0,2017	1	0,2017	0,020%	0,0322	0,0298	14,78%
Filter 2	0,1983	1	0,1983	0,020%	0,0258	0,0234	11,82%
Filter 3	0,1968	1	0,1968	0,020%	0,0261	0,0237	12,06%

Influent gefilterd met correctie whatman filter

Influent gefilterd	Gewicht filter in gram	13,64% wordt uitgespoeld	0,18% is as
Filter 1	1,3244	0,18	0,0024
Filter 2	1,3098	0,18	0,0024
Filter 3	1,3127	0,18	0,0024

Influent gefilterd en gekookt met waterstofperoxide zonder correctie whatman filter

Influent gefilterd	Gekookt en waterstofperoxide toegevoegd	Gewicht monster in gram	1 Liter influent	Concentratie Gr/L	Percentage droge stof	Totaal asgehalte	Asgehalte monster	Percentage as monster
Filter 4	60 ml	0,2411	1	0,2411	0,024%	0,1492	0,1468	60,89%
Filter 5	60 ml	0,2898	1	0,2898	0,029%	0,1028	0,1004	34,66%
Filter 6	60 ml	0,2575	1	0,2575	0,026%	0,1792	0,1768	68,67%

Influent gefilterd en gekookt met waterstofperoxide met correctie whatman filter

Influent gefilterd	Gewicht filter in gram	13,64% wordt uitgespoeld	0,18% is as
Filter 4	1,3125	0,18	0,0024
Filter 5	1,3104	0,18	0,0024
Filter 6	1,3180	0,18	0,0024

Gewicht monster in gram	Gewicht filter na correctie	Gewicht monster na correctie	Concentratie Gr/L	Percentage droge stof	Totaal asgehalte	Asgehalte monster	Percentage as monster	Percentage as monster
0,2411	1,1335	0,4201	0,4201	0,042%	0,1492	0,1468	60,90%	34,95%
0,2898	1,1317	0,4685	0,4685	0,047%	0,1028	0,1004	34,66%	21,44%
0,2575	1,1382	0,4373	0,4373	0,044%	0,1792	0,1768	68,67%	40,44%

Indampen Influent

12 Liter influent	Gewicht indamprest	Droge stof in gr/L	Percentage droge stof	Gewicht na verassen in gr	Percentage as monster
Indamprest 1	0,3883			0,1456	
Indamprest 2	1,5921			0,5060	
Totaal	1,9804	0,1650	0,017%	0,6516	32,90%

Influent gefilterd in Ankomzakjes

Influent gefilterd	Gewicht filterzakje in gram	Totaal gewicht zakje en monster	Gewicht monster in gram	Concentratie Gr/L	Percentage droge stof
Influent 1 (1L Ankom)	0,4669	0,6274	0,1605	0,1605	0,016%
Influent 2 (1L Ankom)	0,4448	0,6024	0,1576	0,1576	0,016%

Ankom proef 4

Berekening gemiddelde percentage uitgespoeld en as Ankomzakje

Nummer filterzakje	Gewicht zakje	Gewicht na Ankom	Uitgespoeld ankom gewicht	Percentage uitgespoeld	Gewicht na verassen	Percentage as
F57 blanco	0,4830	0,4793	0,0037	0,77%	0,0089	1,84%
Gemiddelde in %				0,77%		1,84%
XT4 blanco	0,4125	0,4061	0,0064	1,55%	0,0072	1,75%
XT4 blanco	0,4095	0,3996	0,0099	2,42%	0,0055	1,34%
Gemiddelde in %				1,98%		1,54%
15 micron blanco	0,3257	0,3213	0,0044	1,35%	0,0038	1,17%
15 micron blanco	0,3046	0,3003	0,0043	1,41%	0,0047	1,54%
Gemiddelde in %				1,38%		1,35%

Het gemiddelde percentage uitgespoeld en het gemiddelde percentage as gebruikt voor de verdere berekeningen, zie kleur geel en grijs

Berekening Ankom

Nummer filterzakje	Gewicht filterzakje in gram	% wordt uitgespoeld	% is as	Gewicht monster in gram	Totaal gewicht zakje en monster	Gewicht filterzakje + monster na Ankom	Totaal uitgespoeld Ankom	Uitspoeling monster
F57 Whatmanfilter	0,4726	0,0036	0,0087	0,9145	1,3871	1,2538	0,1333	0,1297
F57 cellulose Sympatec	0,4775	0,0037	0,0088	0,7557	1,2332	1,0551	0,1781	0,1744
F57 Whatmanfilter	0,4760	0,0036	0,0088	0,9549	1,4309	1,2493	0,1816	0,1780
F57 Danke	0,4760	0,0036	0,0088	1,3159	1,7919	1,5022	0,2897	0,2861
F57 Danke	0,5087	0,0039	0,0094	1,3197	1,8284	1,5876	0,2408	0,2369
F57 Tork	0,5100	0,0039	0,0094	1,3721	1,8821	1,5862	0,2959	0,2920
F57 Tork	0,5038	0,0039	0,0093	1,3789	1,8827	1,5966	0,2861	0,2822
XT4 Whatmanfilter	0,4111	0,0082	0,0063	0,9296	1,3407	1,2628	0,0779	0,0697
XT4 Whatmanfilter	0,4321	0,0086	0,0067	0,9500	1,3821	1,2829	0,0992	0,0906
XT4 cellulose Sympatec	0,4337	0,0086	0,0067	0,6333	1,0670	1,0048	0,0622	0,0536
XT4 Tork	0,4325	0,0086	0,0067	1,3713	1,8038	1,5736	0,2302	0,2216
XT4 Danke	0,4091	0,0081	0,0063	1,3162	1,7253	1,5599	0,1654	0,1573
XT4 Danke	0,4037	0,0080	0,0062	1,3114	1,7151	1,5746	0,1405	0,1325
XT4 Tork	0,3949	0,0078	0,0061	1,3700	1,7649	1,9935	-0,2286	-0,2364
XT4 Tork	0,4198	0,0083	0,0065	1,3727	1,7925	1,6962	0,0963	0,0880
15 micron Whatmanfilter	0,2757	0,0038	0,0037	0,9771	1,2528	1,0688	0,1840	0,1802
15 micron cellulose Sympatec	0,3207	0,0044	0,0043	0,6718	0,9925	0,8356	0,1569	0,1525
15 micron Danke	0,3838	0,0053	0,0052	1,3114	1,6952	1,3715	0,3237	0,3184
15 micron Tork	0,3541	0,0049	0,0048	1,3739	1,7280	1,43969	0,28831	0,2834

Percentage uitgespoeld	Totaal asgehalte	Asgehalte monster	Percentage as monster	Ruwe celstof monster	
14,18%	0,0065	-0,0022	-0,24%	86,06%	
23,08%	0,0048	-0,0040	-0,53%	77,45%	
18,64%	0,0068	-0,0020	-0,21%	81,57%	
21,74%	0,0414	0,0326	2,48%	75,78%	
17,95%	0,0306	0,0212	1,61%	80,44%	
21,28%	0,0176	0,0082	0,60%	78,12%	
20,47%	0,0325	0,0232	1,68%	77,85%	79,61%
7,50%	0,0151	0,0088	0,94%	91,56%	
9,54%	0,0186	0,0119	1,26%	89,21%	
8,46%	0,0159	0,0092	1,45%	90,08%	
16,16%	0,0403	0,0336	2,45%	81,39%	
11,95%	0,0335	0,0272	2,07%	85,99%	
10,10%	0,0341	0,0279	2,12%	87,77%	87,67%
-17,26%	0,0589	0,0528	3,85%	113,40%	
6,41%	0,0534	0,0469	3,42%	90,17%	88,92%
18,44%	0,0089	0,0052	0,53%	81,03%	
22,70%	0,0062	0,0019	0,28%	77,03%	
24,28%	0,0278	0,0226	1,72%	74,00%	
20,63%	0,0196	0,0148	1,08%	78,29%	77,59%

Koken met zwavelzuur

In deze proef zijn er in drie verschillende bekerglazen, 3 verschillende soorten zakjes gekookt in zwavelzuur. Er zijn 3 verschillende kooktijden gehanteerd.

Van een aantal monsters is het asgehalte bepaald.

Bekerglas 1	Gewicht zakje	Gewicht monster in gram	Totaal gewicht zakje en monster
F57 leeg	0,5028	0,0000	0,5028
F57 Danke	0,4883	1,3150	1,8033
F57 Tork	0,4847	1,4205	1,9052
XT4 leeg	0,4041	0,0000	0,4041
XT4 Danke	0,4061	1,3159	1,722
XT4 Tork	0,3968	1,4213	1,8181
15 micron n leeg	0,3331	0,0000	0,3331
15 micron Danke	0,3436	1,3100	1,6536
15 micron Tork	0,3204	1,4249	1,7453

Gewicht zakjes na 20 minuten koken en drogen	Vershil voor en na koken/drogen	Percentage uitgespoeld	Gewicht kroesje + monster voor verassen	gewicht kroesje + monster na verassen	monster totaal verdwenen	Totaal asgehalte	Percentage as monster	Ruwe celstof monster
0,5043	-0,0015	-0,30%						100,30%
1,6798	0,1235	7,35%	17,1894	15,5281	1,6613	0,0185	1,10%	91,55%
1,7892	0,1160	6,48%						93,52%
0,4281	-0,0240	-5,61%	19,1669	18,7381	0,4288	-0,0007	-0,16%	105,77%
1,6177	0,1043	6,45%						93,55%
1,7098	0,1083	6,33%						93,67%
0,3457	-0,0126	-3,64%						103,64%
1,5129	0,1407	9,30%	23,0756	21,5750	1,5006	0,0123	0,81%	89,89%
1,6139	0,1314	8,14%						91,86%

Bekerglas 2	Gewicht zakje	Gewicht monster in gram	Totaal gewicht zakje en monster
F57 leeg	0,5200	0,0000	0,5200
F57 Danke	0,5170	1,3160	1,8330
F57 Tork	0,4919	1,4192	1,9111
XT4 leeg	0,4178	0,0000	0,4178
XT4 Danke	0,4138	1,3152	1,7290
XT4 Tork	0,4330	1,4245	1,8575
15 micron leeg	0,3352	0,0000	0,3352
15 micron Danke	0,3163	1,3110	1,6273
15 micron Tork	0,3526	1,3760	1,7286

Gewicht zakjes na 40 minuten koken en drogen	Vershil voor en na koken/drogen	Ruwe celstof monster
0,5233	-0,0033	100,33%
1,6742	0,1588	84,12%
1,7711	0,1400	86,00%
0,4292	-0,0114	101,14%
1,5930	0,1360	86,40%
1,7424	0,1151	88,49%
0,3498	-0,0146	101,46%
1,4728	0,1545	84,55%
1,5792	0,1494	85,06%

Bekerglas 3	Gewicht zakje	Gewicht monster in gram	Totaal gewicht zakje en monster
F57 leeg	0,4815	0,0000	0,4815
F57 Danke	0,4894	1,3055	1,7949
F57 Tork	0,4914	1,4182	1,9096
XT4 leeg	0,4376	0,0000	0,4376
XT4 Danke	0,4149	1,3146	1,7295
XT4 Tork	0,4548	1,4230	1,8778
15 micron leeg	0,2869	0,0000	0,2869
15 micron Danke	0,3573	1,3735	1,7308
15 micron Tork	0,3269	1,3769	1,7038

Gewicht zakjes na 60 minuten koken en drogen	Verskil voor en na koken/drogen	Percentage uitgespoeld	Gewicht kroesje + monster voor verassen	gewicht kroesje + monster na verassen	monster totaal verdwenen	Totaal asgehalte	Percentage as monster	Ruwe celstof monster
0,5108	-0,0293	-5,74%						105,74%
1,6231	0,1718	10,58%	19,3979	17,7851	1,6128	0,0103	0,63%	88,78%
1,7443	0,1653	9,48%						90,52%
0,4597	-0,0221	-4,81%						104,81%
1,5600	0,1695	10,87%	17,4666	15,9195	1,5471	0,0129	0,83%	88,31%
1,7554	0,1224	6,97%						93,03%
0,2959	-0,009	-3,04%						103,04%
1,5762	0,1546	9,81%						90,19%
1,5470	0,1568	10,14%	25,1944	23,6631	1,5313	0,0157	1,01%	88,85%

Ankom proef 5

Nummer filterzakje	Gewicht zakje	Gewicht na Ankom	Uitgespoeld gewicht	Percentage uitgespoeld	Gewicht as	Percentage as	
F57 blanco	0,5091	0,5108	-0,0017	-0,33%	0,0021	0,41%	
F57 blanco	0,4830	0,4793	0,0037	0,77%	0,0089	1,84%	Komt uit proef 4
Gemiddeld in %				0,22%		1,13%	
XT 4 blanco	0,4356	0,4251	0,0105	2,41%	0,0016	0,37%	
XT4 blanco	0,4125	0,4061	0,0064	1,55%	0,0072	1,75%	Komt uit proef 4
XT4 blanco	0,4095	0,3996	0,0099	2,42%	0,0055	1,34%	Komt uit proef 4
Gemiddeld in %				2,13%		1,15%	

Het percentage uitgespoeld en het percentage as wordt gebruikt voor de verdere berekeningen, zie kleur geel en grijs. Door aanwezigheid van slibmonsters worden de filterzakjes vervuild? Ook de gemiddelde waarden van proef 4 meegenomen.

Nummer filterzakje	Gewicht filterzakje in gram	% wordt uitgespoeld	% is as
F57 gedroogd slib droogstoof	0,5073	0,0011	0,0057
F57 gedroogd slib droogstoof	0,5010	0,0011	0,0056
F57 zeefgoed droogstoof	0,4931	0,0011	0,0056
F57 zeefgoed droogstoof	0,4859	0,0010	0,0055
F57 zeefgoed+Tork 1 vel	0,4786	0,0010	0,0054
F57 zeefgoed+Tork 1/5 vel	0,4884	0,0011	0,0055
F57 zeefgoed+Tork 4/5 vel	0,4824	0,0010	0,0054
F57 zeefgoed+Tork 3/5 vel	0,5089	0,0011	0,0057
F57 zeefgoed+Tork 2/5 vel	0,5114	0,0011	0,0058
F57 nat slib	0,4882	0,0011	0,0055
F57 nat slib	0,5171	0,0011	0,0058
XT4 gedroogd slib droogstoof	0,4090	0,0087	0,0047
XT4 zeefgoed droogstoof	0,4446	0,0095	0,0051
XT4 zeefgoed droogstoof	0,4474	0,0095	0,0052
XT4 zeefgoed	0,4281	0,0091	0,0049
XT4 zeefgoed+Tork 1 vel	0,4082	0,0087	0,0047
XT4 zeefgoed+Tork 4/5 vel	0,4162	0,0089	0,0048
XT4 zeefgoed+Tork 3/5 vel	0,4310	0,0092	0,0050
XT4 zeefgoed+Tork 2/5 vel	0,4162	0,0089	0,0048
XT4 zeefgoed+Tork 1/5 vel	0,3930	0,0084	0,0045
XT4 nat slib	0,4261	0,0091	0,0049
XT4 nat slib	0,4421	0,0094	0,0051

2,3494

3,192

4,062

2,362

Gewicht monster in gram	Totaal gewicht zakje en monster	Gewicht filterzakje + monster na Ankom	Totaal uitgespoeld Ankom	Uitspoeling monster	Percentage uitgespoeld	Totaal asgehalte	Asgehalte monster	Percentage as monster	Ruwe celstof monster	
3,2889	3,7962	2,3148	1,4814	1,4803	45,01%	0,5267	16,01%	4,87%	50,12%	
1,7150	2,2160	1,2085	1,0075	1,0064	58,68%	0,2009	11,71%	6,83%	34,49%	
1,2567	1,7498	1,2893	0,4605	0,4594	36,56%	0,0314	2,50%	1,99%	61,45%	
1,2890	1,7749	1,3407	0,4342	0,4332	33,60%	0,0362	2,81%	2,18%	64,22%	
1,5794	2,0580	*****	*****	*****	*****	*****	*****	*****	*****	Filterzakje verdwenen in ankom apparaat
1,2046	1,6930	1,2535	0,4395	0,4384	36,40%	0,0257	2,13%	1,77%	61,83%	
1,8234	2,3058	1,7252	0,5806	0,5796	31,78%	0,0374	2,05%	1,12%	67,09%	
1,6106	2,1195	1,5624	0,5571	0,5560	34,52%	0,0292	1,81%	1,13%	64,35%	
1,6108	2,1222	1,5744	0,5478	0,5467	33,94%	0,0136	0,84%	0,52%	65,54%	
0,23494	0,7231	0,5080	0,2151	0,2141	91,12%	0,0103	4,38%	18,66%	-9,78%	Teruggerekend naar DS (is 10%)
0,3192	0,8363	0,5410	0,2953	0,2942	92,16%	0,0124	3,88%	12,17%	-4,33%	Teruggerekend naar DS (is 10%)
2,4673	2,8763	2,1162	0,7601	0,7514	30,45%	0,4613	18,70%	7,58%	61,97%	
1,0776	1,5222	1,3949	0,1273	0,1178	10,94%	0,0567	5,26%	4,88%	84,18%	
1,1413	1,5887	1,4277	0,1610	0,1515	13,27%	0,0555	4,86%	4,26%	82,47%	
1,2163	1,6444	1,4000	0,2444	0,2353	19,35%	0,0534	4,39%	3,61%	77,05%	
1,4400	1,8482	1,6493	0,1989	0,1902	13,21%	0,0607	4,22%	2,93%	83,86%	
1,2413	1,6575	1,4512	0,2063	0,1974	15,91%	0,0467	3,76%	3,03%	81,06%	
1,1405	1,5715	1,4423	0,1292	0,1200	10,52%	0,0559	4,90%	4,30%	85,18%	
1,0320	1,4482	1,1892	0,2590	0,2501	24,24%	0,0315	3,05%	2,96%	72,80%	
1,0383	1,4313	1,1854	0,2459	0,2375	22,88%	0,0452	4,35%	4,19%	72,93%	
0,36359	0,7897	0,5465	0,2432	0,2341	64,39%	0,0431	11,85%	32,60%	3,00%	Teruggerekend naar DS (is 10%)
0,19199	0,6341	0,5096	0,1245	0,1151	59,95%	0,0226	11,77%	61,31%	- 21,26%	Teruggerekend naar DS (is 10%)

Slib berekening naar DS

schaal 1 weegt 44,2605 gram, met zeefgoed 49,2939, na drogen 49,0060
 schaal 2 weegt 44,1852 gram, met slib 79,9500 , na drogen 48,3604
 schaal 3 weegt 75,6823 gram, met slib 111,1800 na drogen 79,0275

monster	monster gedroogd	DS	
5,0334	4,7455	94,28%	Was al nagenoeg droog
35,7648	4,1752	11,67%	Teruggerekend naar DS (is 10%)
35,4977	3,3452	9,42%	Teruggerekend naar DS (is 10%)

De toevoeging met wc-papier is hieronder grafisch weergegeven.

X = F57	Y = F57
0,8	67,09%
0,6	64,35%
0,4	65,54%
0,2	61,83%

X = XT 4	Y = XT 4
1	83,86%
0,8	81,06%
0,6	85,18%
0,4	72,80%
0,2	72,93%

ijklijnen

