



Bedrijfstakonderzoek
BTO 2021.018 | September 2021

**Isolatie en identificatie
van organische- en
deeltjesfracties uit
oppervlaktewater
gerelateerd aan
biologische stabiliteit**

Rapport

Isolatie en identificatie van organische- en deeltjesfracties uit oppervlaktewater gerelateerd aan biologische stabiliteit

BTO 2021.018 | September 2021

Dit onderzoek is onderdeel van het collectieve Bedrijfstakonderzoek van KWR, de waterbedrijven en Vewin.

Opdrachtnummer

402045/116

Projectmanager

Erwin Beerendonk

Opdrachtgever

BTO - Thematisch onderzoek - Zuivering

Auteurs

Danny Harmsen, Emile Cornelissen

Kwaliteitsborger

Paul van der Wielen

Verzonden naar

Dit rapport is verspreid onder BTO-participanten.

Een jaar na publicatie is het openbaar.

Keywords

Biologische stabiliteit, membraanfractionering LC-OCD

Jaar van publicatie
2021

Meer informatie
Emile Cornelissen
T 0306069538
E emile.cornelissen@kwrwater.nl

PO Box 1072
3430 BB Nieuwegein
The Netherlands

T +31 (0)30 60 69 511
F +31 (0)30 60 61 165
E info@kwrwater.nl
I www.kwrwater.nl

KWR

September 2021 ©

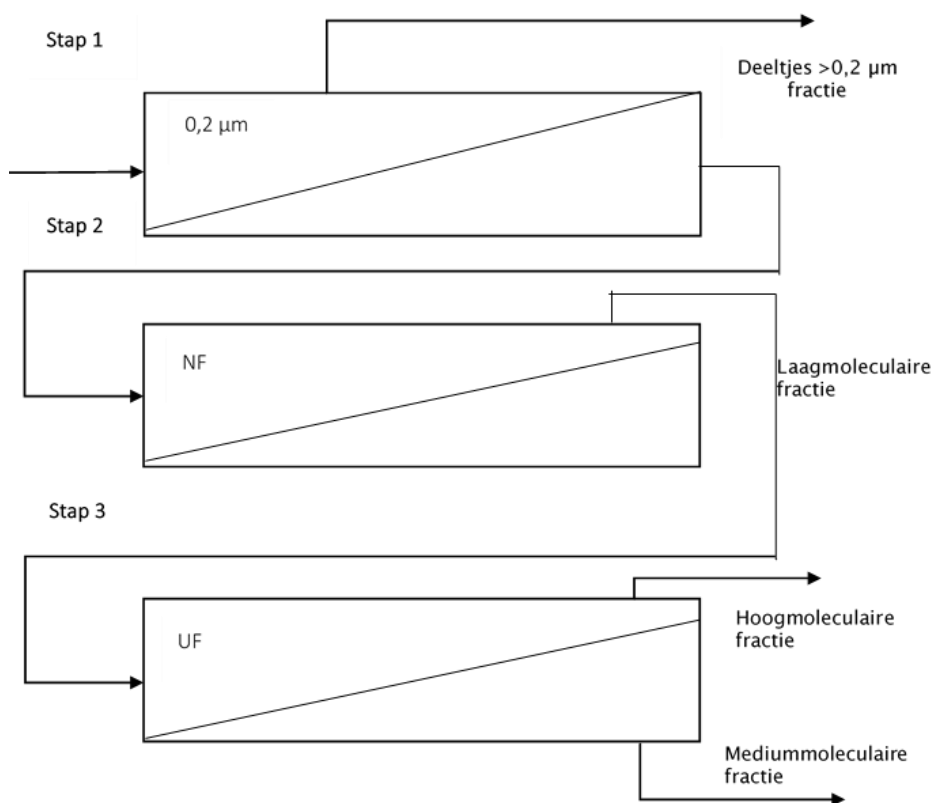
Alle rechten voorbehouden aan KWR. Niets uit deze uitgave mag - zonder voorafgaande schriftelijke toestemming van KWR - worden verveelvoudigd, opgeslagen in een geautomatiseerd gegevensbestand, of openbaar gemaakt, in enige vorm of op enige wijze, hetzij elektronisch, mechanisch, door fotokopieën, opnamen, of enig andere manier.

Managementsamenvatting

Membraanfractionering interessante tool om invloed van verschillende organische- en deeltjes fracties op biologische stabiliteit van drinkwater beter te begrijpen

Auteurs ing. Danny Harmsen, Prof. dr.ir. Emile Cornelissen.

Met een speciaal ontwikkelde membraanopstelling met verschillende fractioneringsmogelijkheden is onderzocht welke deeltjes en organische stoffen van invloed zijn op de groeipotentie van drinkwater, en daarmee op de biologische stabiliteit. Metingen aan IJsselmeerwater duiden erop dat hier de laagmoleculaire fractie en de fractie met deeltjes $> 0,2 \mu\text{m}$ vooral de groeipotentie van dit water bepalen. De biopolymerenfractie en humusfractie spelen een minder belangrijke rol. Membraanfractionering – een fysieke scheiding in deeltjes-, biopolymeren-, humus- en laagmoleculaire fractie – is een manier om te achterhalen welke deeltjes en organische stoffen de groeipotentie van het water beïnvloeden. Inzicht in organische fracties vormt mogelijk een sleutelrol om de biologische stabiliteit van het geproduceerde drinkwater te verbeteren. In dit project is membraanfractionering van Lekkanaalwater en IJsselmeerwater toegepast, waarbij IJsselmeerwater is gefractioneerd in een (i) deeltjesfractie, (ii) hoogmoleculaire biopolymeren, (iii) mediummoleculaire humuszuren en hydrolysaten fractie en (iv) een laagmoleculaire fractie. Als resultaat komt naar voren dat membraanfractionering een interessante tool is om de rol en het aandeel van deeltjes en organische stoffen in de biologische stabiliteit van water beter te begrijpen.



Schematische weergave van de membraanfractionering die in dit project is ontwikkeld

Belang: inzicht in invloed organische fracties in relatie tot biologische stabiliteit

Zuiveringsprocessen en de (organische koolstof)samenstelling van de ruwwaterbron hebben verschillende effecten op de biologische stabiliteit van het drinkwater. Uitgebreid onderzoek naar deze biologische stabiliteit wijst erop dat zowel deeltjes als opgeloste organische stoffen hierop van invloed zijn. Inzicht in organische fracties vormt mogelijk een sleutelrol om de biologische stabiliteit van het geproduceerde drinkwater te verbeteren.

Aanpak: ontwikkeling fractioneringstool voor de isolatie van deeltjes en organische stoffen fracties

Om te achterhalen welke deeltjes en organische stoffen de groeipotentie van het water beïnvloeden, is fysieke fractionering toegepast op basis van molecuulgewicht c.q. -grootte. Op die manier kunnen deeltjes en verschillende organische fracties worden geïsoleerd. De verkregen fracties komen overeen met de fracties die worden waargenomen met Liquid Chromatography – Organic Carbon Detection (LC-OCD), namelijk: (i) hoogmoleculaire fractie, (ii) medium moleculaire fractie en (iii) een laagmoleculaire fractie. Daarnaast wordt ook een deeltjesfractie ($> 0,2 \mu\text{m}$) afgevangen.

Voor het uitvoeren van bovengenoemde membraanfractionering is een installatie gebouwd, bestaande uit een membraanopstelling waarmee het voedingswater batchgewijs en in serie kan worden behandeld met verschillende membranen (MF, NF en UF). Met deze opstelling is een geselecteerd watertype (Lekkanaalwater) gefractioneerd in vier verschillende deeltjes/organische stoffen fracties. Deze fracties zijn gekarakteriseerd met behulp van LC-OCD. Tijdens een tweede test met IJsselmeerwater werd naast de fractionering en LC-OCD karakterisering ook de invloed van de verschillende fracties op de groeipotentie bepaald met verschillende biologische meetmethoden.

Resultaten: succesvolle fractionering en duidelijke verschillen in groeipotentie verschillende fracties

Membraanfractionering van Lekkanaalwater en IJsselmeerwater heeft succesvol plaatsgevonden, waarbij IJsselmeerwater is gefractioneerd in een (i) deeltjesfractie, (ii) hoogmoleculaire fractie, (iii) mediummoleculaire fractie en (iv) een laagmoleculaire fractie. Met de huidige fracties was het al mogelijk om een duidelijk verschil te meten in biologische stabiliteit (bepaling groeipotentie). Voor de groeipotentie van het water spelen de laagmoleculaire fractie en de fracties met deeltjes $> 0,2 \mu\text{m}$ de belangrijkste rol. De hoogmoleculaire fractie en mediummoleculaire fractie zijn van minder belang.

Toepassing: inzet fractioneringstool op locatie

Membraanfractionering vormt een interessante tool om de rol en het aandeel van deeltjes en organische stoffen in de biologische stabiliteit van drinkwater beter te begrijpen. De ontwikkelde fractioneringstool is inzetbaar om batchgewijs deze invloed door te meten voor het voedingswater, water na een zuiveringsstap, water vanaf het pompstation of water na distributie.

Het Rapport

Dit onderzoek is beschreven in het rapport *Isolatie en identificatie van organische- en deeltjesfracties gerelateerd aan biologische stabiliteit* (BTO 2021.018).

Meer informatie

Prof. dr. ir. Emile Cornelissen
T 030-6069538
E Emile.Cornelissen@kwrwater.nl

PO Box 1072
3430 BB Nieuwegein
The Netherlands



Bedrijfsparagraaf

In de bedrijfsparagraaf wordt de relevantie van het onderzoek voor de drinkwaterbedrijven beschreven.

De drinkwaterkwaliteit voldoet in alle opzichten ruim aan de wettelijke normen, alleen bij sommige bedrijven is een uitzondering hierop de norm voor *Aeromonas*. Bij deze bedrijven is er sprake van een incidentele of structurele overschrijdingen in het distributiegebied. De bacterie *Aeromonas* wordt beschouwd als een indicator voor biologische stabiliteit. Alhoewel de huidige verhoogde aantallen *Aeromonas* in het distributienet geen directe gezondheidkundige betekenis hebben, wordt het vóórkomen van micro-organismen als ongewenst beschouwd. Daarnaast is ook het opbouw van sediment van biologisch oorsprong een probleem dat is gerelateerd aan biologische stabiliteit (leidt tot bruin water klachten). Daarmee is het verbeteren van de biologische stabiliteit en het terugdringen van de *Aeromonas*-aantallen in het distributienet een belangrijk speerpunt.

In 2019 is er een workshop over biologische stabiliteit en deeltjes geweest. Hieruit volgde dat er van verschillende methodieken om biologische stabiliteit te bepalen veel meetdata beschikbaar is, maar deze is lastig te interpreteren en de correlatie tussen de verschillende methodieken ontbreekt veelal. Het is ook niet goed bekend welke onderdelen van de water matrix verantwoordelijk zijn voor de biologische stabiliteitsproblemen en welke mechanismes plaatsvinden in het leidingnet als gevolg van de zuivering(stappen). In dit onderzoek is daarom een fractioneringsinstallatie gemaakt om deeltjes en verschillende organische fracties te isoleren, waarmee de biologische stabiliteit parameters voor verschillende fracties bepaald kunnen worden.

Voor de waterbedrijven is het belangrijk om te weten aan welke ‘knoppen’ er in de zuivering gedraaid kan worden om de biologische stabiliteit te verbeteren. Het onderzoek dat hier gerapporteerd wordt draagt hier aan bij, namelijk door te achterhalen welke deeltjes- en organische fracties het meeste bijdragen aan de biologische stabiliteit.

Daarnaast is het voor de waterbedrijven van belang om de relatie van biologische stabiliteit met water matrix (en seizoen) te weten, zodat hierop ook ingespeeld kan worden bijvoorbeeld door de keuze van de bron. Met de fractioneringsinstallatie (op locatie) kunnen deze effecten van de water matrix en seizoen ook ingeschat worden, en ook het effect van verschillende zuiveringsstappen.

Inhoud

Rapport	2
<i>Managementsamenvatting</i>	3
Bedrijfsparagraaf	5
Inhoud	6
1 Introductie	8
1.1 Aanleiding	8
1.4 Leeswijzer	9
2 Achtergrond	11
2.1 LC-OCD	11
2.1.1 Inleiding	11
2.1.2 Karakterisering met behulp van LC-OCD	11
2.2 Fractioneringsmethode en installatie	12
3 Eerste membraanfractioneringstest	15
3.1 Materialen en methoden	15
3.1.1 Installaties	15
3.1.2 Membranen	16
3.1.3 Reiniging membraanfractioneringsinstallatie voor aanvang testen	16
3.1.4 Experimentele set-up	17
3.2 Resultaten	18
3.2.1 Bedrijfsvoering	18
3.2.2 TOC en LC-OCD	19
3.3 Aanpassingen tijdens vervolgonderzoek	23
4 Modelberekeningen voor concentreren en diafiltratie	24
5 Tweede membraanfractioneringstest	27
5.1.1 Experimentele set-up	27
5.1.2 Analyses	29
5.2 Resultaten	29
5.2.1 Bedrijfsvoering	29
5.2.2 LC-OCD	30
5.2.3 Invloed verschillende fracties op de groeipotentie	33
6 Conclusies en aanbevelingen	40
6.1 Conclusies	40
6.2 Aanbevelingen	41

Literatuur	43
I LC-OCD fracties	44
II Indikkingsfactoren tijdens verschillende membraanfractioneringstesten	45
III Membraanspecificaties	46
IV Test reinigingsprocedure fractioneringsinstallatie voor inzet membraanfractioneringstesten	52
V Data eerste fractioneringstest	56
VI Resultaten TOC en LC-OCD analyses eerste fractioneringstest	58
VII Voorbeeld modelberekening	60
VIII Achtergronden, beschrijving van de uitvoering en prestatiekenmerken analyses invloed van de membraanfracties op de groeipotentie	62
IX Data tweede fractioneringstest	64
X Resultaten LC-OCD analyses tweede fractioneringstest	66
XI Resultaten analyses of invloed fracties biologische stabiliteit te bepalen	68

1 Introductie

1.1 Aanleiding

Zuiveringsprocessen en de (organisch koolstof)samenstelling van de ruwwaterbron hebben verschillende invloeden op de biologische stabiliteit van het drinkwatersysteem. In Nederland en Vlaanderen wordt de biologische stabiliteit van het water door de drinkwaterzuivering zoveel mogelijk verbeterd. Uit uitgebreid onderzoek naar de biologische stabiliteit van het drinkwater is gebleken dat zowel deeltjes als opgeloste organische stoffen de biologische stabiliteit van het drinkwater beïnvloeden. Beiden zijn van belang, waarbij is aangetoond dat voornamelijk deeltjes de biologische stabiliteit van drinkwater negatief beïnvloeden bij bijvoorbeeld ps. Berenplaat (Evides) en Andijk (PWN), terwijl voornamelijk opgeloste organische stoffen de biologische stabiliteit van het drinkwater negatief beïnvloeden bij bv ps. Weesperkarspel (Waternet), Nuland (Brabant Water) en Spannenburg (Vitens). Deeltjes en opgeloste stoffen komen in de meeste watertypen beiden voor en hebben al dan niet gecombineerd een invloed op de groeipotentie en daarmee de biologische stabiliteit van het drinkwater. Zowel deeltjes als opgeloste organische stoffen bestaan uit een complex mengsel van verschillende stoffen, en de exacte relatie tussen specifieke stoffen en biologische stabiliteit is niet bekend. Het is bovendien nog niet gelukt om specifieke stoffen aan te wijzen in echte watertypen die verantwoordelijk zijn voor problemen met biologische stabiliteit, voornamelijk omdat de chemische methodieken om deze stoffen specifiek te meten niet gevoelig genoeg zijn om deze stoffen, die in lage concentraties aanwezig zijn in drinkwater, te kunnen meten.

Inzicht in organische fracties in relatie tot de biologische stabiliteit van het water vormt mogelijk een sleutel tot de aanpak van de verbetering van de biologische stabiliteit van het geproduceerde drinkwater. Specifieke deeltjes/organische fracties die de grootste invloed hebben op de biologische stabiliteit van het water kunnen worden verwijderd met zuiveringsprocessen specifiek gericht op deze fracties. De verkregen kennis kan uiteindelijk bijdragen aan beter begrip en beheersing vanuit de zuivering van nagroei.

Om te achterhalen welke deeltjes en organische stoffen de groeipotentie van het water beïnvloeden, is er in het kader van BTO onderzoek naar deeltjessamenstelling en biologische stabiliteit (BTO TG Zuivering) voor gekozen om gebruik te maken van een fysieke fractionering op molecuulgewicht c.q. –grootte waarmee deeltjes en verschillende organische fracties kunnen worden geïsoleerd. De fracties worden voornamelijk gescheiden op basis van deeltjes- en molecuulgrootte en komen overeen met de fracties die worden waargenomen met Liquid Chromatography – Organic Carbon Detection (LC-OCD). Uit eerder onderzoek is gebleken dat membraanfractionering hiervoor de beste resultaten biedt [1, 2]. Na fractionering is het mogelijk om de groeipotentie van de verschillende fracties direct te bepalen met geselecteerde methoden voor bepaling van de biologische stabiliteit.

Dit rapport beschrijft het onderzoek dat is gericht op de ontwikkeling van een nieuwe fractioneringstool met behulp van membraanfractionering voor de isolatie van deeltjes en organische stoffen fracties met als doel meer kennis en inzicht te verkrijgen over de groeipotentie van de verkregen geïsoleerde fracties van geselecteerde watertypen.

1.2 Doel

Het ontwikkelen van een membraanfractioneringsaanpak die kan worden ingezet voor het begrijpen van de samenstelling van deeltjes/organische stoffen in water af pompstation door deze via membraanfractionering te scheiden naar molecuulgewicht en vervolgens de verkregen fysieke organische- en deeltjesfracties te identificeren en de groeipotentie van deze verkregen fracties te bepalen.

1.3 Aanpak

Om tot de ontwikkeling van een nieuwe fractioneringstool met behulp van membraanfractionering voor de isolatie van deeltjes en organische stoffen fracties te komen zijn de volgende activiteiten uitgevoerd.

1. Bouw membraanfractioneringsinstallatie

Om de membraanfractionering uit te voeren is er een membraanfractioneringsinstallatie gebouwd die bestaat uit een membraanopstelling waarbij het voedingswater batchgewijs wordt behandeld door verschillende membranen die flexibel kunnen worden verwisseld in dezelfde installatie. Op deze manier kunnen verschillende fractioneringsstappen worden uitgevoerd met één en dezelfde installatie. Bij het ontwerp van de installatie is er zoveel mogelijk gebruik gemaakt van RVS. Indien dit niet mogelijk is zijn PVC-U slangen en Viton afdichtingen gebruikt om ervoor te zorgen dat er geen afgifte van stoffen plaatsvindt die de biologische stabiliteit kunnen beïnvloeden. Dit laatste is getoetst.

2. Eerste membraanfractioneringstest voor membraanselectie op één watertype

Met de gebouwde membraanfractioneringsinstallatie is een geselecteerd watertype (Lekkanaalwater) gefractioneerd in meerdere fracties door passage en scheiding over een serie van verschillende membraantypen, namelijk, micro-, ultra- en nanofiltratie (MF, UF, NF) membranen. De geselecteerde membranen tijdens de test zijn gekozen op basis van ervaringen tijdens membraanselectietesten door Yin op zeewater [2]. Allereerst zijn deeltjes afgescheiden van opgeloste organische stoffen met een MF membraan, waarbij een deeltjesfractie (circa 0,2 µm) ontstaat in de concentraat (of backwash) stroom. Vervolgens is het MF permeaat verder gefractioneerd met een NF membraan waarbij het permeaat de lage moleculaire componenten (< 350 g/mol) bevat. De concentraatstroom van de NF is verder gesplitst met een UF membraan waarbij twee fracties ontstaan, de hoogmoleculaire biopolymeren fractie (> 1000 g/mol) en de mediummoleculaire humuszuren en hydrolysaten fractie (350 – 1000 g/mol). Op deze wijze kan een water worden gefractioneerd in 4 verschillende fracties, waarbij de genoemde molmassa's zullen afhangen van de gebruikte membranen. Karakterisering en identificatie van de verschillende fracties vindt plaats met behulp van LCOCD (vloeistof chromatografie gevolgd door organische koolstof detectie). Dit is een bewezen en beproefde methode ontwikkeld door Huber *et al.*[3]

3. Tweede membraanfractioneringstest voor de bepaling van de groeipotentie van deeltjes/organische stoffen fractie op één watertype

Op basis van de uitkomsten van de eerste membraanfractioneringstest, is een Excel model ontwikkeld gebruikmakend van massabalansberekeningen (dit viel buiten het bestek van dit onderzoek). In deze massabalansberekeningen zijn de retenties van de verschillende fracties voor elk membraan bepaald uit het eerste experiment. Met de berekeningen is een betere concentratiefactor (CF) en diafiltratiefactor (DF) berekend om tot een betere scheiding van de verschillende fracties te komen. De verbeterde fractioneringsaanpak is toegepast in de tweede membraanfractioneringstest. Nadat de methode voor membraanfractionering is verbeterd is een ander watertype (IJsselmeerwater) geselecteerd in overleg met de begeleidingsgroep. Het tweede fractioneringsexperiment resulterende in vier verschillende deeltjes/organische stoffen fracties en het geselecteerde uitgangswater. Karakterisering en identificatie van de verschillende fracties vindt plaats met behulp van LC-OCD. De invloed van de verschillende fracties op de groeipotentie wordt bepaald met verschillende meetmethoden voor de bepaling van de groeipotentie.

1.4 Leeswijzer

Hoofdstuk 2 beschrijft de achtergrond van het onderzoek. Hoofdstuk 3 presenteert de materialen, methoden en resultaten van de eerste membraanfractioneringstest. Waarbij membranen uit het onderzoek van Yin zijn

onderzocht om te kijken of deze geschikt zijn voor membraanfractionering van oppervlaktewater (Lekkanaal). Vervolgens worden in Hoofdstuk 4 de materialen, methoden en resultaten van een tweede membraanfractioneringstest op oppervlaktewater (IJsselmeer). Waarbij naast de fractionering ook een serie analyses zijn uitgevoerd om de invloed van de verschillende fracties op de biologische stabiliteit te onderzoeken. In Hoofdstuk 5 ten slotte, zijn de conclusies en aanbevelingen van het onderzoek gerapporteerd.

2 Achtergrond

2.1 LC-OCD

2.1.1 Inleiding

Om de invloed van verschillende organische- en deeltjesfracties op de biologische stabiliteit te bepalen dienen de verschillende fracties te worden gescheiden. De fracties worden voornamelijk gescheiden op basis van deeltjes- en molecuulgrootte en komen overeen met de fracties die worden waargenomen met Liquid Chromatography – Organic Carbon Detection (LC-OCD). De LC-OCD fracties bestaan uit biopolymeren, humuszuren, hydrolysaten van humuszuren, kleine organische zuren en kleine neutrale componenten.

LC-OCD is een analysetechniek waarmee Natuurlijk Organisch Materiaal (NOM) kan worden gekarakteriseerd. Het NOM wordt eerst in fracties verdeeld met vloeistofchromatografie (Liquid chromatografie (LC) op basis van size exclusion chromatografie (SEC)). Daarna worden de concentraties van de verschillende fracties gemeten met een organische koolstof detector (OCD). Een UV-detector (254 nm) wordt in het systeem geïntegreerd voor informatie omtrent de aromaticiteit van de fracties. De nauwkeurigheid van de metingen is 2 tot 10 ppb voor de TOC-meting en 5 tot 50 ppb voor de verschillende fracties. Deze hoge gevoeligheid laat toe om analyses van water met zeer lage NOM-concentratie uit te voeren. Een bijkomend voordeel is dat de monsters niet dienen te worden voorgeconcentreerd.

2.1.2 Karakterisering met behulp van LC-OCD

Allereerst wordt het TOC (total organic carbon) gemeten. Daarna wordt er een eerste scheiding gemaakt met behulp van een 0,45 µm-filter. Deze splitst het TOC op in DOC (dissolved organic carbon) en POC (Particulate organic carbon). POC is de fractie die door de filter tegengehouden wordt. De POC-fractie wordt bepaald door het verschil te nemen tussen TOC en DOC.

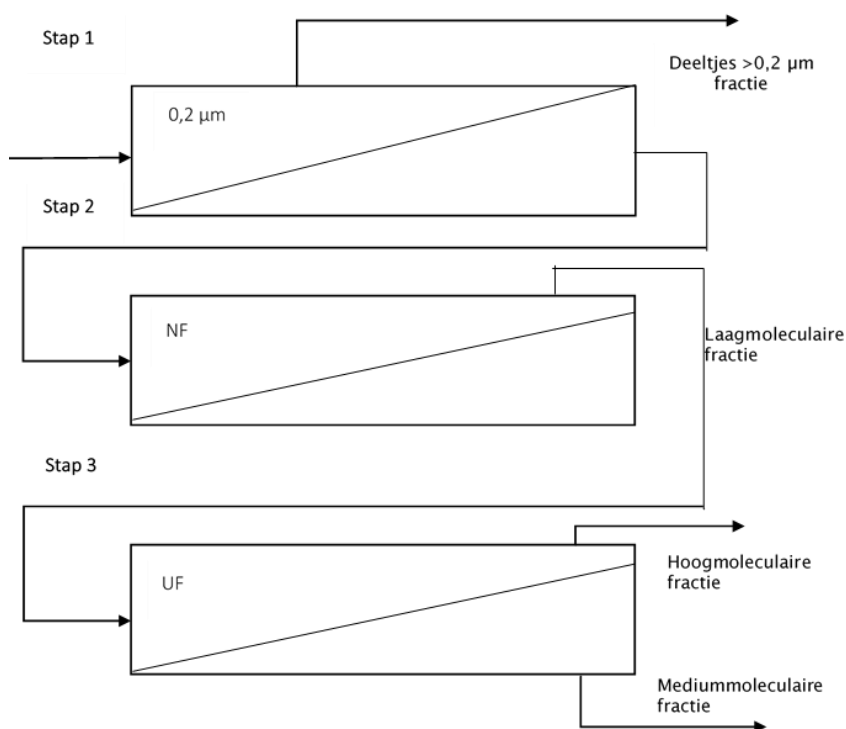
Het oplosbare DOC kan zowel hydrofiel als hydrofoob zijn. De hydrofobe fractie wordt HOC (Hydrophobic Organic Carbon) genoemd en de hydrofiële fractie CDOC (Chromatographic DOC). Zoals de naam doet vermoeden is het CDOC de fractie die door de kolom van de chromatograaf beweegt. Het HOC blijft in de kolom en zal bij reiniging verwijderd worden. De hoeveelheid HOC wordt berekend door het verschil te berekenen tussen het DOC en het CDOC. Dit heeft als gevolg dat de foutenmarge van HOC groter is. De hydrofiële fractie (CDOC) wordt daarna op basis van molecuulgewicht verdeeld in 5 fracties. LC werkt op basis van verschillen in interacties met de kolom. In volgorde van stijgende moleculaire massa (MM) zijn de fracties weergegeven in Tabel 2-1. Voor de ontwikkeling van een nieuwe fractioneringstool met behulp van membraanfractionering is uitgegaan van de 5 fracties waaruit de CDOC bestaat. De LC-OCD analyses in dit rapport zijn uitgevoerd door DOC-Labor (Karlsruhe, Duitsland). Een uitgebreide beschrijving van de methode en de manier waarop DOC-Labor de karakterisering uitvoert is beschreven door Huber [3]. In bijlage I zijn gedetailleerde omschrijvingen van de verschillende fracties gegeven.

Tabel 2-1 Verdeling van de MM over de verschillende fracties [2, 3]

Fractie	Afkorting	MM (g/mol)
Vrije organische zuren	LMWA	< 350
Neutralen en amfifielen (kleine neutrale componenten)	LMWN	< 350
Building blocks	BB	350 – 500
Humuszuren en hydrolysaten	HS	500 - 1200
Biopolymeren	BP	> 10 000

2.2 Fractioneringsmethode en installatie

Uit onderzoek van Park [1] en Yin[2] is gebleken dat fractionering op basis van deeltjes- en molecuulgrootte, overeenkomend met de fracties die worden waargenomen met LC-OCD, door middel van membraanfractionering het beste resultaat biedt. Tijdens het in dit rapport beschreven onderzoek zijn de uitkomsten van het onderzoek van Yin [2], waarbij zeewater is gefractioneerd, gebruikt als basis voor de ontwikkeling van een nieuwe fractioneringstool met behulp van membraanfractionering voor de isolatie van deeltjes en organische stoffen fracties van oppervlaktewater. Het water wordt gefractioneerd in meerdere fracties door passage en scheiding over een serie van verschillende membraantypen, namelijk micro-, ultra- en nanofiltratie (MF, UF en NF) membranen. Fractionering vindt in 3 stappen plaats zoals schematisch is weergegeven in Figuur 2-1. Hieronder volgt een samenvatting van de fractioneringsaanpak zoals die is uitgevoerd op zeewater door Yin *et al.*[2].



Figuur 2-1 Schema membraanfractionering

Allereerst (stap 1) worden deeltjes ($> 0,2 \mu\text{m}$) afgescheiden van opgeloste organische stoffen met een MF membraan, waarbij, na backwash (terugspoelen) van het membraan, een deeltjesfractie ($> 0,2 \mu\text{m}$) ontstaat in de backwashstroom. Vervolgens zal het MF permeaat verder worden gefractioneerd met een NF membraan (stap 2) waarbij het permeaat de lage moleculaire fractie, de zogenaamde kleine organische zuren en kleine neutrale componenten (LMWA en LMWN; $< 350 \text{ g/mol}$) bevat. De concentraatstroom van de NF wordt verder gesplitst met een UF membraan (stap 3) waarbij twee fracties ontstaan, de hoogmoleculaire biopolymeren fractie (BP en deeltjes $< 0,2 \mu\text{m}$; $> 1000 \text{ g/mol}$) en de mediummoleculaire humuszuren en hydrolysaten fractie (HS+BB; $350 - 1000 \text{ g/mol}$). Op deze wijze kan water worden gefractioneerd in 4 verschillende fracties, waarbij de genoemde range van molmassa's, per fractie, zal afhangen van de gebruikte membranen. De 4 fracties zijn:

1. Deeltjes $> 0,2 \mu\text{m}$ fractie
2. Hoogmoleculaire (HM) fractie ($> 1000 \text{ g/mol}$)
3. Mediummoleculaire (MM) fractie ($350 - 1000 \text{ g/mol}$)
4. Laagmoleculaire (LM) fractie ($< 350 \text{ g/mol}$)

Tijdens het onderzoek van Yin [2] is het zeewater eerst behandeld met een 0,2 µm MF membraan (KAREI Filtration, Japan) om deeltjes (> 0,2 µm) te verwijderen (stap 1). Vervolgens zijn verschillende UF en NF membranen onderzocht in stap 2 en 3 om te bepalen welke membranen het meest geschikt zijn voor fractionering met als doel om zo zuiver mogelijke fracties te verkrijgen.

Stap 2 en 3 zijn met behulp van een combinatie van concentratie en diafiltratie uitgevoerd. Het membraan wordt in recirculatie mode bedreven waarbij eerst het concentraat wordt teruggevoerd en het permeaat wordt afgevoerd tot het gewenste ingedikte volume is bereikt (concentratie stap). Vervolgens wordt het volume aan de voedingszijde weer aangevuld met demiwater tot het oorspronkelijke voedingsvolume en wordt de voeding weer ingedikt tot het gewenste ingedikte volume (diafiltratiestap). De diafiltratiestap kan meerdere malen worden herhaald. Op deze manier blijft de concentratie van de stoffen die door het membraan worden tegengehouden hetzelfde en wordt de permeaat concentratie van de stoffen die door het membraan gaan lager.

Nadat de deeltjes zijn verwijderd volgt concentratie en diafiltratie van de oplossing uitgevoerd met behulp van NF (stap 2). Eerst werd 1200 L zeewater geconcentreerd tot 60 L met behulp van NF waarbij het concentraat werd teruggestuurd en het permeaat werd afgevoerd. Vervolgens werd er 300 L demiwater toegevoegd waarbij het volume in de tank op 60 L werd gehouden om alle LM stoffen te verwijderen uit de oplossing. Monsternamen van de LM fractie (permeaat) vond plaats tijdens het concentreren van het zeewater. Om vervuiling van de membranen tegen te gaan werd er gewerkt met een relatief hoge langstroomsnelheid van 0,39 m/s en een lage flux van 10 L/m².uur. Tijdens het onderzoek van Yin zijn verschillende NF membranen onderzocht.

Als laatste volgt concentratie en diafiltratie met behulp van UF (stap 3). De overgebleven voeding (60 L) werd geconcentreerd tot 30 L met behulp van UF. Vervolgens werd er 300 L demiwater toegevoegd waarbij het volume in de tank op 30 L werd gehouden om alle MM stoffen te verwijderen uit de oplossing. Monsternamen van de MM fractie (permeaat) vond plaats tijdens het verder concentreren van voeding. Aan het einde van de fractionering bevat de voeding de HM stoffen en deeltjes < 0,2 µm. Om vervuiling van de membranen tegen te gaan werd er gewerkt met een langstroomsnelheid van 0,39 m/s en een flux van 10 L/m².uur. Tijdens het onderzoek van Yin zijn verschillende UF membranen onderzocht.

Tabel 2-2 zijn de concentratiefactor (CF) en diafiltratiefactor (DF) weergegeven tijdens de verschillende fractioneringstappen van het onderzoek van Yin[2]. Alle gegevens en berekeningen met betrekking tot de concentratie en diafiltratiefactoren zijn terug te vinden in bijlage II.

Tabel 2-2 Concentratie en diafiltratiefactoren tijdens membraanfractioneringstesten uitgevoerd door Yin [2]

Stap	Omschrijving	
1	0,2 µm	
	Indikkingsfactor	1
2	NF	
	Concentratiefactor	20
	Diafiltratiefactor	6
3	UF	
	Concentratiefactor	2,0
	Diafiltratiefactor	11

Tijdens het onderzoek van Yin zijn de volgende UF membranen en NF membranen zijn getest:

- UF membranen: GH (GE Osmonics Inc. USA) en XT (Synder Filtration, USA)

- NF membranen: NFG (Synder Filtration, USA), XN45 (GE Osmonics Inc.USA), NFW (Synder Filtration, USA), NF 270 (DOW, USA) en NF 90 (DOW, USA).

De eigenschappen van de onderzochte membranen zijn weergegeven in Tabel 2-3.

Tabel 2-3 Gegevens geteste membranen tijdens onderzoek door Yin [2]

Membraan	Fabrikant	Contacthoek (°)	Oppervlaktespanning (mV) (pH = pH _{sw})	Gemeten MWCO (Da)	Opgave fabrikant MWCO (kDa)	Materiaal
GH	GE Osmonics	58,2±3,6	-42,3±3,4	-	2,0	PA
XT	Synder Filtration	59,5±3,7	-39,8±2,1	1144±91	1,0	PES
NFG	Synder Filtration	41,3±2,5	-27,1±1,5	1022±53	0,6-0,8	PA
XN45	GE Osmonics	53,9±1,5	-49,2±4,2	523±22	0,3-0,5	PPA
NFW	Synder Filtration	35,5±1,1	-36,0±2,2	536±38	0,3-0,5	PA
NF270	DOW	9,5±2,2	-47,5±1,8	538±44	-	PA
NF90	DOW	75,2±4,2	-45,5±3,6	258±12	-	PA

Uit het onderzoek van Yin kwam naar voren dat het XT (UF) en NFW (NF) membraan van Synder het meest geschikt lijken voor het fractioneren van zeewater op basis van deeltjes- en molecuulgrootte die overeen komen met de fracties die worden waargenomen met LC-OCD. Dit is gebaseerd op het feit dat deze membranen de beste retentie geven van organische stoffen in combinatie met de slechtste retentie van anorganische stoffen.

Tijdens het onderzoek van Yin werd de te fractioneren oplossing verdund met demiwater voor diafiltratie. Daarom werden er ook zouten toegevoegd om de ionenconcentratie op hetzelfde niveau te houden als de ion concentratie in het uitgangswater (zeewater). De reden dat Yin zouten toevoegde ligt waarschijnlijk in het feit dat de scope van zijn onderzoek lag op het onderzoeken van het effect van de verschillende fracties op RO membraanvervuiling en daarbij speelt ionenrejectie een belangrijke rol. Daarom was het belangrijk dat in elke fractie dezelfde concentratie ionen aanwezig was, omdat dit anders de resultaten zou kunnen beïnvloeden. In het in dit rapport beschreven onderzoek zijn er geen zouten toegevoegd om de ionenconcentratie op niveau te houden.

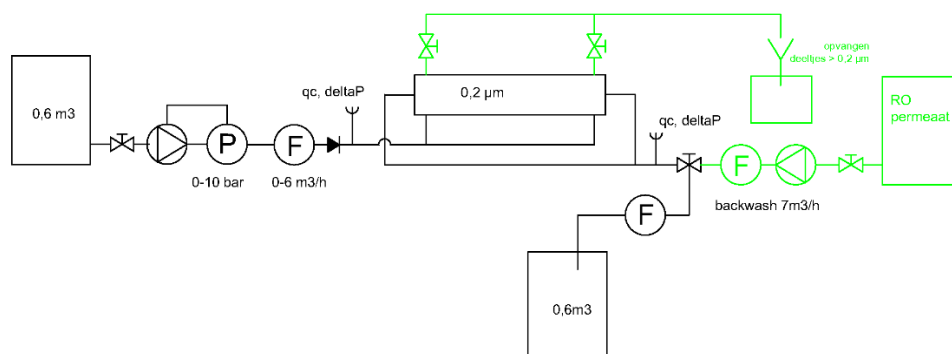
De bovenstaande beschreven aanpak vormt de basis van onze eigen fractioneringsaanpak. Dit met betrekking tot de gehanteerde concentratie- en diafiltratiefactoren, en ook met betrekking tot de geselecteerde membranen. Het is mogelijk dat deze selectie niet volledig compatibel is met het gebruik van een andere watersoort, aangezien wij oppervlaktewater gebruiken, terwijl Yin et al. zeewater heeft gebruikt.

3 Eerste membraanfractioneringstest

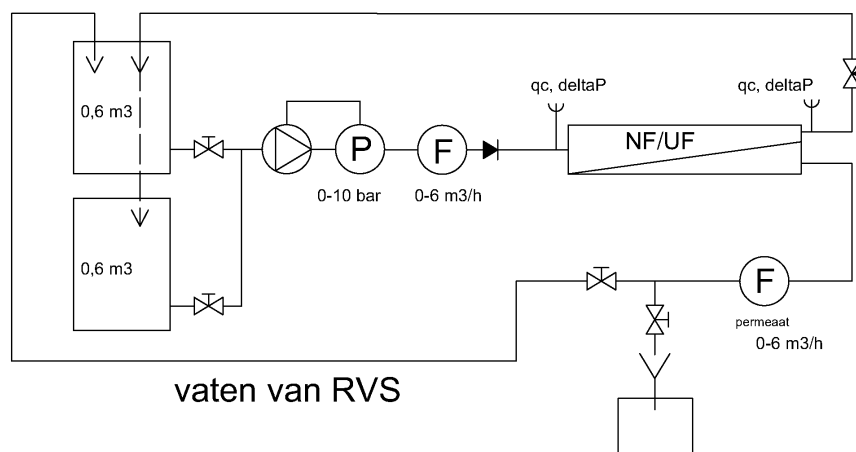
3.1 Materialen en methoden

3.1.1 Installaties

De P&IDs van de installaties die werden gebruikt voor de testen bij KWR zijn weergegeven in Figuur 3-1 en Figuur 3-2. Uiteindelijk is er één installatie gebouwd waarmee alle fractioneringsstappen kunnen worden uitgevoerd. Bij de bouw van de installatie is gebruik gemaakt van materialen die geen afgifte geven van stoffen die de biologische stabiliteit kunnen beïnvloeden. Daarom is er zoveel mogelijk gebruik gemaakt van RVS. Indien dit niet mogelijk was zijn PVC-U slangen en Viton afdichtingen toegepast. De installatie wordt handmatig bedreven. De installatie kan worden bedreven bij een maximale voedingsdruk van 10 bar. De voedingsdruk wordt gemeten met behulp van een drukmeter (CeraphanT, 0 – 40 bar, Endress & Hauser). Daarnaast worden het voedings- en permeaatdebiet gemeten met behulp van elektromagnetische debietmeters (Promag50Dn15 en 50HQ4, Endress & Hauser), die naast het debiet ook de totale hoeveelheid doorstroomd volume registreren. Het is mogelijk om het membraan, dat wordt gebruikt in stap 1 (Figuur 3-1), terug te spoelen met RO permeaat met behulp van een backwashpomp (Promag50W32, Endress & Hauser).

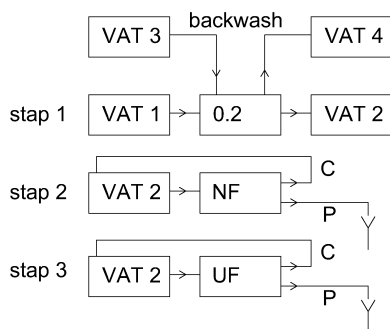


Figuur 3-1 P&ID fractioneringsinstallatie deeltje > 0,2 µm (stap 1)



Figuur 3-2 P&ID fractioneringsinstallatie LMWA en LMWN (NF, stap 2) en BP, MM (UF, stap 3)

De fractioneringsinstallatie van KWR is schematisch weergegeven in Figuur 3-3.



Figuur 3-3 Schematische weergave fractioneringsinstallatie KWR

In totaal worden er 4 RVS vaten gebruikt. Vat 1 wordt gebruikt voor het te fractioneren water (uitgangswater). Vat 2 dient als voedingsvat cq. terugvoervat voor het concentraat van de diverse fractioneringsstappen. Vat 3 is het vat (RO permeaat) voor het backwashwater dat wordt gebruikt om van het 0,2 µm filter te spoelen en deeltjes > 0,2 µm te fractioneren. Vat 4 is het opvangvat voor het backwashwater + 0,2 µm deeltjes.

3.1.2 Membranen

Uit het onderzoek van Yin kwam naar voren dat het XT (UF) en NFW (NF) membraan van Synder het meest geschikt lijken (paragraaf 2.2) voor het fractioneren van zeewater. Daarom is besloten om in eerste instantie deze membranen te gebruiken voor de fractionering van deeltjes/organische stoffen in oppervlaktewater. De specificaties van de geteste membranen tijdens de eerste fractioneringstest voor de selectie van de juiste membranen zijn weergegeven in Tabel 3-1 en bijlage III.

Tabel 3-1 Geteste membranen tijdens eerste membraanfractioneringstest [2]

Stap	Membraan	Fabrikant	MWCO (g/mol)	Materiaal	Membraan oppervlakte (m ²)	Spacer (mills)	Nominale diameter (mm)
1	S-30	Pentair	ca. 500000 ¹	PSU/PES	3,6		1,5
2	NFW-2B-2540M Sanitary	Synder Filtration	300 - 500	PA	2,6	31	
3	XT-2B-2540M Sanitary	Synder Filtration	1000	PES	2,8	31	

3.1.3 Reiniging membraanfractioneringsinstallatie voor aanvang testen

Voordat de installatie kan worden gebruikt voor het fractioneringsexperiment dient de installatie inclusief de te testen membranen grondig te worden gereinigd en gespoeld om mogelijke afgifte van stoffen te minimaliseren die de resultaten van de fractionering, en de biologische stabiliteit analyses in een later stadium, kunnen beïnvloeden. Er is daarom eerst uitgebreid getest onder welke reinigingscondities de installatie (inclusief membranen) dient te worden gereinigd, zodat de installatie kan worden ingezet voor membraanfractioneringstesten. Op basis van deze test is een spoelprocedure ontwikkeld die dient te worden uitgevoerd voor aanvang van iedere membraanfractioneringstest. Tijdens de test zijn alle vaten gespoeld en is de installatie (met en zonder membranen) bedreven met verschillende reinigungsoplossingen als voeding. De test om de reinigungsprocedure te bepalen en de spoelprocedure zijn beschreven in bijlage IV. Na uitvoeren van de test, is de installatie vrijgegeven en direct ingezet voor de eerste membraanfractioneringstest. Vrijgave vond plaats op basis van de analyseresultaten

¹ Een vergelijkbaar MF membraan met een poriegrote van 0,14 µm [4] heeft een MWCO van ca. 500000 g/mol

van ATP, Koloniegetal bij 22 °C, TOC en UVA254nm van (i) RO permeaat afkomstig uit vat 1+2, (ii) permeaat na alle membranen en (iii) het verzameld concentraat om te checken of er geen afgifte van stoffen plaatsvindt die de resultaten van de fractionering kunnen beïnvloeden (bijlage IV, Tabel IV-1 en IV-2).

3.1.4 Experimentele set-up

Tijdens de eerste membraanfractioneringstest is, waar mogelijk, uitgegaan van dezelfde fractioneringsprocedure zoals beschreven door Yin[2]. Waar nodig zijn de langstroomsnelheden en fluxen en concentratie en diafiltratiefactoren aangepast uit praktische overwegingen en limitaties van de installatie. Lekkanaalwater (inlaat WRK (Waternet) Nieuwegein) is gebruikt als uitgangswater. RO permeaat werd gebruikt als spoelwater cq. verdunningswater en werd geproduceerd met behulp van de testbank 2 horizontale membranen 4040 (UAN130016) waarin zich een DOW Filmtec SW30 4040 RO membraan bevond.

Tijdens de eerste stap zijn de deeltjes ($> 0,2 \mu\text{m}$) afgescheiden van de te fractioneren oplossing (Lekkanaalwater) met behulp van een S-30 FSFC PSU module van Pentair. De eerste stap vond in one pass plaats waarbij de installatie in (semi) dead end werd bedreven bij een voedingsdebiet $1 \text{ m}^3/\text{uur}$. Vervolgens werden de deeltjes van het membraan verwijderd door het uitvoeren van een handmatige backwash (BW) met RO permeaat bij een BW debiet van $3,6 \text{ m}^3/\text{uur}$. Gedurende de BW werd de eerste 200 liter opgevangen in vat 4 (Figuur 3-3). Het overige BW water werd afgevoerd via het riool. Het product werd opgevangen in vat 2 (Figuur 3-3) en verder behandeld. Het BW water is geanalyseerd op TOC en LC-OCD, hiervoor is, nadat er 10 L BW water is geproduceerd, een monster van 10 L genomen van het BW water (in glazen monsterfles). TOC en LC-OCD analyses zijn uitgevoerd door DOC-Labor.

Het voedingsdebiet tijdens stap 2 was $1,2 \text{ m}^3/\text{uur}$ ($0,13 \text{ m/s}$) en het permeaatdebiet was 56 L/uur (Flux = $20 \text{ L/m}^2.\text{uur}$) om ervoor te zorgen dat stap 2 in 2 dagen kon worden uitgevoerd. Tijdens de tweede stap is in eerste instantie het Lekkanaalwater, na behandeling met de S30 module, ingedikt. Er werd gestart met 500 L water. Dat vervolgens is ingedikt tot 50 liter waarbij het permeaat is afgevoerd en het concentraat weer is teruggevoerd naar het voedingsvat (Vat 2). Tijdens het indikken werd er, nadat er 25 L permeaat was geproduceerd, een monster van 10 L genomen van het permeaat (in glazen monsterfles). Van dit monster is TOC en LC-OCD geanalyseerd om de scheiding van de LM fractie met de overige fracties (MM fractie en de HM fractie) te bepalen. Nadat de voeding was ingedikt tot 50 L (450 L permeaat is dan geproduceerd) werd er 500 L RO permeaat toegevoegd om het totale volume in het vat op 550 L te brengen. Vervolgens werd er verder gefiltreerd waarbij het concentraat weer is teruggevoerd naar het voedingsvat om de nog aanwezige LM fractie te verwijderen in de voeding/concentraat. De installatie werd gestopt nadat het volume in het voedingsvat 100 L was.

Het voedingsdebiet tijdens stap 3 was $0,4 \text{ m}^3/\text{uur}$ ($0,04 \text{ m/s}$) en het permeaatdebiet was 56 L/uur (Flux = $20 \text{ L/m}^2.\text{uur}$) om ervoor te zorgen dat stap 3 in 1 dag kon worden uitgevoerd. Tijdens de derde stap is in eerste instantie de overgebleven oplossing in het voedingsvat (vat 2) ingedikt tot 50 liter waarbij het permeaat is afgevoerd en het concentraat weer werd teruggevoerd naar de voedingsvat (vat 2). Tijdens het indikken werd er, nadat er 15 L permeaat was geproduceerd, een monster van 10 L genomen van het permeaat (in glazen monsterfles). Van dit monster is TOC en LC-OCD geanalyseerd om de scheiding van MM fractie met de HM fractie te bepalen. Nadat de voeding was ingedikt tot 50 L (50 L permeaat is dan geproduceerd) werd er 500 L RO permeaat toegevoegd om het totale volume in het vat op 550 L te brengen. Vervolgens werd er verder gefiltreerd waarbij het concentraat weer werd teruggevoerd naar het voedingsvat om de nog aanwezige MM fractie te verwijderen in de voeding/concentraat. De installatie werd gestopt nadat het volume in het voedingsvat 50 L was. Vervolgens werd van de voeding 10 L overgebracht in een glazen monsterfles. Van dit monster is TOC en LC-OCD geanalyseerd om te kijken in hoeverre de HM fractie is gescheiden van de overige fracties (LM en MM fractie). In Tabel 3-2 is een overzicht gegeven van het monster en analyseschema tijdens de eerste membraanfractioneringstest.

Tabel 3-2 Monster en analyseschema eerste membraanfractioneringstest

Stap	Monsterpunt	Analyses	Fractie
1	BW water	TOC en LC-OCD	Deeltjes > 0,2 µm
2	Permeaat (NF)	TOC en LC-OCD	LM fractie
3	Voeding (vat 2) einde stap 3	TOC en LC-OCD	HM fractie
	Permeaat (UF)	TOC en LC-OCD	MM fractie

In Tabel 3-3 zijn de indikkingsfactoren weergegeven tijdens de verschillende fractioneringstappen van het onderzoek van Yin en van de eerste membraanfractioneringstest ter vergelijking. Alle gegevens en berekeningen met betrekking tot de indikkingsfactoren zijn terug te vinden in bijlage II.

Tabel 3-3 Concentratie en diafiltratiefactoren tijdens membraanfractioneringstesten uitgevoerd door Yin[2] en tijdens eerste membraanfractioneringstest KWR

Stap	Omschrijving	Yin	KWR
1	0,2 µm		
	Concentratiefactor	1	1
2	NF		
	Concentratiefactor	20	10,0
	Diafiltratiefactor	6	4,9
3	UF		
	Concentratiefactor	2,0	1,8
	Diafiltratiefactor	11	11

In vergelijking met de testen die zijn uitgevoerd door Yin zijn de indikkingsfactoren tijdens de eerste en derde stap vergelijkbaar. Tijdens stap 2 (NF) is de indikking een factor 2 lager tijdens de eerste membraanfractioneringstest in vergelijking met de testen uitgevoerd door Yin. Dit wordt voor het grootste gedeelte veroorzaakt door het feit dat, om praktische redenen (volume voedingsvat en minimale benodigde volume na concentreren), de maximaal te bereiken indikkingsfactor 10 is tijdens de concentratiestap van stap 2.

De totale test duurde ongeveer 1 week en alle monsters zijn gekoeld bewaard en vervolgens door DOC-Labor geanalyseerd. De conductiviteit (EGV) en pH van de diverse stromen zijn tijdens de fractioneringstest gemeten (aan het begin, tijdens het concentreren, voor toevoegen RO permeaat en op het einde van een fractioneringsstap).

3.2 Resultaten

3.2.1 Bedrijfsvoering

Alle gemeten data met betrekking tot de bedrijfsvoering zijn terug te vinden in bijlage V, Tabel V-1. De eerste stap waarbij de deeltjes > 0,2 µm zijn afgescheiden had een looptijd van ongeveer een half uur. Tijdens de fractionering liep de temperatuur op van 15,5 naar 15,8 °C. Wel nam het voedingsdebiet af en diende de druk te worden verhoogd, om het gewenste debiet van 1 m³/uur te handhaven door vervuiling van het membraan door deeltjes > 0,2 µm. De vervuiling werd verwijderd tijdens de BW die aan het einde van de fractionering plaatsvond. Alle (zichtbare) vervuiling en deeltjes werden al tijdens de eerste 10 liter verwijderd waardoor de het opgevangen monster (na 10 liter) geen representatief monster is voor de fractie deeltjes > 0,2 µm. Daarom is besloten om geen analyse (TOC+LC-OCD) uit te voeren op het BW water. In plaats hiervan is er een monster genomen van het lekkanaalwater dat zich nog in het vat (vat 1) bevond. Tijdens eventuele vervolgtesten dient het BW water direct te worden bemonsterd om ervoor te zorgen dat alle deeltje (< 0,2 µm) worden opgevangen. De pH (7,6) en EGV (410 µS/cm) van de voeding en permeaat waren gelijk aan elkaar en veranderde niet gedurende het filtratieproces. Dit

was ook niet de verwachting omdat alleen de deeltjes $> 0,2 \mu\text{m}$ zijn afgescheiden en deze maar een kleine fractie zijn van het totaal aan stoffen die zich in het water van het lekkanaal bevonden.

Tijdens het eerste gedeelte (concentreren) van de tweede stap waarbij het water met behulp van NF werd geconcentreerd nam, vanaf het begin, de temperatuur van de voeding toe van $19,2$ naar $23,3$ °C bij een voedingsdruk van $8,1$ bar. Dit had tot gevolg dat ook het permeaatdebiet toenam van $57,8$ tot $64,8$ L/uur (niet genormaliseerd voor de temperatuur). Om het gewenste permeaatdebiet van 57 L/uur (flux = $20 \text{ L/m}^2\cdot\text{uur}$) te houden werd de voedingsdruk verlaagd naar $6,8$ bar. De temperatuur en het permeaatdebiet bleven beiden stijgen. Aan het einde van de test was de temperatuur $28,5$ °C. Tijdens het tweede gedeelte (diafiltratie) werd dezelfde trend waargenomen. Zowel de temperatuur als het permeaatdebiet nemen toe en de voedingsdruk diende te worden verlaagd. De temperatuur in de voeding loopt op van $17,2$ °C aan het begin van het filtratieproces op tot $25,3$ °C aan het einde van het filtratieproces. Van vervuiling van het membraan was gedurende de test geen sprake.

Het EGV en de pH van de voeding en het permeaat namen toe (bijlage V Tabel V-1) naarmate het water verder werd geconcentreerd tijdens het eerste gedeelte van stap 2 (concentreren). De EGV in de voeding nam toe van $418 \mu\text{S/cm}$ aan het begin van de fractionering tot $953 \mu\text{S/cm}$ aan het einde van de fractionering. Op basis van de EGV getallen nam de verwijdering door het NF membraan ook toe van $42 - 54\%$. Dezelfde trend werd waargenomen tijdens de diafiltratiestap van stap 2 waarbij de verwijdering door het NF membraan toenam van 67 tot 76% . De EGV in de voeding nam toe van $120 \mu\text{S/cm}$ aan het begin van de fractionering tot $317 \mu\text{S/cm}$ aan het einde van de fractionering. De pH van $7,3$ naar $7,6$.

Tijdens het eerste gedeelte (concentreren) van de derde stap waarbij het water met behulp van UF werd geconcentreerd bleven de temperatuur, voedingsdruk en voeding en permeaatdebiet constant (bijlage V Tabel V-1). Ook tijdens het tweede gedeelte (diafiltratie) werd dezelfde trend waargenomen. Tijdens diafiltratie werd het permeaatdebiet verhoogd om het filtratieproces te versnellen. Gedurende de 5 uur dat de filtratie onder deze omstandigheden plaatsvond liep de temperatuur nauwelijks op (1 °C). De bedrijfsvoering tijdens stap 3 kan als constant worden beschouwd. Wel is het goed om net als tijdens stap 2 ervoor te zorgen dat de temperatuur constant (20 ± 2 °C) wordt gehouden.

Tijdens het eerste gedeelte (concentreren) van de derde stap waarbij het water met behulp van UF werd geconcentreerd nam de EGV van de voeding en het permeaat nauwelijks toe naarmate het water verder werd geconcentreerd. De EGV in de voeding nam toe van $348 \mu\text{S/cm}$ aan het begin van de fractionering tot $352 \mu\text{S/cm}$ aan het einde van de fractionering. De verwijdering op basis van de EGV getallen was 2% . Tijdens de diafiltratiestap neemt de pH van de voeding en het permeaat af (bijlage V, Tabel V-1) naarmate het water verder wordt geconcentreerd. Van $7,4$ naar $6,6$ in de voeding en van $7,1$ naar $6,6$ in het permeaat. Net als tijdens stap 2 nam de EGV van de voeding en het permeaat toe naarmate het water verder wordt geconcentreerd tijdens de diafiltratiestap. De EGV in de voeding nam toe van $54 \mu\text{S/cm}$ aan het begin van de fractionering tot $80 \mu\text{S/cm}$ aan het einde van de fractionering. De verwijdering door het UF membraan ligt tussen $19 - 25\%$ gedurende de diafiltratiestap.

3.2.2 TOC en LC-OCD

Na afloop van de eerste membraanfractioneringstest zijn de verschillende membraanfracties en het oppervlaktewater (Lekkanaal) geanalyseerd op TOC en LC-OCD. De monsternamen van het BW water zijn vervallen en in plaats hiervan is er een monster genomen van het Lekkanaalwater dat zich nog in het vat (vat 1) bevond. De resultaten en de chromatogrammen zijn terug te vinden in bijlage VI. De TOC en DOC concentraties van het Lekkanaal en de verschillende membraanfracties zijn weergegeven Tabel 3-4.

Tabel 3-4 TOC en DOC concentraties tijdens eerste membraanfractioneringstest

	Lekkanaal	Permeaat NF	Permeaat UF	Voeding einde stap 3
	mg C/L	mg C/L	mg C/L	mg C/L
TOC	3,15 ± 0,05	0,150 ± 0,002	9,11 ± 0,14	4,43 ± 0,07
DOC	3,10 ± 0,07	0,144 ± 0,003	9,08 ± 0,20	4,36 ± 0,09

Het TOC gehalte in het Lekkanaal is iets hoger dan het DOC gehalte, respectievelijk 3,15 en 3,10 mg C/L. Op basis van de foutenmarges is dit verschil niet significant en mag worden gesteld dat het gehalte aan deeltjes > 0,45 µm in het Lekkanaalwater laag is ten opzichte van de overige DOC gerelateerd stoffen die in het Lekkanaal aanwezig zijn. In het geval van het Lekkanaalwater zou het nog zo kunnen zijn dat er geen homogeen monster is genomen omdat het vat tijdens de testen niet is geroerd en de monsternamen pas aan het einde plaatsvond in een stilstaande oplossing. Tijdens vervolgtesten dient de voeding continu te worden geroerd. In het geval van de andere fracties vond menging/homogeniseren plaats door het continu terugvoeren van het concentraat. Maar ook in de verschillende membraanfracties is het TOC en DOC gehalte nagenoeg gelijk en vallen binnen de foutenmarges van de bepaling. Op basis van de metingen van DOC-Labor lijken er geen significante hoeveelheden deeltjes > 0,45 µm aanwezig te zijn in de gemeten fracties en het Lekkanaal.

De samenstelling van het DOC op basis van HOC (Hydrophobic Organic Carbon), de sterk hydrofobe fractie, die in de kolom blijft en van CDOC (Chromatographic DOC) de fractie, meestal van hydrofiele oorsprong, die door de chromatograafkolom gaat is weergegeven in Tabel 3-5.

Tabel 3-5 Samenstelling DOC op basis van HOC en CDOC tijdens eerste membraanfractioneringstest

	Lekkanaal	Permeaat NF	Permeaat UF	Voeding einde stap 3
	%	%	%	%
HOC	9 ± 1	28 ± 4	8 ± 1	4 ± 1
CDOC	91 ± 2	72 ± 2	92 ± 2	96 ± 2

Met uitzondering van het NF permeaat, is het aandeel CDOC > 90%. Het NF permeaat bestaat voor 72% uit CDOC. De hoeveelheid HOC wordt berekend door het verschil te berekenen tussen het DOC en het CDOC. Dit heeft als gevolg dat de foutenmarge van HOC groter is. Dit zou een verklaring kunnen zijn voor het feit dat er meer HOC aanwezig is in het NF permeaat ten opzichte van de overige fracties.

Zoals reeds eerder in dit rapport vermeld (paragraaf 2.1.2) wordt voor de ontwikkeling van een nieuwe fractioneringstool met behulp van membraanfractionering uitgegaan van de 5 fracties waaruit de CDOC bestaat. In Tabel 3-6 zijn de concentraties van de CDOC en de verschillende CDOC fractie weergegeven voor de verschillende membraanfracties en het Lekkanaal.

Tabel 3-6 Concentratie verschillende CDOC fracties in Lekkanaal en verschillende membraanfracties tijdens eerste membraanfractioneringstest

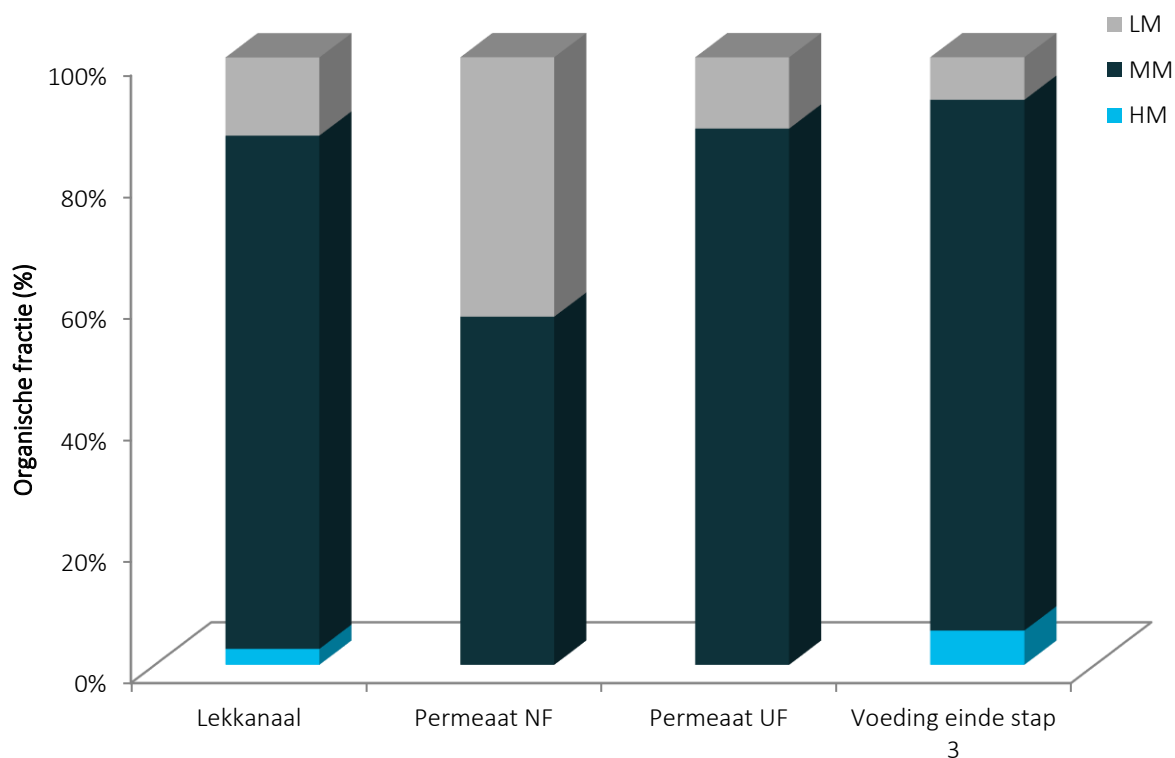
		Lekkanaal	Permeaat NF	Permeaat UF	Voeding einde stap 3	
CDOC		µg C/L	2821	103	8368	4183
	BP	µg C/L	74	<1	<1	236
	HS	µg C/L	1925	47	5948	3190
	BB	µg C/L	458	12	1437	464
	LMWN	µg C/L	346	44	968	293
	LMWA	µg C/L	17	<1	14	<1

Tijdens de eerste test is er voor gekozen om alleen de membraanfracties te bemonsteren in de voeding en het permeaat (Figuur 2-1). Daarom is het niet mogelijk om een massabalans te maken op basis van concentratie voor en na de verschillende fractioneringsstappen.

De NF (stap 2) houdt zoals verwacht alle HM stoffen (BP in Tabel 3-6) tegen. De overige fracties worden deels tegengehouden door de NF. Dit blijkt uit het feit dat alle fracties nog aanwezig zijn in de voeding aan het einde van stap 3. Als men ervan uitgaat dat de concentratie van de voeding van de NF vergelijkbaar is met de samenstelling van het Lekkanaalwater (in werkelijkheid zal dit hoger zijn door concentreren en zal de retentie hoger zijn) tijdens de monsternamen van het permeaat wordt 97% van de MM (HS+BB) fractie en 87% van de LM (LMWN+LMWA) fractie tegengehouden door het membraan. De gevonden retenties worden later in dit rapport geverifieerd bij toepassen van modelberekeningen (H4). De concentraties van de overgebleven fracties, in het permeaat na NF, zijn laag ten opzichte van de beginconcentraties in het Lekkanaalwater. Aangezien de concentraties van de LM fractie tijdens stap 3 hoog zijn, in zowel het permeaat als de voeding aan het einde van stap 3, lijkt het erop dat de diafiltratiestap tijdens stap 2 er niet voor zorgt dat er extra veel LM stoffen worden verwijderd door toepassen van diafiltratie tijdens de tweede stap. Verder is het de vraag of bij de lage concentratie van 44 µg/L LMWN (LMWA wordt niet teruggevonden) in het NF permeaat de invloed van de LMWN en LMWA (LM stoffen) op de groeipotentie kan worden bepaald. Vooral als men dit vergelijkt met de andere membraanfracties die zeer hoge concentraties van de verschillende fracties bevatten als gevolg van het concentreren van de oplossingen. De monsternamen van het NF permeaat vond reeds plaats nadat er 25 L (van de 450 L) permeaat was geproduceerd. Tijdens de vervolgtest is het beter op het NF permeaat monster aan het einde van de concentreringsstap te nemen omdat op dat moment het voedingswater hogere concentraties LM stoffen bevatten waardoor er ook hogere concentraties in het permeaat zullen zitten. Daarnaast kan de diafiltratiestap ook komen te vervallen.

De UF (stap 3) houdt alle HM stoffen tegen. De overige fracties worden deels tegengehouden door de UF. Dit blijkt uit het feit dat alle fracties nog aanwezig zijn in de voeding aan het einde van stap 3. Wat opvalt dat de concentratie van HM stoffen in het voedingswater is toegenomen van 74 µg/L bij de start van de fractionering naar 236 µg/L aan het einde van fractioneringsstap 3. Dit is een factor 3 terwijl je op basis van de toegepaste concentratiestappen (Tabel 3-3) uitkomt op een indikkingfactor van 20. Waarschijnlijk blijft een groot gedeelte van de HM stoffen achter op het membraan. Aangezien de concentratie van de HM stoffen in de voeding aan het begin van stap 3 niet is bepaald kan niet worden aangegeven hoeveel HM stoffen achterblijven op de verschillende membranen. Er wordt aanbevolen om ook concentraatmonsters te analyseren om een volledige massabalans te kunnen opstellen (vervolgonderzoek).

Op basis van de concentraties van de verschillende fracties in de diverse membraanfracties is het percentage van de verschillende fracties in de diverse membraanfracties berekend (zie bijlage VI, Tabel VI-2). In Figuur 3-4 is de samenstelling van de verschillende membraanfracties gegeven.



Figuur 3-4 Samenstelling lekkanaal en verschillende membraanfracties

Het grootste gedeelte van het Lekkanaalwater bestond uit de MM stoffen (84%). Daarnaast bevat het lekkanaal 13% LM en 3% HM stoffen. Tijdens de tweede stap (NF) werden de HM stoffen volledig tegengehouden door het membraan. Tijdens concentreren (CF=10) en diafiltreren (DF=4,9) bestond de permeaatfractie voor 43% (44 µg/L) uit LM en voor 57% (59 µg/L) uit MM stoffen. Tijdens het onderzoek van Yin [2] met dezelfde membranen maar dan met zeewater als voeding vond er een beter scheiding plaats. De fractie bevatte 87% LM en 13% MM stoffen. De betere scheiding tijdens de testen van Yin wordt waarschijnlijk veroorzaakt door het feit dat het zeewater relatief meer LM stoffen bevatten dan bij de hier beschreven testen met het Lekkanaalwater. Het zeewater bestond voor 61% uit MM, 32% LM en 7% HM stoffen. waardoor een betere scheiding mogelijk was. Ook was het onderzochte membraan specifiek geselecteerd voor het fractioneren van zeewater. Wij hebben geen specifieke selectie uitgevoerd naar fractionering van oppervlaktewater.

Het geteste NFW membraan van Synder kan ook worden toegepast op oppervlaktewater voor fractioneringsdoeleinde. Het is geschikt om de HM te scheiden van de overige fracties. Daarnaast verwijdert de NF ook bijna 97% (berekend met behulp van de resultaten uit Tabel 3-6 en volgens formule 5, H4) van de MM stoffen en zorgt het ervoor dat het percentage LM stoffen in de fractie wordt verhoogd.

Tijdens de derde stap (UF) werd de HM fractie volledig tegengehouden door het membraan. Het opgevangen permeaat na concentreren (CF=2) en diafiltratie (DF=11) bestond voor 88% (7385 µg/L) uit MM en voor 12% (982 µg/L) uit LM stoffen. Deze fractie is meer vergelijkbaar met de het resultaat dat Yin [2] bereikte (93%:7%). De overgebleven voedingsfractie bestond voor 6% uit HM, 87% uit MM en 7% uit LM stoffen. Op basis van de resultaten is duidelijk dat het gekozen UF membraan voor stap 3 geschikt is om de gewenste fractie te verkrijgen. Echter dient de fractionering tijdens stap 3 verder te worden geoptimaliseerd, met name om de HM fractie vrij te maken van MM en LM stoffen. Dit kan op twee manieren.

1. Verder concentreren voeding tijdens eerste gedeelte stap 3
2. Het volume tijdens de diafiltratiestap te verhogen waardoor de MM en LM stoffen uit de voeding worden verwijderd

Het is aan te bevelen om beide te onderzoeken tijdens vervolgonderzoek.

3.3 Aanpassingen tijdens vervolgonderzoek

Tijdens het vervolgonderzoek (tweede fractioneringstest – zie H4) worden alle bevindingen van de eerste test meegenomen in de opzet van onderzoek.

Voor de vervolgtest kunnen dezelfde MF, UF en NF membranen worden ingezet aangezien uit de eerste test naar voren kwam dat de geteste membranen geschikt zijn voor het fractioneren van oppervlaktewater op basis van de LC-OCD resultaten. Gezien de korte duur van de fractioneringstest, het feit dat er nauwelijks sprake was van fluxdaling en de uitgevoerde BW aan het einde van stap 1 kunnen dezelfde membranen worden gebruikt voor vervolgonderzoek waarbij de gehele installatie wordt gereinigd volgens de spoelprocedure zoals beschreven in bijlage IV.

Daarnaast zal het vat waarin zich het voedingswater bevindt tijdens de eerste fractioneringsstap worden geroerd. Dit is in de tweede en derde stap niet nodig omdat gedurende deze stappen het concentraat wordt teruggevoerd richting het voedingsvat zodat er een menging plaatsvindt. Wel zal tijdens de tweede en derde stap het vat met voedingswater worden gekoeld waarbij het water op een temperatuur van 20 ± 2 °C wordt gehouden. Verder zal het startvolume worden verhoogd van 500 liter naar 1000 liter om indien nodig de fracties verder te kunnen indikken.

Om te bepalen vanaf welke concentratie van een bepaalde fractie er een effect te zien is op de biologische stabiliteit zullen tijdens de vervolgtest ook een aantal analyses worden uitgevoerd met methoden om de groeipotentie te bepalen. Op deze manier wordt een eerst beeld verkregen van het effect van de verschillende fracties op de biologische stabiliteit en of daarbij de concentratie van verschillende fracties van invloed op zijn. Daarbij wordt gestreefd om voor alle fracties (voor zover mogelijk) de totale concentratie van de componenten die voorkomen in de desbetreffende fracties vergelijkbaar zijn. Dit geldt met name voor de fracties in het NF permeaat waarbij het aan te bevelen is om de monsternamen van het permeaat uit te voeren aan het einde van de concentratiestap. Daarnaast zal de monsternamen van het BW water direct dienen te worden uitgevoerd en niet nadat er 10 liter BW water is afgevoerd zodat alle deeltjes worden opgevangen voor analyse. Verder wordt er ook LC-OCD analyses uitgevoerd op het voedingswater direct bij de start van de diverse stappen om een ionenbalans te kunnen maken.

4 Modelberekeningen voor concentreren en diafiltratie

Op basis van de uitkomsten van de eerste membraanfractioneringstest, is een Excel model ontwikkeld gebruikmakend van massabalansberekeningen. In deze massabalansberekeningen zijn de retenties van de verschillende fracties voor elk membraan bepaald uit het eerste experiment. Met de berekeningen is een betere concentratiefactor (CF) en diafiltratiefactor (DF) berekend om tot een betere scheiding van de verschillende fracties te komen. De verbeterde fractioneringsaanpak is toegepast in de tweede membraanfractioneringstest. Deze berekeningsaanpak wordt in deze paragraaf besproken. De formules en de aannames die zijn gedaan voor het model worden hier kort beschreven en vallen verder niet binnen de scope van dit rapport.

De fractionering tijdens stap 2 en 3 vinden in twee stappen plaats.

1. Concentreren voeding
2. Diafiltratie

Als eerste dient de retentie van de verschillende membraanfracties (HM, MM en LM) tijdens stap 2 en 3 bekend te zijn. Deze retentiegegevens zijn bepaald uit het eerste fractioneringsexperiment. De retentie wordt berekend met de volgende formule [5].

$$R = 1 - \frac{c_p}{c_F}$$

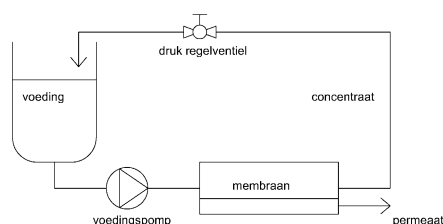
Waarbij:

R = Retentie

C_p = Permeaatconcentratie membraanfractie [g/L]

C_F = Voedingsconcentratie membraanfractie [g/L]

Concentreren van de voeding tijdens stap 2 en 3 vindt als volgt plaats (Figuur 4-1).



Figuur 4-1 concentreren tijdens de fractioneringsstappen

Voor de berekeningen met betrekking tot het concentreren van de voeding zijn de volgende formules [5] gebruikt:

$$X = \frac{V_0}{V_K}$$

Waarbij:

X = Concentratie factor

V₀ = Beginvolume [L]

V_k = Eindvolume [L]

De eindconcentratie van de betreffende concentreerde stof in het voedingsvat kan worden bepaald met een massabalans, en zal afhangen van de beginconcentratie, de concentratie factor en de retentie als volgt:

$$c_k = c_0 * X^R$$

Waarbij:

C₀ = Beginconcentratie voeding

c_k = Eindconcentratie voeding (na concentreren)

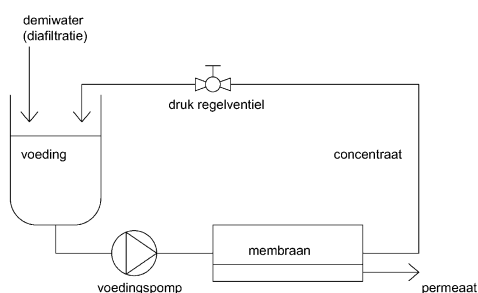
Uit dezelfde massabalans kan ook de permeaatconcentratie van de stof worden berekend, welke ook zal afhangen van de begin concentratie, de concentratie factor en de retentie, en wordt als volgt berekend.

$$\bar{c}_p = c_0 * \frac{X}{X-1} * (1 - X^{R-1})$$

Waarbij:

$\bar{c}_p$ = Concentratie opvangen totale permeaat

Nadat de voeding is geconcentreerd vindt de diafiltratiestap plaats zoals weergegeven in Figuur 4-2. Tijdens diafiltratie wordt schoon water toegevoegd aan het voedingsvat, waardoor de stof concentraties zullen dalen.



Figuur 4-2 Diafiltratie tijdens de fractioneringsstappen

Voor diafiltratie zijn de volgende formules [5] gebruikt:

$$D = \frac{V_{LM}}{V_K}$$

Waarbij:

D = Diafiltratiefactor

V_{LM} = Toegevoegde volume tijdens diafiltratie [L]

V_K = Uiteindelijk volume na de diafiltratie stap [L]

(of voedingsvolume indien het proces wordt bedreven bij een constant volume)

De uiteindelijke concentratie van een stof na diafiltratie wordt bepaald door de begin concentratie, de diafiltratiefactor en de stof retentie van het membraan, en wordt als volgt berekend

$$\frac{c_k}{c_0} = e^{(D*(R-1))}$$

De totale concentratie van een membraanfractie in het concentraat is:

$$\bar{c}_p = \frac{c_0}{D} * (1 - e^{(D*(R-1))})$$

Op basis van de resultaten van de eerste fractioneringstest en het model is met behulp van trial en error de retentie van de verschillende membraanfracties bepaald tijdens de tweede (NF) en derde (UF) fractioneringsstap. De retenties van de verschillende membraanfracties zijn weergegeven in Tabel 4-1. Met het NF membraan worden hoge retenties gevonden voor alle stoffen, zelfs voor de laagmoleculaire stoffen (LMWN en LMWA) waarvan gewenst is dat ze door het membraan zouden moeten gaan. Voor het UF is de retentie voor hoogmoleculaire stoffen (BP) hoog, terwijl de retentie voor de mediummoleculaire stoffen (HS en BB) en laagmoleculaire stoffen lager zijn. De retentie voor de LMWA is onverwacht hoog, maar dat heeft waarschijnlijk te maken met de lage concentratie van LMWA in relatie tot de LOD.

Tabel 4-1 Retentie membraanfracties tijdens stap 2 en 3 eerste membraanfractioneringstest

Stap	Membraanfractie	Retentie %	Stap	Membraanfractie	Retentie %
2 (NF)	HM	100	3 (UF)	HM	100
	HS	98		HS	33
	BB	98		BB	33
	LMWN	88		LMWN	8
	LMWA	100		LMWA	84

Vervolgens zijn de concentraties van het voedingswater en de bepaalde retenties uit het eerste fractioneringsexperiment (Tabel 4-1) van de verschillende membraanfracties ingevoerd in het model. Dit is het uitgangspunt geweest om de concentratie- en diafiltratiefactoren en de tijdstippen van bemonstering te bepalen tijdens het tweede fractioneringsexperiment. In bijlage VII is een voorbeeld gegeven van een berekening gebruik makend van het model. Op basis van de uitkomsten van de modelberekeningen is besloten om, tijdens de tweede fractioneringstest, tijdens stap 2 (NF) alleen de concentratie stap uit te voeren. Tijdens stap 3 (UF) wordt de concentratiestap wel gevolgd door een diafiltratiestap.

5 Tweede membraanfractioneringstest

5.1.1 Experimentele set-up

Voor de tweede membraanfractioneringstest is dezelfde opstelling inclusief membranen ingezet als tijdens de eerste test (zie paragraaf 3.1.1 en 3.1.2). Op basis van de uitkomsten van de eerste test zijn er enkele wijziging aangebracht in de installatie. Er is een roerder geplaatst in vat 1. In vat 2 is een koelspiraal geplaatst zodat de oplossingen tijdens de testen op een constante temperatuur (20 ± 2 °C) kan worden gehouden. Voor aanvang van de test is de installatie eerst gereinigd volgens de reinigingsprocedure zoals beschreven in bijlage IV en vrijgegeven op basis van de analyseresultaten van TOC en UVA_{254nm} van (i) RO permeaat afkomstig uit vat 1+2, (ii) permeaat na alle membranen en (iii) het verzameld concentraat om te checken of er geen afgifte van stoffen plaatsvindt die de resultaten van de fractionering kunnen beïnvloeden (bijlage IV, Tabel IV-3). Daarnaast is de opzet van de test aangepast op basis van de resultaten tijdens de eerste test (paragraaf 3.5) en de berekeningen die zijn uitgevoerd met behulp van het model (H4). Tijdens de tweede test zijn er naast verder optimaliseren van het fractioneringsprotocol ook analyses uitgevoerd om de invloed van de verschillende membraanfracties op de groeipotentie van het water te onderzoeken.

Voor de tweede membraanfractioneringstest is water uit het IJsselmeer (inlaat zuivering PWN Andijk) gebruikt als uitgangswater en RO permeaat als spoelwater cq. verdunningswater voor de diafiltratie. De keuze voor dit type water is genomen met de biologische stabiliteitsbegeleidingsgroep. Er zijn tijdens het bemonsteren van het IJsselmeerwater in Andijk monsters genomen voor analyse van LC-OCD en methoden om de groeipotentie van het water te bepalen. Details van de gebruikte methoden om de groeipotentie te bepalen zijn beschreven in paragraaf 5.1.2.

In de eerste stap zijn de deeltjes ($> 0,2 \mu\text{m}$) afgescheiden van de te fractioneren oplossing (IJsselmeerwater) met behulp van een S-30 FSFC PSU module van Pentair. De eerste stap vond in one pass plaats waarbij de installatie in (semi) dead end modus werd bedreven bij een voedingsdebiet van $1 \text{ m}^3/\text{uur}$. Tijdens het fractioneren werd het voedingswater (vat 1, zie Figuur 3-3) geroerd met behulp van een roerder om ervoor te zorgen dat er geen deeltjes ($> 0,2 \mu\text{m}$) uitzakken tijdens het fractioneren. Vervolgens werden de achtergebleven deeltjes van het membraan verwijderd door het uitvoeren van een backwash (BW) met RO permeaat bij een BW debiet van $3,6 \text{ m}^3/\text{uur}$. Gedurende de BW werd de eerste 10 liter opgevangen in glazen monsterflessen en gebruikt voor verschillende analyses (alleen ATP (microbiologische analyse), ICPMS en Ortho fosfaat (chemische analyses)). Het overige BW water werd afgevoerd via het riool. Het productwater werd opgevangen in vat 2 (Figuur 3-3) en verder behandeld. Het product is bemonsterd (voor aanvang stap 2) en geanalyseerd op LC-OCD en met methoden om de groeipotentie te bepalen.

In totaal is er 1000 liter IJsselmeerwater behandeld in 2 batches van 500 L. Monsternamen van het BW water en het product heeft plaatsgevonden tijdens de behandeling van de eerste batch. Nadat de eerste batch (500 L) is behandeld diende eerst de fractionering met behulp van NF (stap 2) plaats te vinden. Dit in verband met de beperkte hoeveelheid opvangcapaciteit in de gebruikte vaten. Hiervoor is gekozen omdat de microbiologische analyses direct (binnen 24 uur) dienen te worden ingezet en batch 1 + 2 niet binnen 24 uur kunnen worden behandeld.

Het voedingsdebiet tijdens stap 2 was $1,3 \text{ m}^3/\text{uur}$ ($0,14 \text{ m/s}$) en het permeaatdebiet was 56 L/uur ($\text{Flux} = 20 \text{ L/m}^2.\text{uur}$). Tijdens de tweede stap werd het water verder gefractioneerd m.b.v. het NF membraan (NFW-2B-2540M TFC 300-500Da NF Sanitary, Synder). Het water in het voedingsvat (vat 2) werd op een temperatuur van 20 ± 2 °C gehouden met behulp van koeling. 500 liter water werd ingedikt tot 150 liter (CF 3,3) waarbij het permeaat werd afgevoerd via het riool en het concentraat weer werd teruggevoerd naar het voedingsvat (Vat 2). Van het permeaat

werd, nadat er 300 L permeaat is afgevoerd, 20 Liter monster genomen in een RVS vat om ervoor te zorgen dat de totale concentratie van de componenten in de LM fractie vergelijkbaar is (voor zover mogelijk) met de totale concentratie van de componenten in de overige fracties (gebaseerd op modelberekeningen, zie H4). Het monster diende gehomogeniseerd te worden omdat aan het begin van de monsternamen de concentraties van de verschillende componenten lager zijn dan aan het einde. Omdat voor ICPMS geldt dat deze monsters niet in RVS monsterflessen mogen worden genomen, werd er na 10 liter monsternamen een apart monster voor ICPMS genomen. Het monster werd geanalyseerd op LC-OCD en methoden om de groeipotentie te bepalen. Alle hier verder te noemen monsternamen werden op dezelfde manier uitgevoerd. Vervolgens werd vat 2 weer aangevuld met product van stap 1. Aangezien niet alle 500 L product in 1 keer kon worden toegevoegd aan vat 2 (ongeveer 400 L) is dit in twee fasen gebeurd. Het water werd vervolgens verder ingedikt tot 300 liter waarbij het permeaat werd afgevoerd via het riool en het concentraat weer werd teruggevoerd naar het voedingsvat (Vat 2).

Tijdens stap 3 was het voedingsdebiet 0,5 m³/uur (0,05 m/s) en het permeaatdebiet 84 L/uur (Flux = 30 L/m².uur). Tijdens de derde stap werd het water verder gefractioneerd met behulp van het UF membraan (XT-2B-2540M PES 1kD UF Sanitary, Synder). De overgebleven oplossing (300 L) in het voedingsvat (vat 2) werd ingedikt tot 60 liter (CF 5x) waarbij het permeaat werd afgevoerd via het riool en het concentraat weer werd teruggevoerd naar het voedingsvat. Van het permeaat werd, nadat er 30 L permeaat is afgevoerd, 20 Liter monster genomen om ervoor te zorgen dat de totale concentratie van de componenten in de MM fractie vergelijkbaar is (voor zover mogelijk) met de totale concentratie van de componenten in de overige fracties (gebaseerd op modelberekeningen). Het monster werd geanalyseerd op LC-OCD en methoden om de groeipotentie te bepalen. Daarnaast is er voor de start van de derde stap ook een monster van de voeding (vat 2) genomen voor de analyse op LC-OCD.

Nadat de voeding is ingedikt tot 60 L (bij een productie van 240 L permeaat) werd 480 L RO permeaat (totaal 540 L, CF 8) toegevoegd en weer ingedikt tot 60 L (diafiltratie). Het concentraat werd weer teruggevoerd naar het voedingsvat om de nog aanwezige MM stoffen te verwijderen in de voeding/concentraat. Het permeaat werd via het riool afgevoerd. De installatie werd gestopt nadat het volume in het voedingsvat 60 L is. Vervolgens is er een monster genomen uit het voedingsvat voor de analyse op LC-OCD en methoden om de groeipotentie te bepalen. In Tabel 5-1 staan de toegepaste volumes en indikkingsfactoren tijdens de verschillende fractioneringsstappen weergegeven.

Tabel 5-1 Toegepaste volumes en concentratie en diafiltratiefactoren tijdens verschillende fractioneringsstappen

Stap	Omschrijving	Volume (L)
1	0,2 µm	
	Hoeveelheid	1000
2	NF	
concentreren	Hoeveelheid	1000
	Indikken tot	300
	Concentratiefactor	3,33
3	UF	
concentreren	Hoeveelheid	300
	Indikken tot	60
	Concentratiefactor	5
diafiltratie	Toevoegen Demiwater/RO permeaat	480
	Eindvolume voeding	60
	Diafiltratiefactor	8

Tijdens de fractioneringstesten werden de conductiviteit (EGV) en pH van de diverse stromen gemeten (aan het begin, tijdens het concentreren, voor toevoegen RO permeaat en op het einde van een fractioneringsstap).

5.1.2 Analyses

De LC-OCD analyses zijn net als tijdens de vorige test in H3 uitgevoerd door DOC-Labor.

Om de invloed van de membraanfracties op de groeipotentie te bepalen zijn de volgende analyses uitgevoerd door de KWR laboratoria volgens standaard procedures van het KWR lab:

AOC (P17-NOX), BPP (BP₇-BP₀), PHMOC (Hemoflow (HF, 20 L), TOC direct, TOC in HF-concentraat, CH in HF-concentraat, eiwitten in HF-concentraat), ATP, ICPMS en Ortho-fosfaat. Achtergronden, beschrijving van de uitvoering en prestatiekenmerken zijn terug te vinden op de KWR website [6] of in bijlage VIII.

In Tabel 5-2 is een overzicht gegeven van alle analyses per monsterpunt.

Tabel 5-2 Analyses tijdens tweede membraanfractioneringstest

Analyse		IJsselmeer water	BW water	Product 0,2 µm	Permeaat NF	Voeding begin stap 3	Permeaat UF	Voeding einde stap 3
LC-OCD		x		x	x	x	x	x
AOC (P17-NOX)		x		x	x		x	x
BPP	BP ₇ -BP ₀	x		x	x		x	x
PHMOC	Hemoflow (HF)	x		x	x		x	x
	TOC direct	x		x	x		x	x
	TOC HF-conc	x		x	x		x	x
	CH HF-conc	x		x	x		x	x
	eiwitten HF-conc	x		x	x		x	x
ATP		x	x	x	x		x	x
ICP-MS scan		x	x	x	x		x	x
Ortho- Fosfaat		x	x	x	x		x	x

5.2 Resultaten

5.2.1 Bedrijfsvoering

Alle gemeten data met betrekking tot de bedrijfsvoering zijn terug te vinden in bijlage IX, Tabel IX-1. Tijdens alle fractioneringsstappen bleef de temperatuur constant (20 ± 2 °C). Met uitzondering van het begin van de test (stap 1, 16,6 °C) omdat op dat moment het bemonsterde IJsselmeerwater nog niet de gewenste temperatuur van 20 ± 2 °C bereikt had en tijdens de concentratiestap van stap 3 (16,6 °C) omdat het moment van testen de omgevingstemperatuur 17 °C was. Deze lagere temperaturen hadden geen effect op de bedrijfsvoering.

De gewenste debieten en fluxen werden gedurende de gehele fractioneringstest gehaald met uitzondering van fractioneringsstap 1. Tijdens de eerste stap, waarbij de deeltjes $> 0,2 \mu\text{m}$ zijn afgescheiden, nam het voedingsdebiet af en diende de druk te worden verhoogd om het gewenste voedingsdebiet van $1 \text{ m}^3/\text{uur}$ te handhaven als gevolg van vervuiling van het membraan door deeltjes $> 0,2 \mu\text{m}$. Na 10 min is de voedingsdruk niet meer aangepast wat resulteerde in een snel lager wordende voedingsdebiet. Aan het einde van fractionering was het voedingsdebiet $0,27 \text{ m}^3/\text{uur}$. Tijdens het fractionering met behulp van het MF membraan (stap 1) dient er rekening mee te worden gehouden, dat als er bij grotere volumes ($> 500 \text{ Liter}$) tussendoor ook een BW wordt uitgevoerd om het MF membraan in bedrijf te houden bij toepassing van de fractioneringstool op oppervlaktewater. Voor stap 2 (NF) en 3 (UF) is dit voor de hier geteste hoeveelheden water niet nodig omdat deze onder de geteste omstandigheden konden worden bedreven bij constante debieten en fluxen en er dus nauwelijks sprake was van vervuiling van de membranen.

Gedurende de gehele fractioneringstest veranderde de pH van de voeding en het permeaat niet. De pH schommelde rond de 8,5 met uitzondering van de pH tijdens de diafiltratiestap van stap 3. Tijdens de diafiltratiestap werd het voedingswater aangevuld met RO permeaat wat resulteerde in een pH verlaging tot 7,7.

De EGV ($630 \mu\text{S}/\text{cm}$) van de voeding en permeaat, van stap 1, waren gelijk aan elkaar en veranderde niet gedurende het filtratieproces. Hetzelfde werd waargenomen tijdens de eerste fractioneringstest met Lekkanaalwater (paragraaf 3.2.1). Tijdens de tweede stap waarbij het water werd geconcentreerd met behulp van NF nam de EGV van de voeding en het permeaat toe (bijlage IX, Tabel IX-1) naarmate het water verder werd geconcentreerd. De EGV in de voeding nam toe van $647 \mu\text{S}/\text{cm}$ aan het begin van de fractionering tot $1008 \mu\text{S}/\text{cm}$ aan het einde van de fractionering. Op basis van de EGV getallen neemt de verwijdering door het NF membraan toe van 41 – 48%. Dit is vergelijkbaar met de verwijdering die werd waargenomen tijdens de eerste membraanfractioneringstest (42 – 54%) op basis van EGV metingen.

Tijdens het eerste gedeelte (concentreren) van de derde stap waarbij het water met behulp van UF werd geconcentreerd nam de EGV van de voeding en het permeaat toe (bijlage IX, Tabel IX-1) naarmate het water verder werd geconcentreerd. De EGV in de voeding nam toe van $980 \mu\text{S}/\text{cm}$ aan het begin van de fractionering tot $997 \mu\text{S}/\text{cm}$ aan het einde van de fractionering. De verwijdering op basis van de EGV getallen was 1%. Tijdens de diafiltratiestap (na toevoeging RO permeaat) nam de EGV in de voeding toe van $131 \mu\text{S}/\text{cm}$ aan het begin van de fractionering tot $164 \mu\text{S}/\text{cm}$ aan het einde van de fractionering. De verwijdering op basis van de EGV getallen lag tussen de 11 - 12%. Dit is lager dan de verwijdering die werd waargenomen tijdens de eerste membraanfractioneringstest (19 – 25%) op basis van EGV metingen. Dit verschil wordt waarschijnlijk veroorzaakt doordat de watersamenstelling van het Lekkanaalwater en het IJsselmeer verschillend zijn waardoor de concentratie van de stoffen (oa. zouten) die bijdragen aan de EGV ook verschillend zullen zijn.

Voor de fractioneringstool is het meten van de EGV (en pH) van groot belang als check voor de juiste werking van het proces en om eventuele storingen/onvolkomenheden snel op te sporen. Het is niet de juiste tool om te checken of de gewenste concentratiefactor (CF) van de voeding wordt behaald. De CF op basis van de in dit rapport uitgevoerde EGV metingen is een factor 2 – 5 lager voor de diverse stappen dan op basis van volume is behaald.

5.2.2 LC-OCD

Na afloop van de tweede membraanfractioneringstest zijn de verschillende membraanfracties en het oppervlaktewater (IJsselmeer) geanalyseerd op LC-OCD. De resultaten en de chromatogrammen zijn terug te vinden in bijlage X. De DOC concentraties van het IJsselmeer en de verschillende membraanfracties zijn weergegeven in Tabel 5-3.

Tabel 5-3 DOC concentraties tijdens tweede membraanfractioneringstest

DOC	
	mg C/L
IJsselmeer	6,72 ± 0,15
Product 0,2 µm	6,51 ± 0,14
Permeaat NF	0,17 ± 0,004
Voeding begin stap 3	20,7 ± 0,4
Permeaat UF	17,6 ± 0,4
Voeding einde stap 3	3,71 ± 0,08

In vergelijking met het Lekkanaalwater is het DOC gehalte van het IJsselmeer meer dan een factor 2 hoger namelijk 6,7 mg C/L ten opzicht van 3,1 mg C/L voor het Lekkanaal. Voor een goede vergelijking van de groeipotentie zouden de verschillende fracties, tijdens de tweede membraanfractioneringstest, dezelfde DOC concentraties moeten hebben. Dat is voor de huidige fracties niet het geval. Er is ervoor gekozen om de verschillende fracties niet te verdunnen/concentreren.

DOC bestaat in alle gemeten monsters voor meer dan 90 % (zie bijlage X, Tabel X-2) uit CDOC (Chromatographic DOC) de fractie, meestal van hydrofiele oorsprong, die door de chromatograafkolom gaat. CDOC bestaat uit de 5 fracties waarop de membraanfractionering op basis van LC-OCD is gebaseerd. In Tabel 5-4 zijn de concentraties van de CDOC en de verschillende CDOC fractie weergegeven voor de verschillende membraanfracties en het IJsselmeer.

Tabel 5-4 Concentratie verschillende CDOC fracties in IJsselmeer en verschillende membraanfracties tijdens de tweede membraanfractioneringstest

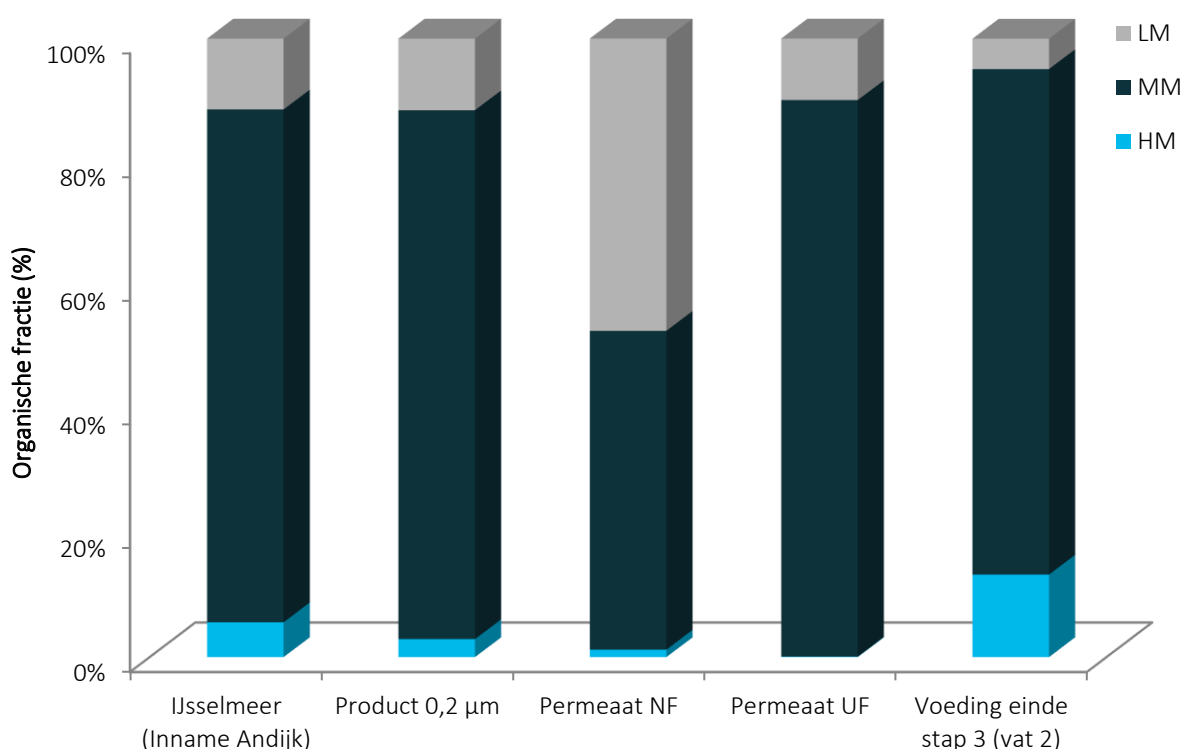
		IJsselmeer	Product 0,2 µm	Permeaat NF	Voeding Begin stap 3	Permeaat UF	Voeding einde stap 3	
CDOC		µg C/L	6302	6048	165	19015	16407	3600
	BP	µg C/L	355	176	2	375	14	480
	HS	µg C/L	4253	4269	66	14113	12187	2665
	BB	µg C/L	971	902	19	2601	2572	277
	LMWN	µg C/L	722	697	75	1926	1633	177
	LMWA	µg C/L	<2	3	3	<10	<10	<1

Het MF membraan (stap1) houdt 50 % van de HM stoffen (BP in Tabel 5-4) tegen. De HM stoffen werden samen met deeltjes > 0,2 µm verwijderd tijdens de BW. Alle overige stoffen (MM = HS+BB en LM = LMWN+LMWA) werden nauwelijks tegengehouden door het MF membraan. Minder dan 7% van de BB werden tegengehouden. Voor de LM stoffen is dit 3% en de HS werd helemaal niet tegengehouden door het MF membraan.

De NF (stap 2) houdt, zoals verwacht, nagenoeg alle overgebleven HM stoffen (99%) tegen. Een deel van de HM stoffen bleven achter op het NF membraan. Dit is duidelijk terug te zien in de resultaten, namelijk de concentratie in de voeding na stap 2, waarbij de voeding 3,3 keer is geconcentreerd, was 2x zo hoog. Op basis van de concentratiefactor (CF 3,3) zou de concentratie van 176 na 587 µg C/L moeten gaan terwijl de werkelijke concentratie in de voeding aan het begin van stap 3 375 µg/L is (CF 2). Het NF membraan houdt, op het moment van monstername van het permeaat, 98% van de MM stoffen en 89% van de LM stoffen tegen. Dit is vergelijkbaar met de retenties die werden gehaald tijdens de eerste membraanfractioneringstest (97% MM en 87% van de LM stoffen). Aangezien het NF membraan het grootste gedeelte van de stoffen tegenhoudt lijkt verder concentreren of diafiltratie er niet voor te zorgen dat grotere hoeveelheden van ongewenste stoffen (MM en LM) worden verwijderd en een zo puur mogelijk fractie overblijft.

Ook tijdens stap 3 (UF) waarbij 96% van de HM stoffen werd tegengehouden door het UF membraan bleven er HM stoffen achter op het membraan. De CF is 1,3 voor de HM stoffen in plaats van de op basis van het volume berekende CF van 2. Het UF membraan (stap 3) houdt, op het moment van monstername van het permeaat, 14% van de HS, 1% van de BB en 15% van de LM stoffen tegen. Om ervoor te zorgen dat de achtergebleven HM fractie (voeding einde stap 3) zo min mogelijk van de overige stoffen (MM en LM) bevat lijkt het erop dat vaker uitvoeren van de diafiltratiestap ervoor zorgt dat de MM en LM concentraties in de HM fractie snel lager worden met als gevolg een hogere concentratie aan HM stoffen in de uiteindelijk HM fractie.

Op basis van de concentraties van de verschillende fracties in de diverse membraanfracties is het percentage van de verschillende fracties in de diverse membraanfracties berekend (zie bijlage X, Tabel X-2). In Figuur 5-1 is de samenstelling van de verschillende membraanfracties gegeven.



Figuur 5-1 Samenstelling IJsselmeerwater en verschillende membraanfracties

Het grootste gedeelte van het IJsselmeerwater bestond uit MM stoffen (83%). Daarnaast bevat het IJsselmeer 11% LM en 6% HM stoffen. De LC-OCD samenstelling in het geteste Lekkanaalwater was vergelijkbaar (zie paragraaf 3.2.2).

Tijdens de eerste stap (MF) bleef een deel van de HM stoffen (50%) achter in de deeltjesfractie. MM en LM stoffen gingen door het MF membraan en bleven in oplossing.

Tijdens de tweede stap (NF) werd de HM fractie bijna volledig tegengehouden door het membraan. Dit resulteerde in een permeaatfractie die voor 47% (78 µg/L) uit LM, 52% (85 µg/L) MM en 1% (2 µg/L) HM stoffen bestond. In vergelijking met de eerste fractioneringstest is het percentage LM stoffen met 4% toegenomen van 43 naar 47% maar het percentage MM is nog steeds hoog ten opzichte van de LM stoffen in het NF permeaat.

Tijdens de derde stap (UF) werd de HM fractie bijna volledig tegengehouden door het membraan. De concentratie aan HM stoffen in het UF permeaat was verwaarloosbaar klein ($< 0,1\%$). Het opgevangen permeaat bestond voor 90% (14752 $\mu\text{g/L}$) uit MM en 10% (1633 $\mu\text{g/L}$) uit LM stoffen. Er vond een iets betere scheiding van de fracties plaats tijdens de tweede fractioneringstest. De resultaten zijn een bevestiging van de resultaten van de eerste fractioneringstest. Het gekozen UF membraan is geschikt voor de fractionering van de verschillende fracties tijdens stap 3.

Op basis van de twee uitgevoerde fractioneringstesten met Lekkanaal en IJsselmeerwater kan worden gesteld dat de in dit onderzoek geteste membranen geschikt zijn om fracties te scheiden op basis van deeltjes- en molecuulgrootte die overeen met de fracties die worden waargenomen met LC-OCD.

De S-30 FSFC PSU module van Pentair is geschikt om de deeltjes $> 0,2 \mu\text{m}$ te scheiden van de overige fracties tijdens stap 1. Het tijdens stap 2 geteste NFW membraan van Synder zorgt ervoor dat er een zogenaamde LM fractie (permeaat NF) ontstaat die voor ongeveer 50 % uit LM stoffen bestaat er waarbij de HM stoffen nagenoeg allemaal worden tegengehouden. Indien mogelijk zou er in eventueel vervolgonderzoek wel verder kunnen worden gekeken naar alternatieven waarbij de LM fractie een nog hogere percentages LM stoffen bevatten. Hierbij kan gedacht worden aan het testen van alternatieve NF membranen op kleine (lab) schaal of door met behulp van het model eerst te kijken welke retenties gewenst zijn om tot een optimale fractionering te komen.

Het gekozen UF membraan XT-2B-2540M PES 1kD UF Sanitary van Synder (stap 3) is uitermate geschikt om de HM te scheiden van de overige fracties. De zogenaamde MM fractie (UF permeaat) bestaat voor ongeveer 90% uit MM en voor 10% uit LM stoffen. Om tot een hogere percentage HM stoffen in de zogenaamde HM fractie (voeding einde stap 3) te komen zou vervolgonderzoek kunnen plaatsvinden waarbij de diafiltratie stap verder wordt geoptimaliseerd zodat de overige fracties (MM en LM) verder worden verwijderd uit de HM fractie.

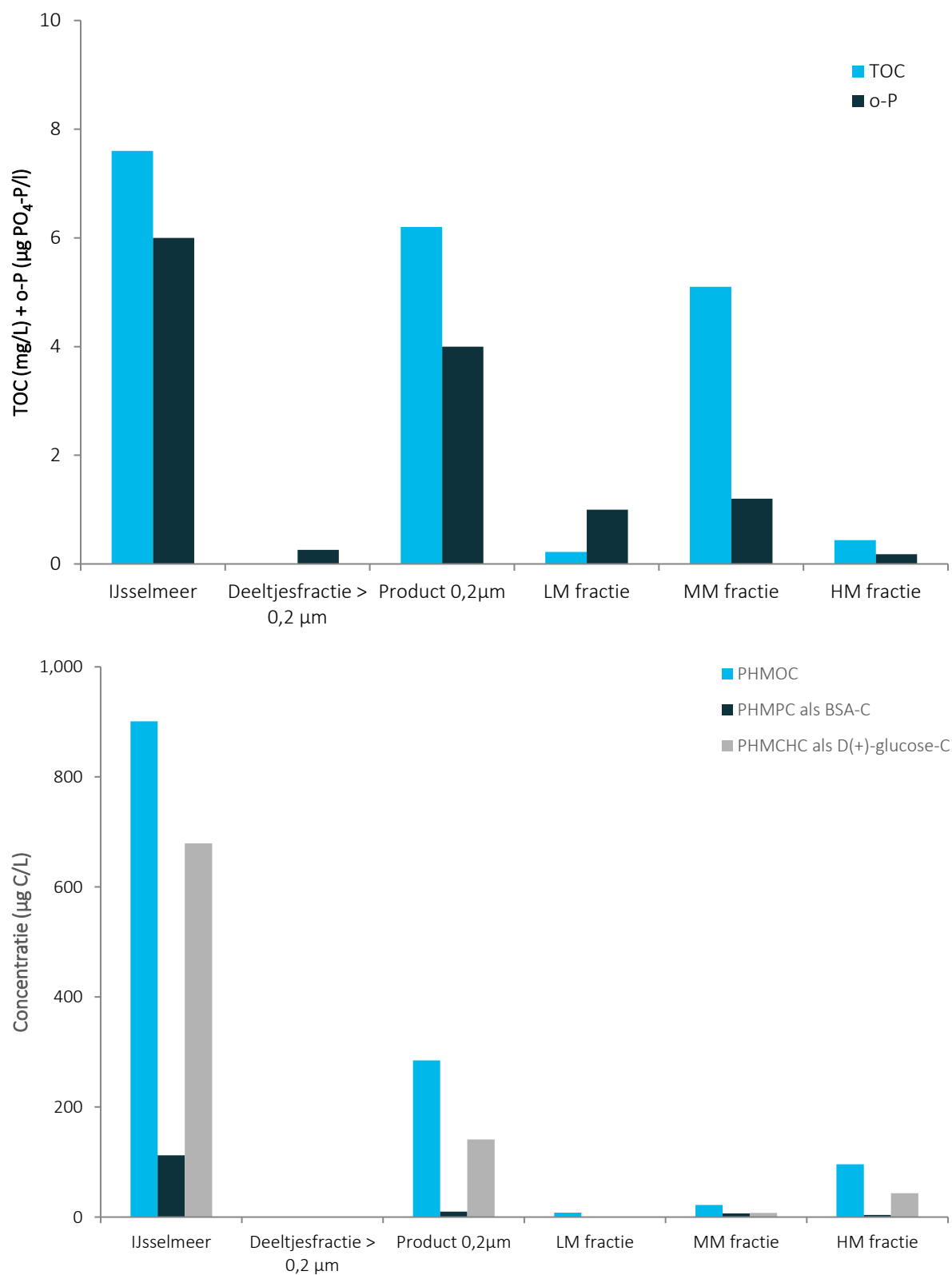
5.2.3 Invloed verschillende fracties op de groeipotentie

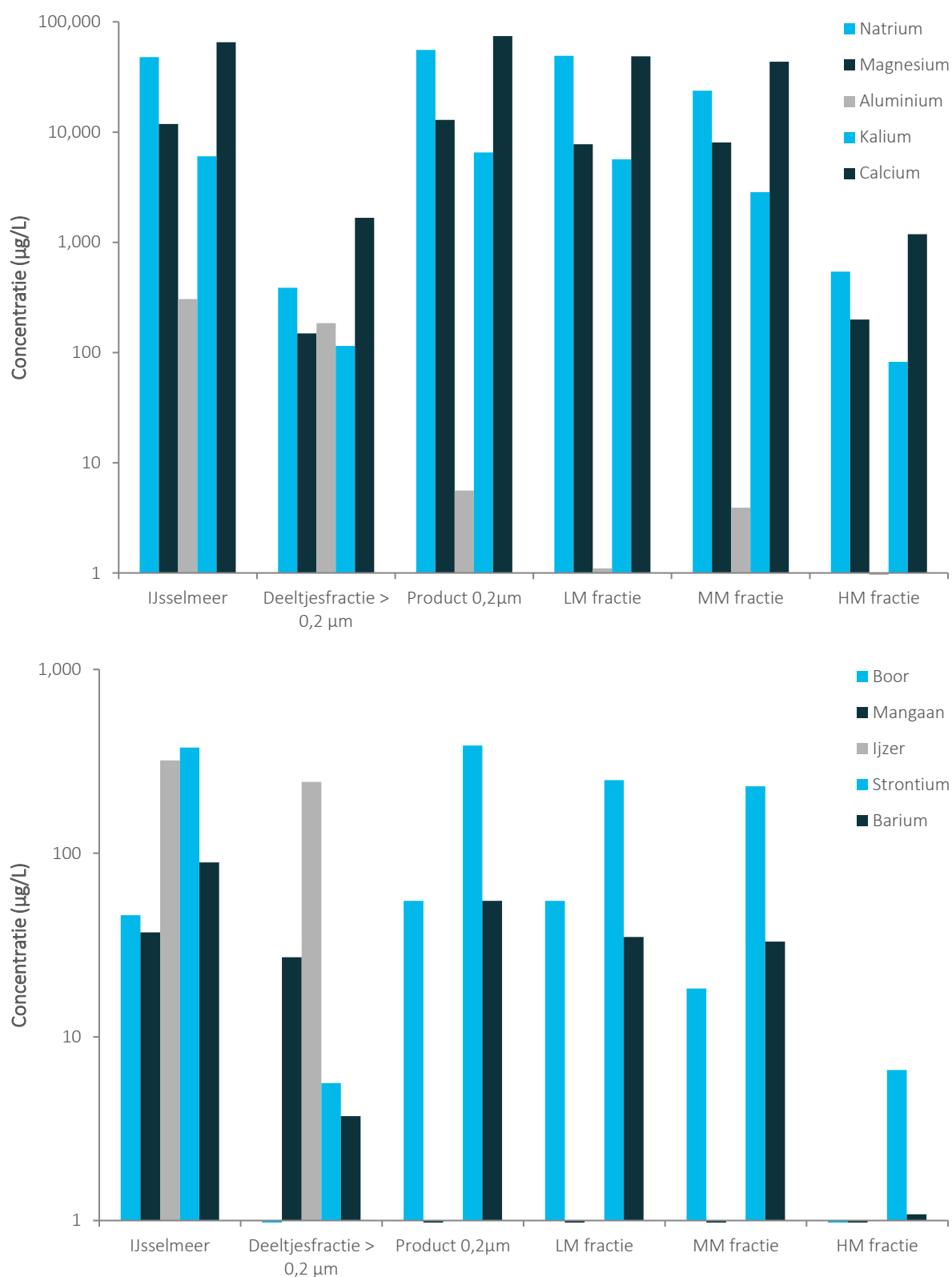
De scheiding van de diverse stoffen door membraanfractionering op basis van deeltjes- en molecuulgrootte die overeen komen met de fracties die worden waargenomen met LC-OCD wordt beïnvloed door (i) de Molecular weight cut-off (MWCO) van de membranen en (ii) de molmassa van de LC-OCD fracties. De MWCO van een membraan is het moleculair gewicht van de kleinste stof dat voor 90% wordt tegengehouden door het membraan. De MWCO van de toegepaste membranen zijn terug te vinden in Tabel 3-1. De MWCO voor het MF (stap 1), NF (stap 2) en UF (stap 3) membraan zijn respectievelijk ca. 500000, 300 – 500 en 1000 g/mol. De molmassa op basis van de LC-OCD fracties zijn terug te vinden in Tabel 2-1. De molmassa range voor de hoogmoleculaire (HM), medium (MM) en laagmoleculaire (LM) fractie zijn respectievelijk ca. > 1000 , 1000 – 350 en < 350 g/mol. Daarnaast zal de scheiding bij toepassing van LC-OCD niet alleen op grootte plaatsvinden maar ook als gevolg van interactie met de kolom [3].

Op basis van de theorie kunnen de HM stoffen door het MF membraan, maar niet door NF en UF membranen. MM stoffen kunnen door het MF membraan, en liggen qua molmassa dichtbij NF en zullen daarom grotendeels worden tegengehouden. MM stoffen kunnen grotendeels door een UF membraan gaan. Omdat de molmassa's zo dichtbij elkaar liggen, zal deze scheiding niet heel erg strak zijn. LM stoffen gaan door MF, UF en grotendeels door NF. Omdat de molmassa zo dichtbij elkaar liggen (en niet scherp zijn), is de scheiding ook niet strak. Dit komt overeen met de bevindingen tijdens de twee fractioneringstesten (paragraaf 3.2.2 en 5.2.2.).

Na afloop van de tweede membraanfractioneringstest zijn microbiologische en chemische analyses uitgevoerd om de invloed van de verschillende membraanfracties, op basis van LC-OCD fracties, en het IJsselmeerwater op de groeipotentie van het water te bepalen. De resultaten na concentreren zijn genormaliseerd ten opzichte van het oorspronkelijk volume om tot een juiste vergelijking te komen in concentratie. Om te normaliseren is berekend in hoeverre het genomen monster is geconcentreerd ten opzichte van de oorspronkelijke voeding en hiervoor is

gecorrigeerd naar het volume toe. De gebruikte normalisatiefactoren en de analyseresultaten zijn terug te vinden in bijlage XI. In Figuur 5-2 zijn alle geanalyseerde chemische parameters weergegeven.





Figuur 5-2 Resultaten chemische analyses om invloed verschillende fracties op microbiologische stabiliteit te bepalen. Voor TOC geen analyse uitgevoerd op deeltjesfractie > 0,2 µm

20% van het DOC werd tegengehouden door de MF en bevindt zich in de deeltjes > 0,2 µm fractie. De overige DOC werd voor meer dan 80% teruggevonden in de MM fractie. Ook bleef er DOC achter op de membranen (7 %). Er

werd iets meer DOC teruggevonden in de HM fractie in vergelijking met de LM fractie. De DOC concentratie in de verschillende (op basis van LC-OCD) fracties was $LM = HM \ll MM$. Dit komt overeen met de samenstelling van het IJsselmeerwater dat vooral MM stoffen bevat.

De deeltjes $> 0,2 \mu m$ fractie bevatte nauwelijks o-fosfaat. In het product zat $4 \mu g/L$ o-fosfaat. Waarvan het meeste na fractionering werd teruggevonden in de MM ($1,2 \mu g/L$) en LM ($1,0 \mu g/L$) fractie. De HM fractie bevatte nauwelijks o-fosfaat ($0,2 \mu g/L$). Daarnaast bleef veel van de o-fosfaat achter op de membranen (40 %). De o-fosfaat concentratie in de verschillende (op basis van LC-OCD) fracties was $HM < MM = LM$. De molmassa van o-fosfaat is ca. $100 g/mol$. Op basis van de theorie zou men verwachten dat de o-fosfaat in de LM fractie (NF permeaat: MWCO $300 - 500 g/mol$) zou terecht komen. Maar door interactie met andere stoffen wordt waarschijnlijk een gedeelte van de o-fosfaat ook afgevangen in de MM fractie.

De meeste PHMOC (Particulair Hoogmoleculair Organisch koolstof of Carbon), PHMCHC (Particulair Hoogmoleculair koolhydraten koolstof of Carbon Hydrates Carbon) en PHMPC (Particulair Hoogmoleculair eiwit koolstof of Protein Carbon) werd reeds afgevangen door het MF membraan en bevindt zich in de deeltjes $> 0,2 \mu m$ fractie. Het percentage PHMOC, PHMCHC en PHMPC in de deeltjes fractie is respectievelijk 70, 90 en 80%. Daarnaast bleef er tijdens de verschillende membraanfractioneringsstappen ook meer dan 50% van de PHMOC, PHMCHC en PHMPC achter op het membraan. De overgebleven PHMOC, PHMCHC en PHMPC bevinden zich vervolgens hoofdzakelijk in de HM fractie, wat overeenkomt met de molmassa.

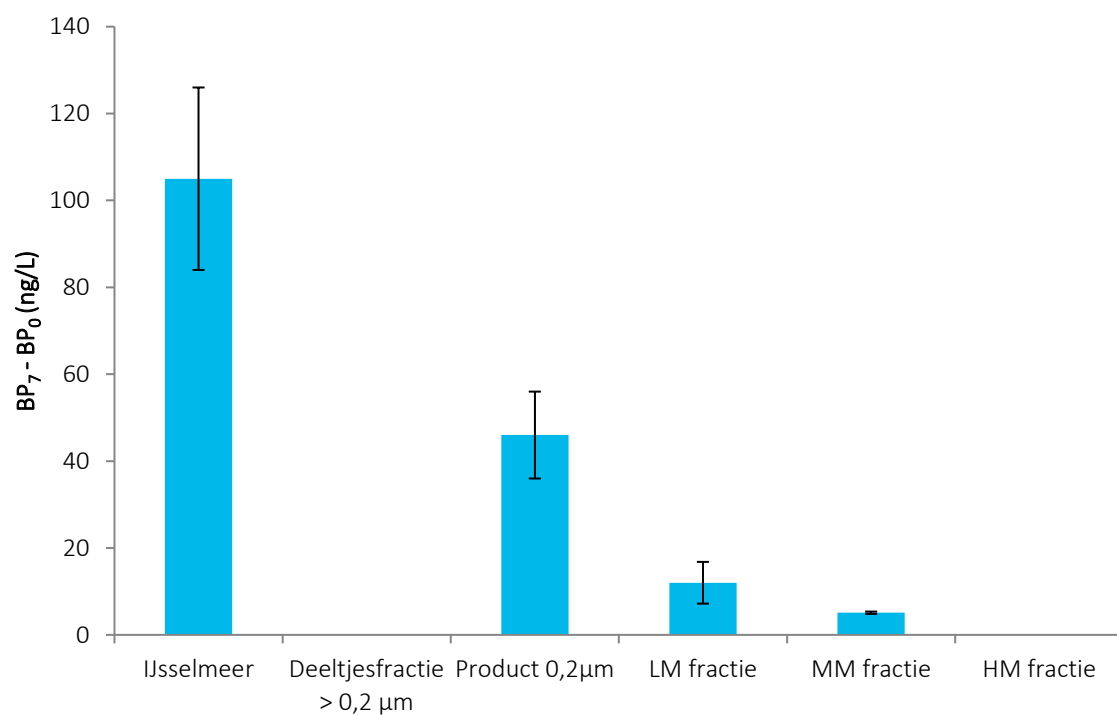
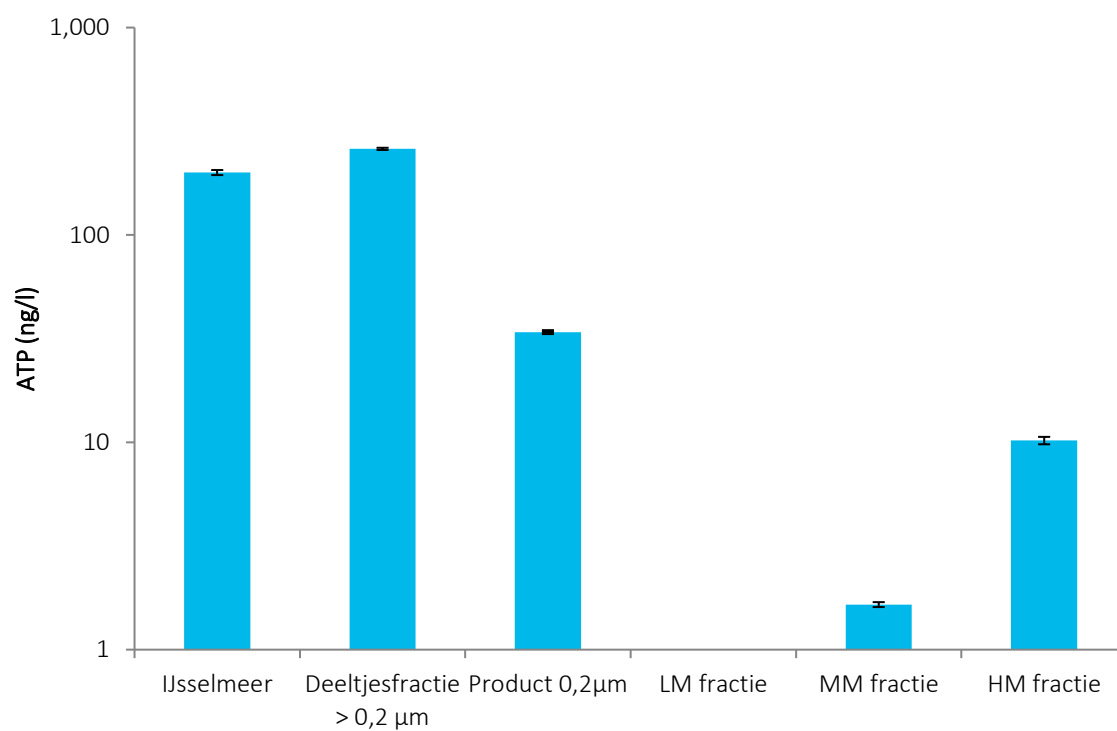
IJzer, mangaan en aluminium werden voor 98 - 100% tegengehouden door het MF membraan en bevinden zich in de deeltjes $> 0,2 \mu m$ fractie. Alle overige gemeten zouten en metalen werden met uitzondering van barium (38%) nauwelijks tegengehouden door het MF membraan. Waarschijnlijk wordt barium, net als ijzer en mangaan, gebonden aan deeltjes $> 0,2 \mu m$ waardoor het gedeeltelijk wordt verwijderd door het MF membraan. Tijdens de membraanfractioneringsstappen bleven er geen zouten en metalen achter op het membraan. Er waren nauwelijks zouten en metalen aanwezig in de HM fractie. De natrium en kalium concentratie in de verschillende (op basis van LC-OCD) fracties was $HM \ll MM < LM$. De concentratie magnesium, calcium, boor, strontium en barium in de verschillende fracties was $HM \ll MM = LM$.

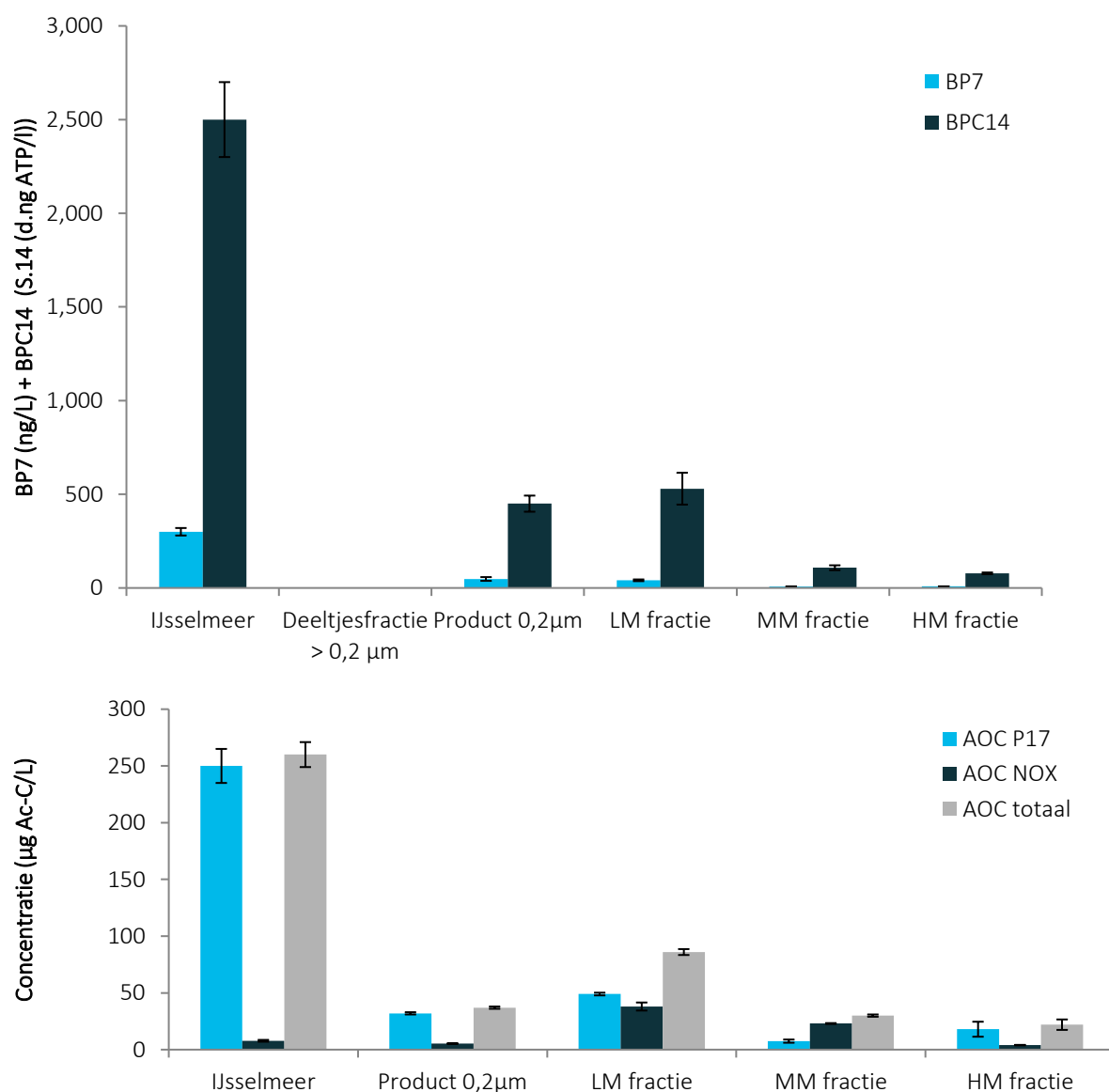
De ATP-concentratie van de verschillende fracties is bepaald als maat voor de hoeveelheid biologische activiteit. De ATP-concentratie is het hoogst voor de deeltjesfractie (Figuur 5-3). Dit is met name de ATP-fractie die in micro-organismen aanwezig zijn (intracellulaire ATP), die door het $0,2 \mu m$ wordt tegengehouden. De (vrije) ATP-concentratie was het hoogst in hoogmoleculaire fractie gevolgd door de MM fractie. In de LM fractie werd vrijwel geen ATP teruggevonden. Het molecuulgewicht van ATP is $507,2 g/mol$, waardoor vrij ATP voornamelijk in de MM fractie teruggevonden zou moeten worden. De meeste ATP wordt echter aangetroffen in de HM fractie, wat laat zien dat op basis van molecuulgewicht stoffen niet altijd betrouwbaar kunnen worden toegekend aan de verschillende LC-OCD-fracties.

De BPP en AOC-concentratie zijn ook van de meeste fracties bepaald, met uitzondering van de deeltjesfracties. De waarden voor de deeltjesfractie is geschat door de BPP-waarden of AOC-concentratie van het product $0,2 \mu m$ af te trekken van die van het IJsselmeerwater. In Figuur 5-3 zijn de resultaten van de BPP- en AOC-analyses weergegeven. De resultaten laten zien dat er een groot verschil is tussen de BPP-waarden en AOC-concentraties van het IJsselmeerwater en de verschillende fracties verkregen na de membraanfiltratiestappen. Dit betekent dat de BPP-waarden en AOC-concentraties van de deeltjesfractie dus beduidend hoger zijn dan die voor de verschillende andere fracties. Daarnaast is waargenomen dat de BPP-waarden en AOC-concentraties het hoogst zijn voor de LM fractie, gevolgd door de MM fractie. De waarden van deze parameters zijn het laagst voor de HM fractie. Dit betekent dat de LM fractie het meeste bijdraagt aan de groeipotentie van het water en de biopolymeerfractie het minst. Doordat de PHMOC, PHMCHC en PHMPC hoger waren in de HM fractie dan in de LMV fractie, kan geconcludeerd worden dat de PHMOC, PHMCHC en PHMPC die in het IJsselmeerwater aanwezig is, niet veel bijdraagt aan de groeipotentie van het water. De kleine verbindingen zoals bijvoorbeeld carbonzuren of

aminozuren lijken wel belangrijk te zijn voor de groeipotentie van het water. Overigens is het belangrijk om hier wel op te merken dat IJsselmeerwater is onderzocht dat wordt gebruikt als grondstof voor drinkwater bij productielocatie Andijk. Het IJsselmeerwater wordt middels een groot aantal zuiveringsprocessen behandeld tot drinkwater. In elk van deze zuiveringsstappen worden verschillende organische stoffen verwijderd en/of gevormd, waardoor niet kan worden geconcludeerd welke van de verschillende fracties belangrijk zijn voor de groeipotentie van het geproduceerde drinkwater. Om daarover meer duidelijkheid te krijgen, dient het reinwater op dezelfde manier gefractioneerd te worden en onderzocht op de parameters die ook in deze studie zijn bepaald.

De BPP- en AOC-analyses laten ook zien dat gemakkelijk afbreekbare stoffen aanwezig zijn in de MM fractie. De MM fractie bevat stoffen met een molecuulgewicht groter dan 0,35 kDa die verkregen. Zowel de carbonzuren als de aminozuren hebben een molecuulgewicht dat lager is dan deze 0,35 kDa, waardoor je zou verwachten dat de AOC-fractie bepaald door stam P17 (waarmee voornamelijk aminozuren worden bepaald) en stam Nox (waarmee voornamelijk carbonzuren worden bepaald) onder de detectiegrens zouden liggen. Het uitgevoerde onderzoek geeft geen uitsluitel waarom zowel AOC-P17 als AOC-Nox concentraties worden gevonden. Verschillende oorzaken kunnen verantwoordelijk zijn voor het aantreffen van AOC-P17/Nox. Zo is de MM fractie verkregen na concentrering over nanofiltratie. Daarbij zijn de laagmoleculaire stoffen < 0,35 kDa door het nanofiltratiemembraan gegaan en opgevangen in het permeaat, terwijl stoffen > 0,35 kDa zijn geconcentreerd in het influent van deze filtratiestap (concentraat). Doordat dit concentraat uit influent bestaat (met daarin de stoffen > 0,35 kDa geconcentreerd), bevat deze fractie ook nog steeds laagmoleculaire stoffen die in het influent aanwezig zijn. Het concentraat is echter nog met diafiltratie behandeld (uitwassen met schoon water), waardoor het concentraat (en de laagmoleculaire stoffen) worden verdund, maar waarschijnlijk niet tot concentraties van laagmoleculaire stoffen die onder de detectiegrens van de AOC-P17/Nox liggen. Daarnaast kan het zijn dat stam P17 en stam Nox in staat zijn om verbindingen af te breken met een molecuulgewicht groter dan 0,35 kDa of dat niet-covalente bindingen tussen organische stoffen (bijvoorbeeld middels lading, hydrofobische interacties, waterstofbruggen of vanderwaalskrachten) er voor zorgen dat carbonzuren en/of aminozuren toch in de HS en BB fractie terecht komen. Aanvullend onderzoek is nodig om te achterhalen welke van deze mechanismen hiervoor verantwoordelijk zijn.





Figuur 5-3 Resultaten ATP, BPP en AOC analyses om invloed verschillende fracties op microbiologische stabiliteit te bepalen

6 Conclusies en aanbevelingen

6.1 Conclusies

De eerste testen met als doel het ontwikkelen van een nieuwe fractioneringstool met behulp van membraanfractionering voor de isolatie van deeltjes en verschillende organische stoffen fracties laten zien dat membraanfractionering van oppervlaktewater mogelijk en resulteert in verschillende fracties met een verschillende samenstelling. De hoogmoleculaire fractie is verrijkt met biopolymeren, de mediummoleculaire fractie met humuszuren en hydrolysaten en de laagmoleculaire fractie met kleine organische zuren en kleine neutrale componenten.

Fractionering om basis van LC-OCD

Op basis van de resultaten van de twee uitgevoerde fractioneringstesten met Lekkanaal en IJsselmeerwater kan worden gesteld dat de in dit onderzoek geteste membranen succesvol/ geschikt zijn om fracties te scheiden op basis van deeltjes- en molecuulgrootte die overeen met de fracties die worden waargenomen met LC-OCD. Aan het einde van beide testen zijn de geproduceerde HM, MM en LM concentraties in de desbetreffende fracties relatief gezien hoger dan in de voeding.

De S-30 FSFC PSU module van Pentair is geschikt om de deeltjes $> 0,2 \mu\text{m}$ te scheiden van de overige fracties tijdens stap 1.

Het tijdens stap 2 geteste NFW membraan van Synder (300 – 500 g/mol) houdt in principe alle fracties, behalve (een deel van) de LM stoffen, tegen. Hierdoor ontstaat een LM fractie die voor ongeveer 50 % uit LM stoffen bestaat. Dat de fractie ook nog uit 50 % MM stoffen bestaat komt deels door de LC-OCD bepaling met piekintegratie. LC-OCD werkt niet alleen op groottescheiding, maar ook op interacties met de kolom. Hierdoor belanden kleine stoffen in de piek met 'grotere' MM. Om tot hogere percentages LM stoffen te komen in de fractie zouden eventueel andere NF membranen kunnen worden getest.

Het gekozen UF membraan XT-2B-2540M PES 1kD UF Sanitary van Synder (stap 3) is uitermate geschikt om de HM fractie te scheiden van de overige fracties. De UF (1000 g/mol) houdt HM ($> 10000 \text{ g/mol}$) tegen, maar laat de MM (1000 – 350 g/mol) en LM ($< 350 \text{ g/mol}$) stoffen door. De MM fractie bestaat voor ongeveer 90% uit MM en voor 10% uit LM stoffen. Om tot hogere percentage HM stoffen in de HM fractie te komen kan de diafiltratie stap verder wordt geoptimaliseerd zodat de overige fracties (MM en LM) verder worden verwijderd uit de HM fractie. Ook kan een alternatief UF membraan worden getest, waarvan de MWCO een scherpe S-curve vertoont in de molmassa versus retentie grafiek.

Verder onderzoek kan worden uitgevoerd waarbij wordt gekeken om ervoor te zorgen dat de er meer zuivere HM, MM en LM fracties kunnen worden verkregen ten opzichte van de voeding. Het is echter de vraag of het mogelijk is om een 100 % pure fracties te verkrijgen. Met de huidige fracties was het al mogelijk om een duidelijk verschil van invloed van de verschillende fracties op de biologische stabiliteit waar te nemen.

Chemische analyses

Deeltjes $> 0,2 \mu\text{m}$ fractie

- Bevat 20% van het TOC.
- Bevat nauwelijks o-fosfaat.
- De meeste PHMOC, PHMCHC, PHMPC, IJzer, mangaan en aluminium blijft achter in de deeltjesfractie.
- Natrium, kalium, Magnesium, calcium, boor, strontium en barium worden nauwelijks tegengehouden door het MF membraan en bevinden zich daarom in zeer lage concentraties in de deeltjesfractie.

Naast het aandeel DOC dat werd tegengehouden door het MF membraan bleef er DOC (7%) achter op de membranen tijdens de verschillende fractioneringsstappen. Daarnaast bleef veel van de o-fosfaat achter op de membranen (40 %) en bleef ook meer dan 50% van de PHMOC, PHMCHC en PHMPC achter op het membraan.

De concentratie van de geanalyseerde chemische parameters in de verschillende (op basis van LC-OCD) fracties was

TOC:	LM fractie = HM fractie << MM fractie
o-fosfaat:	HM fractie < MM fractie = LM fractie
PHMOC, PHMCHC en PHMPC:	LM fractie < MM fractie << HM
Natrium en kalium:	HM fractie << HS+BP fractie < LM fractie
Magnesium, calcium, boor, strontium en barium:	HM fractie << HS+BP fractie = LM fractie

Microbiologische analyses (bepaling groeipotentie)

De ATP-concentratie bevindt zich voornamelijk in de deeltjesfractie > 0,2 µm en is waarschijnlijk intracellulair ATP van micro-organismen die niet door het 0,2 µm filter gaan. Het overige deel van het ATP wordt niet allemaal teruggevonden in de verwachte LC-OCD fractie op basis van molecuulgrootte. Het is dus aannemelijk dat niet alle organische stoffen op basis van molecuulgewicht betrouwbaar kunnen worden toegekend aan de verschillende LC-OCD-fracties.

De LM-fractie en de deeltjes > 0,2 µm fractie zijn de belangrijkste fracties die de groeipotentie van het water bepalen. De MM- en de HM-fracties spelen een minder belangrijke rol in de groeipotentie van het water. Het deeltjesgebonden organisch koolstof en laagmoleculair organisch koolstof zijn dus de belangrijkste organische stoffen die groei van micro-organismen veroorzaken. Het aandeel van niet deeltjesgebonden biopolymeren, humuszuren en hydrolysaten in groei van micro-organismen op het IJsselmeerwater is klein.

6.2 Aanbevelingen

Indien de fractionering, in batch mode, met de in dit rapport beschreven installatie wordt uitgevoerd dient de voeding tijdens stap 1 (MF) te worden geroerd om een homogene oplossing te verkrijgen. Daarnaast dient de voeding tijdens stap 2 (NF) en 3 (UF) te worden gekoeld om ervoor te zorgen dat de fractionering bij constante temperatuur (20 ± 2 °C) kan worden uitgevoerd. Tijdens het fractionering met behulp van het MF membraan (stap 1) dient er rekening mee te worden gehouden, dat er, bij grotere volumes (> 500 Liter) op oppervlaktewater, tussendoor ook een BW wordt uitgevoerd om het MF membraan in bedrijf te houden. Indien de in dit rapport beschreven reinigingsprocedure (bijlage IV) wordt gevolgd kunnen de membraan voor meerdere membraanfractioneringstesten worden ingezet. Voor de fractioneringstool is het meten van de EGV (en pH) van groot belang als check voor de juiste werking van het proces en om eventuele storingen/onvolkomenheden snel op te sporen. Het is niet de juiste tool om te checken of de gewenste concentratiefactor (CF) van de voeding wordt behaald tijdens de verschillende fractioneringsstappen. De CF op basis van de in dit rapport uitgevoerde EGV metingen is een factor 2 – 5 lager voor de diverse stappen dan op basis van volume is behaald. De concentratiefactor dient te worden bepalen op basis van volume niet op basis van EGV metingen.

Het is aan te bevelen om verder onderzoek uit te voeren waarbij de hier geteste fractioneringstool verder wordt geoptimaliseerd voor oppervlaktewater. Hiervoor kunnen batch testen worden uitgevoerd waarbij alternatieve NF membranen worden getest om ervoor te zorgen dat de LM fractie een nog hogere percentages LM stoffen bevat dan de in dit onderzoek bereikte 50%. Hierbij kan gedacht worden aan het testen van alternatieve membranen op kleine (lab) schaal en vervolgens met behulp van modelberekeningen tot een betere concentratiefactor (CF) en diafiltratiefactor (DF) te komen met als gevolg een betere scheiding van de verschillende fracties. Deze alternatieve membranen kunnen vervolgens op grotere schaal verder worden getest. De omgekeerde weg kan ook worden

bewandeld door met behulp van het model eerst te kijken welke retenties gewenst zijn om tot een optimale fractionering te komen. De vraag is hoe generiek de geselecteerde membranen zijn voor andere locaties.

Daarnaast is verder onderzoek aan te bevelen waarbij de diafiltratiestap tijdens stap 3 (UF) verder wordt geoptimaliseerd. Hierbij kan de diafiltratiestap meerdere malen met hetzelfde volume (demiwater) of kleinere volumes (demiwater) worden herhaald. Op deze manier kunnen de overige fracties (MM en LM) verder worden verwijderd uit de HM fractie.

Aangezien de fractioneringstool is getest op oppervlaktewater is de volgende logische stap om dezelfde testen te herhalen maar dan met grondwater om te kijken of deze membranen ook kunnen worden ingezet voor de fractionering van grondwater. Ook zouden andere watertypen (o.a. zuiveringsstappen tussen bron en water af pompstation) en reinwater kunnen worden getest om te kijken of de fractioneringstool kan worden ingezet. Daarmee wordt informatie verkregen welke fracties belangrijk zijn voor nagroei van micro-organismen in het distributiesysteem en welke fracties in de verschillende zuiveringsprocessen worden verwijderd en/of gevormd.

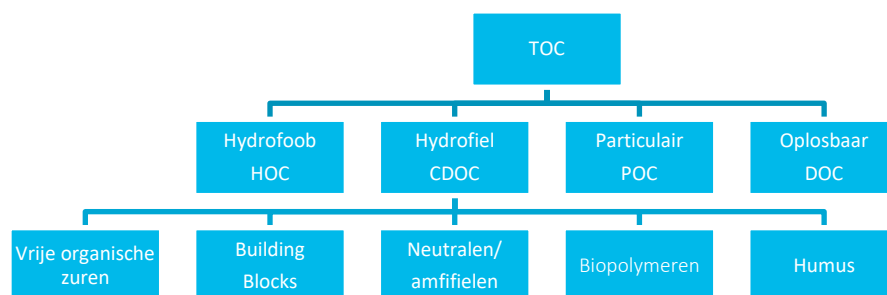
Het is niet mogelijk om, met de huidige installatie, lange duur groeiproeven uit te voeren om de invloed van de verschillende fracties op de microbiologische stabiliteit te bepalen. Voor vervolgonderzoek is het daarom aan te bevelen om een membraanfractioneringsinstallatie te bouwen/ontwikkelen, waarbij rekening wordt gehouden met eventuele Cleaning in Place (CIP) omdat de membranen tussendoor kunnen vervuilen, waarbij gedurende een langere periode (enkele maanden tot een jaar) continue fractionering plaatsvindt zodat op verschillende momenten in tijd de in dit onderzoek gebruikte analysemethoden kunnen worden uitgevoerd op de verschillende fracties. Daarnaast is het dan mogelijk om zelfs continue biofilmmonitorsystemen zoals de BFM (biofilmmonitor) en de CBM (continue biofilmmonitor) in te zetten voor lange duur groeiproeven.

Om een beter beeld te krijgen in welke LC-OCD fractie de verschillende biodegradeerbaar organisch koolstofverbindingen vallen, is het ook aan te bevelen om een literatuurstudie uit te voeren en indien nodig individuele organische stoffen met LC-OCD te analyseren.

Literatuur

1. Park, S., et al., *Evaluating membrane fouling potentials of dissolved organic matter in brackish water*. Water Research, 2019. **149**: p. 65-73.
2. Yin, W., et al., *Impact of isolated dissolved organic fractions from seawater on biofouling in reverse osmosis (RO) desalination process*. Water Research, 2020. **168**: p. 115198.
3. Huber, S.A., et al., *Characterisation of aquatic humic and non-humic matter with size-exclusion chromatography – organic carbon detection – organic nitrogen detection (LC-OCD-OND)*. Water Research, 2011. **45**(2): p. 879-885.
4. Hofs, Ogier, Vries, Beerendonk, Cornelissen; *Comparison of ceramic and polymeric membrane permeability and fouling using surface water*. Separation and Purification Technology 79, 2011, 3, p.365-374
5. https://www.ps-prozesstechnik.com/images/membrane/calculations_membrane_processes.pdf
6. <https://www.kwrwater.nl/wp-content/uploads/2016/05/Laboratoriumanalyses-LMB-2021.pdf>

I LC-OCD fracties



Figuur I-1 Karakterisering volgens DOC-Labor [3]

Tabel I-1 Fracties bepaald door LC-OCD [3]

Afkorting	Naam	Verklaring
TOC	totale organische koolstof	De totale hoeveelheid organische koolstof gemeten op het oorspronkelijke staal, nog voor het staal de chromatograafkolom is binnengedrongen.
DOC	oplosbare organische koolstof	De oplosbare fractie die doorheen een 0,45 µm-filter gaat.
POC	particulair organische koolstof	De fractie die wordt tegengehouden door de 0,45 µm-filter net voor het binnentreden van de kolom. Deze fractie wordt bepaald als het verschil tussen TOC en DOC
CDOC	chromatografeerbare oplosbare organische koolstof	De fractie die door de chromatograafkolom gaat. Deze stoffen zijn meestal van hydrofiele oorsprong.
HOC	hydrofobe organische koolstof	De fractie die in de kolom blijft. Deze sterk hydrofobe fractie wordt bepaald als het verschil tussen DOC en CDOC. Hiertoe behoren voornamelijk lipiden.
BP	biopolymeren	Tot deze fractie behoren aminosuikers, polypeptiden en proteïnen met hoge MM
HS	humuszuren	Humusmaterialen, voornamelijk polycarboxylzuren en gesubstitueerde fenolen
BB	building blocks	Oxidatieproducten van humus, voornamelijk polycarboxylzuren
LMWN	Kleine neutrale en amfifielen componenten	Kleine organische stoffen met zoals alcoholen, aldehyden, ketonen en aminozuren
LMWA	vrije organische zuren	Laagmoleculaire zuren

II Indikkingsfactoren tijdens verschillende membraanfractioneringstesten

Tabel II-2 Berekeningen concentratie en diafiltratiefactoren tijdens membraanfractioneringstesten uitgevoerd door Yin[2] en tijdens membraanfractioneringstesten KWR

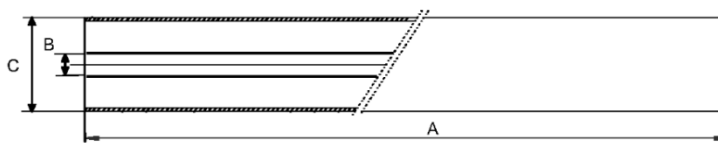
Stap	Omschrijving	Yin		Eerste fractioneringstest	
1	0,2 µm				
	Hoeveelheid	1200	L	500	L
2	NF				
Concentreren	Hoeveelheid	1200	L	500	L
	Indikken tot	60	L	50	L
	Concentratiefactor	20		10,0	
diafiltratie	Toevoegen Demiwater/RO permeaat	300	L	515	L
	Eindvolume voeding	60	L	115	L
	Diafiltratiefactor	6		4,9	
3	UF				
Concentreren	Hoeveelheid	60	L	115	L
	Indikken tot	30	L	65	L
	Concentratiefactor	2,0		1,8	
diafiltratie	Toevoegen Demiwater/RO permeaat	300	L	503	L
	Eindvolume voeding	30	L	53	L
	Diafiltratiefactor	11		11	

III Membraanspecificaties

S-30 FSFC PSU Pentair



4" CAPFIL MEMBRANE ELEMENT PSU S-30 FSFC



ELEMENT SPECIFICATIONS

module type	hydraulic membrane diameter [mm]	membrane area [m ²]	length A [mm]	permeate collector inner diameter B [mm]	module diameter C [mm]
S-30 FSFC PSU	0.8	6.2	1015	16.3	100
S-30 FSFC PSU	1.5	3.6	1015	16.3	100

MATERIALS OF CONSTRUCTION

- housing : polysulfone
- flow distributor: : polyethersulfone
- potting : epoxy
- membrane : see membrane data sheets

CONNECTION SPECIFICATIONS

- Feed side
determined by standard 4" membrane element housings (see specifications of housing supplier)
- Permeate side
interconnector for element-in-series arrangement
endconnector for element-in-series arrangement (see specifications of housing supplier)

OPERATING SPECIFICATIONS

maximum system pressure (*) [kPa]	maximum transmembrane pressure (*) [kPa]	maximum backflush pressure (*) [kPa]	maximum operating temperature (*) [°C]
at 20 °C : 800	at 0 – 30 °C : 300	at 0 – 30 °C : 200	60
at 40 °C : 600	at 30 – 60 °C : 200	at 30 – 60 °C : 150	
at 60 °C : 400			

(*) final maximum operating limits are determined by the lowest values of the membrane and element pressure and temperature specifications (see also membrane data sheet) !

- Backwash water should be free of particulates and should be of permeate quality or better.
- Backwash pumps should be made of non-corroding materials: plastic or stainless steel. If compressed air is used to pressurize the backwash water, do not allow a two-phase air/water mixture to enter the element.
- To avoid mechanical damage, do not subject the membrane module or element to sudden temperature changes, particularly decreasings. Do not exceed 60 °C process temperature. Bring the module or element back to ambient operating temperature slowly (typical value 1 °C/min). Failure to adhere to th is guideline can result in irreparable damage.

PROCESS CHARACTERISTICS (water, 20 °C)

element type	membrane diameter [mm]	flow rate (*) [m ³ /h]	pressure-drop across element at 1 m/s [kPa]	pressure-drop across element at 2 m/s [kPa]
S-30 FSFC PSU	0.8	4.7 x v	48	100
S-30 FSFC PSU	1.5	5.0 x v	14	56

(*) superficial velocity (v) in m/s

For more information please write or call to:

X-Flow B.V.
P.O.Box 739
7500 AS Enschede
The Netherlands

Phone: + 31 (0)53 4287350
Fax: + 31 (0)53 4287351
E-mail: info@xflow.nl
Web site: www.x-flow.com



Note: The information and data contained in this document are based on our general experience and are believed to be correct. They are given in good faith and are intended to provide a guideline for the selection and use of our products. Since the conditions under which our products may be used are beyond our control, this information does not imply any guarantee of final product performance and we cannot accept any liability with respect to the use of our products. The quality of our products is guaranteed under our conditions of sale. Existing industrial property rights must be observed.

CAPF-XIGA-S30-PSU-0625

NFW-2B-2540M TFC 300-500Da NF Sanitary (Synder)

Membranes that perform. People who deliver.™

Sanitary Nanofiltration Spiral-Wound Element: NFW (300-500Da)

Synder Filtration's Nanofiltration membranes are engineered and designed to provide superior separation performance for various application needs. Known for its stable flux and wide range of rejection to monovalent and divalent ions, Synder's NF membranes have been developed specifically for specialty process applications.

**MEMBRANE SPECS**

Model	Polymer	Approx. Molecular Weight Cutoff	Typical Operating Flux	Min Lactose Rejection ¹	Min MgSO ₄ Rejection ²	Average NaCl Rejection ³
NFW	Proprietary PA TFC	300-500Da	45-50 GFD	98.5%	97.0%	20.0%

¹Test Conditions: 2% Lactose solution at 110psi (760kPa) operating pressure, 77°F (25°C)

²Test Conditions: 2,000ppm MgSO₄ solution at 110psi (760kPa) operating pressure, 77°F (25°C)

³Test Conditions: 2,000ppm NaCl solution at 110psi (760kPa) operating pressure, 77°F (25°C)

COMMON APPLICATIONS

- Demineralization & concentration of lactose
- Desalination of dyes and optical brighteners
- Seawater sulfate removal

RECOMMENDED OPERATING PARAMETERS

Operating Parameters	
Maximum Operating Pressure	600psi (4,137kPa) if T < 95°F (35°C) 435psi (3,000kPa) if T > 95°F (35°C)
Maximum Temperature	50°C (122°F)
pH Range @ Max Temperature	4-9
pH Range @ Ambient Temperature	4-10

Cleaning Parameters	
Maximum Temperature (Short term <30min)	40°C (104°F)
pH Range @ Max Temperature	3-10
pH Range @ Ambient Temperature	3-10.5

Pressure Drop	PSI
Maximum per Element	15psi (103kPa)
Maximum per Housing	60psi (414kPa)

Chlorine Tolerance	
500ppm hours, dechlorination recommended	

NF SERIES BENEFITS

- Competitive flux as the current industry standard NF membranes
- Excellent MgSO₄ and lactose rejection
- Operate at lower pressures than Reverse Osmosis membranes and still achieve excellent rejection of divalent and multivalent ions
- NF membranes greatly reduce levels of hardness, nitrates, sulfates, tannins, turbidity, color, TDS, and moderate levels of salt from feed water streams

CONTACT US**LENNTECH**

info@lenntech.com

www.lenntech.com

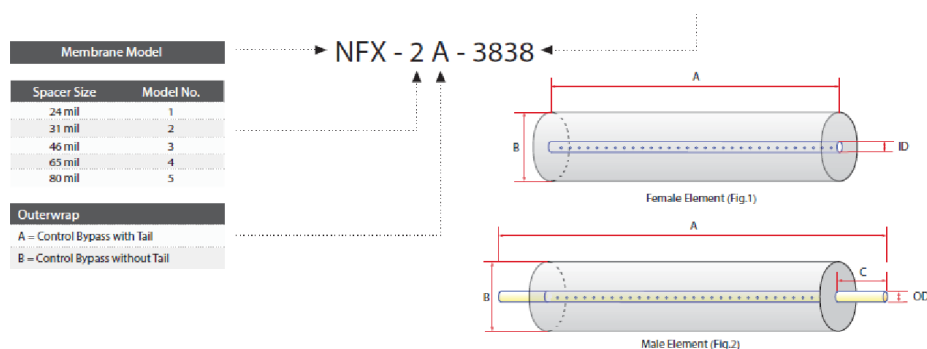
Tel. +31-152-610-900

Fax +31-152-616-289



ELEMENT DIMENSIONS & WEIGHT

Element	Model Number	Diameter (B) in (cm)	Length (A) in (cm)	PWT ID/OD in (cm)	Tube Extension (C) in (cm)	Dry Weight lb (kg)
1.8"	1812F	1.8 (4.6)	12.0 (30.5)	0.63 (1.6)	-	1.0 (0.5)
2.5"	2540F	2.4 (6.1)	40.0 (101.6)	0.63 (1.6)	-	4.0 (1.8)
	2540M	2.4 (6.1)	40.0 (101.6)	-	1 (2.54) (Both Ends)	4.0 (1.8)
3.8"	3838	3.8 (9.7)	38.0 (96.5)	0.83 (2.1)	-	9.0 (4.1)
	3838.75	3.8 (9.7)	38.8 (98.4)	0.81 (2.1)	-	9.0 (4.1)
8"	8038	7.9 (20.1)	38.0 (96.5)	1.13 (2.9)	-	29.0 (13.2)
	8040	7.9 (20.1)	40.0 (101.6)	1.13 (2.9)	-	29.0 (13.2)

**RECOMMENDED ELEMENT CROSS FLOW RATE**

Element		Feed Spacer (in mils)				
		24	31	46	65	80
1.8"	m ³ /hr	0.7	0.7	0.7	0.9	0.9
	gpm	3	3	3	4	4
2.5"	m ³ /hr	1.4	1.4	1.6	1.6	1.8
	gpm	6	6	7	7	8
3.8"	m ³ /hr	6	7	8	8	9
	gpm	26	29	33	36	38
8"	m ³ /hr	16	18	21	23	24
	gpm	68	76	89	98	103

The recommended cross flow rate will be subject to differential pressure limitations and specific applications.

NF MEMBRANE AREA (SQ. FT.)

Element		Feed Spacer (in mils)				
		24	31	46	65	80
1812F		4.5	4.0	2.9	N/A	N/A
2540F		38	30	22	N/A	N/A
2540M		36	28	20	N/A	N/A
3838		100	87	68	52	43
3838.75		104	89	69	53	44
8038		450	400	300	240	200
8040		450	400	300	240	200

TECHNICAL NOTES

For element sizes not listed, please call or email Synder Filtration for details. We can design an element to fit your exact needs – just specify the element outer diameter (OD) or vessel/housing inner diameter (ID), element inner diameter (ID), and length. Elements are also available with or without a controlled bypass tail. Additional feed spacers are also available.

Trials should be conducted to determine optimal application conditions.

LENNTECH

info@lennotech.com Tel. +31-152-610-900
www.lennotech.com Fax. +31-152-616-289



XT-2B-2540M PES 1kD UF Sanitary (Synder)

Membranes that perform. People who deliver.™

Sanitary Ultrafiltration Spiral-Wound Element: XT (PES 1kDa)

Synder Filtration's Ultrafiltration Elements offer an optimal combination of both flux and rejection in a comprehensive range of MWCO's. Contact us today to learn more about our complete line of membrane products and services.

STANDARD SERIES BENEFITS

- Conforms to 3-A, FDA, and USDA sanitary standards
- Widest range of UF MWCO's available
- Good resistance to pH and temperature
- High resistance to fouling
- Customizable dimensions for unique housings

RECOMMENDED OPERATING PARAMETERS

Operating Parameters	
Maximum Temperature	55°C (131°F)
pH Range @ Max Temperature	3-9
pH Range @ Ambient Temperature	2-10

Pressure	PSI	Bar
Max Inlet Pressure	120	8.3
Min Outlet Pressure	10	0.7
Max Differential Pressure per Element	18	1.2
Max Permeate Backpressure	5	0.3

Note: Soft start on boost pumps required to minimize pressure/flow shocks to elements.

Cleaning Parameters	
Maximum Temperature (Short term <30min)	50°C (122°F)
pH Range @ Max Temperature	2-11
pH Range @ Ambient Temperature	1.8-11

Chlorine	Norm ppm	Max ppm
Free Chlorine During Operation	0	<0.1
Chlorine During CIP at pH10.8-11.0 and 50°C	150	180

Note: Maximum chlorine exposure for all elements is 30 minutes per day at pH and temperature conditions listed above.

Dairy Product Total Solids Limits	Feed Spacer (in mils)			
	31	46	65	80
Sweet Whey Max. T.S.	15	25	28	30
Acid Whey Max. T.S.	15	24	26	28
Skim Milk Max. T.S.	14	24	26	28
Whole Milk Max. T.S.	15	30	33	35

Note: Trials should be made to determine temperature and viscosity effects.

**COMMON APPLICATIONS**

- Color removal
- Antibiotic concentration
- Protein & polypeptide concentration

CONTACT US**LENNTECH**

info@lenntech.com

www.lenntech.com

Tel. +31-152-610-900

Fax +31-152-616-289



ELEMENT DIMENSIONS

Element	Model No.	Diameter (B) in	Length (A) in	P.W.T. ID
1.8"	1812F	1.8	12	0.63
	2519	2.5	19.25	0.63
2.5"	2540F	2.5	40	0.63
	2540M*	2.5	38	0.75
3.8"	3838	3.8	38	0.83
	3838.75	3.8	38.75	0.83
	3850	3.8	50	0.83
	3938.75	4.0	38.75	0.63
4.3"	4333	4.3	33	0.83
	4335	4.3	35	0.83
	4335.5	4.3	35.5	0.83
	4336	4.3	36	0.83
5.8"	4338	4.3	38	0.83
	5838	5.8	38	1.14
6.3"	6338	6.3	38	1.14
	6324	6.3	24	1.14
6.4"	6438	6.4	38	1.14
	6424	6.4	24	1.14
7.8"	7838	7.8	38	1.14
	7824	7.8	24	1.14
8"	8038	8.0	38	1.14
	8040	8.0	40	1.14
	8238	8.2	38	1.14
	8240	8.2	40	1.14
	8338	8.3	38	1.14
9.8"	8340	8.3	40	1.14
	9838	9.8	38	1.14
10"	10338	10.3	38	1.14

*1" permeate tube extensions (0.75" OD)

MEMBRANE AREA (SQ. FT.)

Element	Model No.	Feed Spacer (in mils)				
		24	31	46	65	80
1.8"	1812F	N/A	3.6	N/A	N/A	N/A
	2519	15	13	10	N/A	N/A
2.5"	2540F	34	29	22	N/A	N/A
	2540M	35	30	23	N/A	N/A
3.8"	3838	85	72	58	46	38
	3838.75	86	74	59	47	39
	3850	100	84	70	52	46
	3938.75	102	89	69	53	47
4.3"	4333	99	86	66	53	44
	4335	105	91	71	56	47
	4335.5	107	93	72	57	48
	4336	108	94	73	58	49
5.8"	4338	115	100	77	62	52
	5838	210	184	147	114	96
6.3"	6324	150	134	107	83	70
	6338	246	220	176	136	115
6.4"	6424	157	140	112	83	74
	6438	258	230	184	136	122
7.8"	7824	242	210	166	132	110
	7838	396	344	273	216	180
8"	8038	414	368	287	225	189
	8040	414	368	287	225	189
	8238	441	384	302	238	201
	8240	441	384	302	238	201
	8338	450	400	311	245	207
9.8"	8340	450	400	311	245	207
	9838	N/A	564	440	351	296
10"	10338	N/A	620	492	386	326

TECHNICAL NOTES

For element sizes not listed, please call or email Synder Filtration for details. We can design an element to fit your exact needs – just specify the element outer diameter (OD) or vessel/housing inner diameter (ID), element inner diameter (ID), and length. Elements are also available with or without a controlled bypass tail. Additional feed spacers are also available. Trials should be conducted to determine optimal application conditions.

ELEMENT DESCRIPTIONS

Model No.	OD (in.)	L (in.)	ID* (in.)	Weight (lb)	Weight (kg)
1812F	1.8	12	0.63	1.0	0.5
2519	2.5	19.25	0.63	2	0.9
2540F	2.5	40	0.63	4	1.8
2540M*	2.5	38	0.75	4	1.8
3838	3.8	38	0.83	10	4.5
3838.75	3.8	38.75	0.83	10	4.5
3850	3.8	50	0.83	13	5.9
3938.75	4.0	38.75	0.63	10	4.5
4333	4.3	33	0.83	11	5.0
4335	4.3	35	0.83	11	5.2
4335.5	4.3	35.5	0.83	11	5.2
4336	4.3	36	0.83	11	5.2
4338	4.3	38	0.83	12	5.4
5838	5.8	38	1.14	15	7
6338	6.3	38	1.14	16	7
6324	6.3	24	1.14	17	7.7
6438	6.4	38	1.14	29	13.2
6424	6.4	24	1.14	18	8.2
7838	7.8	38	1.14	40	18.2
7824	7.8	24	1.14	26	11.8
8038	8.0	38	1.14	38	17.2
8040	8.0	40	1.14	39	17.7
8238	8.2	38	1.14	38	17.2
8240	8.2	40	1.14	40	18
8338	8.3	38	1.14	40	18
8340	8.3	40	1.14	40	18
9838	9.8	38	1.14	42	19.1
10338	10.3	38	1.14	50	22.7

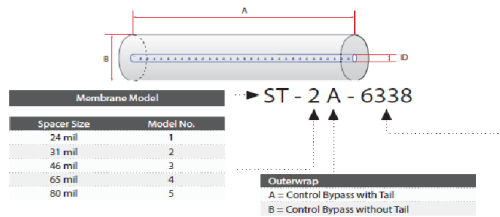
*1" permeate tube extensions (0.75" OD)

NOTE: Different diameters are available. Please specify your requirements when ordering. Specifications are subject to change without notice.

RECOMMENDED ELEMENT CROSS FLOW RATE

Element		Feed Spacer (in mils)				
		24	31	46	65	80
1.8"	m ³ /hr	1	1	1	2	2
	gpm	4	5	6	7	7
2.5"	m ³ /hr	2	2	3	3	3
	gpm	9	10	11	12	13
3.8"	m ³ /hr	5	6	7	8	8
	gpm	22	25	29	33	35
4.3"	m ³ /hr	6	7	9	10	10
	gpm	29	32	38	44	46
5.8"	m ³ /hr	12	13	16	18	19
	gpm	51	59	69	78	83
6.3"	m ³ /hr	15	17	20	22	24
	gpm	65	74	88	99	105
8"	m ³ /hr	21	24	29	33	35
	gpm	94	107	128	143	154
10"	m ³ /hr	42	48	57	64	68
	gpm	184	213	250	283	299

The recommended cross flow rate will be subject to differential pressure limitations and specific applications. Please consult Synder Filtration if additional information is needed.



LENNTECH

info@lennotech.com Tel. +31-152-610-900
www.lennotech.com Fax. +31-152-616-289



IV Test reinigingsprocedure fractioneringsinstallatie voor inzet membraanfractioneringstesten

Voor het reinigen van de installatie wordt een zuur reinigingsmiddel (Ecolab P3 Ultrasil 73) en een alkalisch reinigingsmiddel (Ecolab P3 Ultrasil 110) gebruikt om de hele installatie te reinigen voordat de membranen in de installatie werden geplaatst.

De installatie (zonder membranen) is in eerste instantie gespoeld met 0,1% P3 Ultrasil 73 in RO permeaat. Het RO permeaat werd geproduceerd met behulp van de testbank 2 horizontale membranen 4040 (UAN130016) waarin zich een zeer dichte zeewatermembraan (DOW Filmtec SW30 4040 RO) bevond. Om voldoende RO permeaat in voorraad te hebben wordt RO permeaat indien nodig opgeslagen in voorraadvaten (2x 1m³ PE) met een standtijd van maximaal 2 dagen.

Vat 1 (Figuur 3-3) werd volledig gevuld met 0,1% P3 Ultrasil 73. Vervolgens werd de installatie aangezet en de volledige installatie + vat 2 gevuld. Dit gebeurde net zolang totdat vat 1 en 2 en de installatie volledig waren gevuld met 0,1% P3 Ultrasil 73 (totaal ongeveer 1,2 m³). Ook de monsterkranen werden doorgespoeld met 0,1% P3 Ultrasil 73. Daarnaast werd ook vat 3 volledig gevuld met 0,1% P3 Ultrasil 73. vervolgens werd de BW pomp aangezet en het systeem inclusief vat 4 gevuld. Nadat alles gevuld was werd het gedeelte dat in recirculatie kon worden bedreven de rest van de dag gerecirculeerd. Daarna werd de installatie stopgezet en gedurende de nacht weggezet in de 0,1% P3 Ultrasil 73. Aangezien er maar 1 van de 2 2,5" drukbuizen kon worden gespoeld op deze manier werd de andere drukbuis gevuld met 0,1% P3 Ultrasil 73 en gedurende de nacht weggezet. Daarna werd de drukbuis goed naspoelen met vers RO permeaat.

Gedurende de nacht werd 2 m³ vers RO permeaat aangemaakt. De volgende dag werden de vaten ontkoppeld en gespoeld met drinkwater zodat er geen P3 Ultrasil 73 meer aanwezig was in de vaten. De vaten zijn vervolgens met het aangemaakte RO permeaat gespoeld. Daarna zijn de vaten (Vat 1 – 3) weer aan de installatie gekoppeld en werd de gehele installatie met het aangemaakte RO permeaat gespoeld. Daarna werd de installatie nog enkele uren gespoeld met vers RO permeaat direct afkomstig uit de testbank. De gehele procedure werd herhaald met 0,2% P3 Ultrasil 110.

Vervolgens werden de membranen in de installatie geplaatst en gedurende 1 dag gespoeld (one pass) met RO permeaat waarbij in eerste instantie 2 m³ RO permeaat uit de voorraadvaten over het membraan werd geleid bij de debieten die ook tijdens bedrijfsvoering werden gehanteerd (1 – 2 m³/uur). Vervolgens werden de membranen verder gespoeld met vers RO permeaat afkomstig van de testbank bij 200 L/uur (maximale RO productie per uur). Ieder membraan werd, gedurende 1 dag, afzonderlijk gespoeld.

Nadat de gehele installatie was gespoeld werden er TOC monsters genomen van RO permeaat direct na testbank, het demiwater (KWR systeem) afkomstig uit de tank in de proefhal, RO permeaat afkomstig uit vat 1+2 en na alle membranen om te checken of de installatie schoon is en hoeveel TOC er eventueel nog wordt afgegeven. Daarnaast zijn van dezelfde monsterpunten, RO permeaat afkomstig uit de voorraadvaten (2 m³), vat 3 en 4, het BW water en het verzameld concentraat geanalyseerd op ATP en het koloniegetal bij 22 °C (K22). Ook is van alle monsters uit de beschikbare tappunten de UV-absorptie gemeten bij 254 nm (UVA_{254nm}). Alle analyses zijn uitgevoerd door de KWR labs volgens standaard procedures. De resultaten van de analyses zijn weergegeven in Tabel IV-1.

Tabel IV-1 Resultaten analyses na eerste reinigingscyclus

Monsterpunt	UVA _{254nm}	ATP	K22	TOC (gerapporteerd)	TOC (gemeten)
	abs/cm	pq/ml	cfu/ml	mg C/L	mg C/L
Demiwater	-0,0011	< 1	< 1	< 0,2	0,032
RO permeaat direct na RO	-0,0013	< 1	29	<0,2	0,014
RO permeaat via 2 m ³ vat	-0,0019	< 1	140		
Vat 1+2	-0,0016	< 1	340	< 0,2	0,19
Vat 1 (voedings/concentraatvat)	-0,0015				
Vat 2 (voedings/concentraatvat)	-0,0009				
Vat 3 (RO permeaat voor BW)	-0,0014	4,7	250		
Vat 4 (opvangvat deeltjes > 0,2 µm)	-0,0015	< 1	200		
Permeaat 0,2 µm filter	-0,0017	< 1	17	< 0,2	0,092
Permeaat NF	-0,0006	4,0	>300	0,28	
Permeaat UF	-0,0008	< 1	16	0,29	
Concentraat verzamel	-0,0006	< 1	120		
Concentraat 0,2 µm	-0,0012	< 1			
Concentraat NF	-0,0018	< 1			
concentraat UF	-0,0008	< 1			
BW1+2		<1	260		
BW uit-1	-0,0002	< 1			
BW uit-2	-0,0011	< 1			

Na de eerste reinigingscyclus, op basis van de UVA_{254nm} resultaten (allemaal < 0), lijkt het erop dat de kwaliteit van het gebruikte RO permeaat vergelijkbaar is met het demiwater afkomstig van het KWR systeem en dat er geen afgifte van stoffen plaatsvindt vanuit de installatie en de membranen. Dit wordt bevestigd door de TOC analyses die, met uitzondering van het NF en UF permeaat, onder de onderste analyses grens liggen. Er wordt nog wel TOC teruggevonden in het NF en UF permeaat, respectievelijk 0,28 en 0,29 mg C/L. Waar mogelijk zijn ook de gemeten waarden voor TOC onder de onderste analysegrens weergegeven (Tabel IV-1). Hieruit blijkt dat er mogelijk nog sporen van TOC in de monsters bevinden, met name in het voedingsvat bevinden zich nog TOC namelijk 0,19 mg C/L. ATP wordt alleen teruggevonden in vat 3 (RO permeaat voor BW) en in het NF permeaat. Echter deze zijn zeer laag en zal weinig invloed hebben op de waarden van de membraanfracties. Terwijl alle monsters met uitzondering van het demiwater van KWR, wel een positieve uitslag geven voor K22. Waar normaliter ATP getallen eerder een positieve uitslag geven dan K22. Een duidelijke verklaring hiervoor is er niet.

Op basis van de resultaten, met uitzondering van K22 die wel een respons geeft, zijn alle gemeten parameters onder de onderste rapportagegrens gerapporteerd. Daarom is besloten om voor de rest van het onderzoek RO permeaat te gebruiken in plaats van het demiwater van KWR. Verder is op basis van de resultaten besloten om de vaten te spoelen met RO permeaat en zowel het NF als UF membraan gedurende 1 dag met 2 m³ RO permeaat te spoelen. Vervolgens zijn het NF en UF permeaat nog een keer geanalyseerd voor TOC, ATP en K22. De resultaten zijn weergegeven in Tabel IV-2.

Tabel IV-2 Resultaten analyses na tweede reinigingscyclus

Monsterpunt	ATP	K22	TOC (gerapporteerd)	TOC (gemeten)
	pq/ml	cfu/ml	mg/L	mg/L
Permeaat NF	< 1	61	< 0,2	0,093
Permeaat UF	< 1	67	<0,2	0,079

Op basis van de resultaten na de tweede reinigingscyclus waarbij de concentraties voor TOC en ATP onder de onderste analysegrens lagen en de K22 beduidend lagere zijn dan na de eerste reinigingscyclus. Is de installatie vrijgegeven voor gebruik voor membraanfractionering mede gezien het feit dat de installatie in eerste instantie wordt ingezet bij membraanfractionering waarbij alleen monsters worden genomen om LC-OCD fracties te bepalen en nog niet de biologische stabiliteit wordt bepaald.

Voor eventueel vervolgonderzoek met betrekking tot membraanfractionering zal, indien één van de membranen wordt vervangen, de reinigingscyclus hetzelfde zijn als hierboven beschreven, met uitzondering van vat 3 en het backwash gedeelte van de installatie omdat hier alleen RO permeaat doorheen is gegaan, waarbij de installatie wordt gereinigd via het drukvat waarin zich geen membraan bevindt. De drukvaten waarin zich membranen bevinden worden alleen gespoeld met RO permeaat. Indien vervolgonderzoek wordt uitgevoerd met dezelfde membranen zullen de tanks (met uitzondering van vat 3) worden gespoeld met RO permeaat en vervolgens gedurende 24 uur worden weggezet in 0,1% P3 Ultrasil 73. Daarna wordt de procedure herhaald met 0,2% P3 Ultrasil 110. Vervolgens wordt de gehele installatie en ieder membraan afzonderlijk gespoeld met 2 m³ RO permeaat. In alle gevallen wordt aan het einde van de reinigingscyclus monsters genomen voor TOC en UVA_{254nm} van RO permeaat afkomstig uit vat 1+2, permeaat na alle membranen en het verzameld concentraat om te checken of er geen afgifte van stoffen plaatsvindt die de resultaten van de fractionering kunnen beïnvloeden.

Tijdens de tweede fractioneringstest is de installatie vrijgegeven nadat de bovenstaande reinigingsprocedure is uitgevoerd op basis van de resultaten van de UV en TOC metingen na afloop van de reiniging. De resultaten van de UV en TOC analyses zijn weergegeven in Tabel IV-3.

Tabel IV-3 Resultaten analyses na reiniging voor tweede fractioneringstest

Monsterpunt	UVA _{254nm}	TOC (gerapporteerd)	TOC (gemeten)
	abs/cm	mg C/L	mg C/L
RO permeaat direct na RO	-0,0011		
RO permeaat via 2 m ³ vat	-0,0026		
Vat 1+2	-0,0005	< 0,2	0,058
Vat 1 (voedings/concentraatvat)	0,0006		
Vat 2 (voedings/concentraatvat)	0,0004		
Vat 3 (RO permeaat voor BW)	-0,0018		
Extra vat monstername IJsselmeer	-0,0016		
Permeaat 0,2 µm filter	0,0006	< 0,2	0,040
Permeaat NF	-0,0021	< 0,2	0,062
Permeaat UF	0,0024	<0,2	0,006
Conc verzamel	-0,0017	< 0,2	-0,008
conc NF	-0,0017		
conc UF	0,0028		

BW uit-1	-0,0021		
BW uit-2	-0,0023		

V Data eerste fractioneringstest

Tabel V-1 Data bedrijfsvoering eerste fractioneringstest

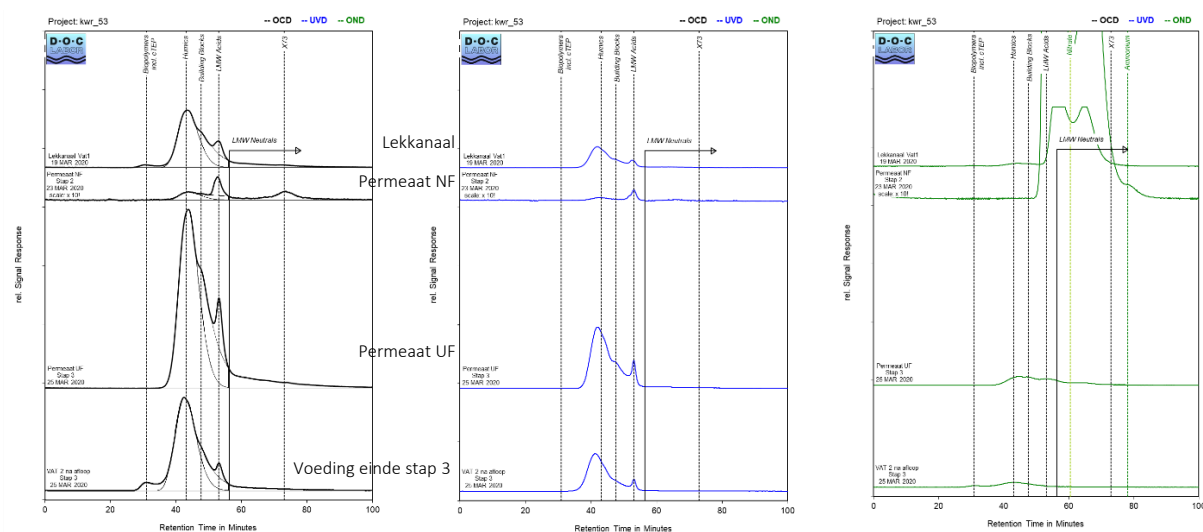
Stap	Looptijd		Temp	Voeding		Permeaat		volume	pH	EGV		
		uur:min	voeding	Druk	Debiet	Debiet	geprod.	Voeding	Permeaat	Voeding	Permeaat	Retentie
				bar	m3/uur	L/uur				μS/cm	μS/cm	
1	begin	00:00	15,5	2,5	0,97		0	7,58	7,62	410	408	0%
		00:28	15,8	2,9	0,88			7,6	7,62	410	410	0%
	eind	00:33					499					
	gem		15,7	2,7	0,93							
	rsd		0,2	0,3	0,06							
2 (concentreren)	begin	00:00		8,1	1,25	57	0					
		00:42	19,2	8,1	1,26	57,8	38	7,86	7,38	418	244	42%
		03:52	23,3	8,08	1,27	67	236	8,18	7,99	525	289	45%
		07:13	28,5	6,79	1,17	64,8	438	8,51	8,44	953	439	54%
	eind	07:25					450					
2 (diafiltratie)	gem		23,7	7,8	1,24	61,7						
	rsd		4,7	0,7	0,05	5,0						
	begin	00:00					0					
		00:10	17,2	8,41	1,27	56	7	7,35	7,1	120	39,3	67%
		03:50	21,3	7,6	1,23	60,5	225	7,36	7,02	177	52,2	71%
3 (concentreren)		07:15	25,3	6,7	1,16	61,6	431	7,65	7,35	317	75,5	76%
	eind	07:35					450					
	gem		21,3	7,6	1,22	59,4						
	rsd		4,1	0,9	0,06	3,0						
	begin	00:00					0					
3 (diafiltratie)		00:16	19,9				12	7,72	7,56	348	341	2%
		00:19		1	0,39	58,8	15					
		00:51	19,9	1	0,4	59,3	46	7,81	7,55	352	344	2%
	eind	00:54					50					
	gem		19,9	1,0	0,40	59,1						
3 (concentreren)	rsd		0,0	0,0	0,01	0,4						
	begin	00:00					0					
		00:13	16,3	1,1	0,42	58	13	7,44	7,15	53,8	41,2	23%
		01:17	17	1,4	0,49	77,2	80	7,23	6,93	55,7	41,9	25%
		03:32	17,1	1,4	0,5	78,4	250	6,54	6,56	61	47,5	22%
3 (diafiltratie)		06:25	18	1,4	0,5	80,8	484	6,64	6,61	79,3	64,4	19%
	eind	06:37					500					

	gem		17,1	1,3	0,48	73,6						
	rsd		0,7	0,2	0,04	10,5						

VI Resultaten TOC en LC-OCD analyses eerste fractioneringstest

Tabel VI-1 Resultaten TOC en LC-OCD analyses eerste membraanfractioneringstest

					19-3-2020	23-3-2020	25-3-2020	25-3-2020
					Lekkanaal	Permeaat NF	Permeaat UF	Voeding einde stap 3
TOC				µg C/L	3151	150	9109	4425
DOC				µg C/L	3102	144	9079	4357
	HOC			µg C/L	281	41	711	174
	CDOC			µg C/L	2821	103	8368	4183
		Biopolymers		µg C/L	74	<1	<1	236
			DON (Norg)	µg N/L	17	<1	<1	44
			N/C	µg/µg	0	-	-	0
			% Proteins	% Biopol	68	-	-	56
			cTep	µg/µg	12	<1	<1	15
		HS		µg C/L	1925	47	5948	3190
			DON (Norg)	µg N/L	96	<1	217	154
			N/C	µg/µg	0,05	0,01	0,04	0,05
			SUVA-HS	L/mg*m	3,99	3,28	3,63	4,27
			Mol Weight	g/mol	762	661	721	884
		Building Blocks		µg C/L	458	12	1437	464
		LMW Neutrals		µg C/L	346	44	968	293
		LMW Acids		µg C/L	17	<1	14	<1
NO ₃ -				µg N/L	>3151	>1933	219	16
NH ₄ +				µg N/L	<1	27	<1	<1
Inorg. Colloid				m ⁻¹	0,04	0,01	0,01	0,05
SUVA				L/mg*m)	3,54	2,31	3,29	3,94



Figuur VI-1 LC-OCD chromatogrammen eerste membraanfractioneringstest

Tabel VI-2 Samenstelling verschillende fracties op basis van LC-OCD analyses eerste membraanfractioneringstest

		Lekkanaal		Permeaat NF		Permeaat UF		Voeding einde stap 3	
			RSD		RSD		RSD		RSD
TOC	mg C/L	3,151	0,05	0,150	0,002	9,11	0,14	4,43	0,07
DOC	mg C/L	3,102	0,07	0,144	0,003	9,08	0,20	4,36	0,09
HOC		9,1%	1,4%	28,5%	4,5%	7,8%	1,2%	4,0%	0,6%
CDOC		90,9%	2,0%	71,5%	1,6%	92,2%	2,0%	96,0%	2,1%
biopolymeren		2,6%	0,1%	0,0%		0,0%		5,6%	0,2%
Humus		68,2%	1,8%	45,6%	1,2%	71,1%	1,8%	76,3%	2,0%
Bouwstenen		16,2%	1,2%	11,7%	0,9%	17,2%	1,3%	11,1%	0,9%
LMW Neutrale		12,3%		42,7%		11,6%		7,0%	
LMW Zuren		0,6%	0,1%	0,0%		0,2%	0,0%	0,0%	

VII Voorbeeld modelberekening

BioStab Fractionering (calculated based on PS Prozesstechnik GmbH)

https://www.ps-prozesstechnik.com/images/membranefractionierung_membran_prozesse.pdf

Start		
Vol.	Vf,0	1000 L
Vol. diafiltrate	Vd	0 L
Concentratie 1	cf1	1200 ug/L
Concentratie 2	cf2	3000 ug/L
Concentratie 3	cf3	1000 ug/L
Concentratie 4	cf4	750 ug/L
Concentratie 5	cf5	0 ug/L

Membrane Rejection	
1,000	100% Biopolymers
0,975	98% HS
0,975	98% Building Blocks
0,875	88% LMV Neutrals
1,000	100% LMV Acids

Flux and Area	
25 LMH	
2,8 m2	
CF 3,33	

Check	
CF	3 -
cc1	3996,0 g/L
cp1	0,000 g/L
η	100% -

				Biopolymers			HS			Building Blocks			LMV Neutrals			LMV Acids		
t	Vf	Vp	CF	cc1	cp1	η1	cc2	cp2	η2	cc3	cp3	η3	cc4	cp4	η4	cc5	cp5	η5
[min]	[L]	[L]	[-]	[ug/L]	[ug/L]	[%]	[ug/L]	[ug/L]	[%]	[ug/L]	[ug/L]	[%]	[ug/L]	[ug/L]	[%]	[ug/L]	[ug/L]	[%]
0	1000	0	1,0	1200,0	0	100%	3000,0	0,00	100%	1000,0	0	100%	750,0	0	100%	0,0	0	100%
30	965	35	1,0	1243,5	0,00	100%	3106,0	76,31	100%	1035,3	25,44	100%	773,7	95,22	100%	0,0	0,00	100%
60	930	70	1,1	1290,3	0,00	100%	3220,0	77,68	100%	1073,3	25,89	100%	799,2	96,75	99%	0,0	0,00	100%
90	895	105	1,1	1340,8	0,00	100%	3342,7	79,13	100%	1114,2	26,38	100%	826,4	98,36	99%	0,0	0,00	100%
120	860	140	1,2	1395,3	0,00	100%	3475,2	80,65	100%	1159,4	26,88	100%	855,8	100,05	98%	0,0	0,00	100%
150	825	175	1,2	1454,5	0,00	100%	3618,9	82,25	100%	1206,3	27,42	100%	887,5	101,83	98%	0,0	0,00	100%
180	790	210	1,3	1519,0	0,00	100%	3775,2	83,94	99%	1258,4	27,98	99%	921,8	103,70	97%	0,0	0,00	100%
210	755	245	1,3	1589,4	0,00	100%	3945,7	85,73	99%	1315,2	28,58	99%	959,1	105,67	97%	0,0	0,00	100%
240	720	280	1,4	1666,7	0,00	100%	4132,6	87,63	99%	1377,5	29,21	99%	999,8	107,76	96%	0,0	0,00	100%
270	685	315	1,5	1751,8	0,00	100%	4338,3	89,66	99%	1446,1	29,89	99%	1044,3	109,98	95%	0,0	0,00	100%
300	650	350	1,5	1846,2	0,00	100%	4565,9	91,82	99%	1522,0	30,61	99%	1093,4	112,34	95%	0,0	0,00	100%
330	615	385	1,6	1951,2	0,00	100%	4819,1	94,13	99%	1606,4	31,38	99%	1147,6	114,85	94%	0,0	0,00	100%
360	580	420	1,7	2069,0	0,00	100%	5102,5	96,61	99%	1700,8	32,20	99%	1208,0	117,54	93%	0,0	0,00	100%
390	545	455	1,8	2201,8	0,00	100%	5421,7	99,29	98%	1807,2	33,10	98%	1275,6	120,44	93%	0,0	0,00	100%
420	510	490	2,0	2352,9	0,00	100%	5784,2	102,20	98%	1928,1	34,07	98%	1351,9	123,56	92%	0,0	0,00	100%
599,7	300	700	3,3	3996,00	0,00	100%	9694,03	127,03	97%	3231,34	42,34	97%	2148,82	149,65	86%	0,00	0,00	100%

DF	300	0	0,0	3996,0	0,0%	100,0%	9694,031	0,0%	100,0%	3231,344	0,0%	100,0%	2148,820	0,0%	100,0%	0,000	0,0%	100,0%
----	-----	---	-----	--------	------	--------	----------	------	--------	----------	------	--------	----------	------	--------	-------	------	--------

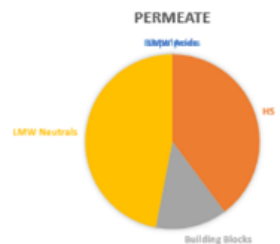
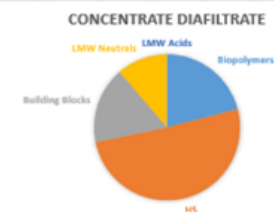
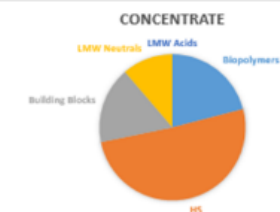
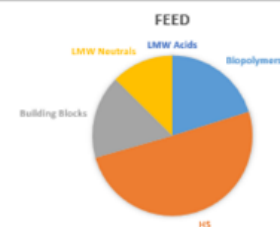
		Feed	Conc	Perm		Conc.D	Perm.D
Volume	[L]	1000	300	700			
Biopolymers	[ug/L]	1200	3996,0	0,00	3996,0	✓ #DIV/0!	
HS	[ug/L]	3000	9694,0	127,03	9694,0	✓ #DIV/0!	
Building Blocks	[ug/L]	1000	3231,3	42,34	3231,3	✓ #DIV/0!	
LMV Neutrals	[ug/L]	750	2148,8	149,65	2148,8	✓ #DIV/0!	
LMV Acids	[ug/L]	0	0,0	0,00	0,0	✓ #DIV/0!	

Totaal	[ug/L]	5996	19070	319,02	19070	✓ #DIV/0!	
--------	--------	------	-------	--------	-------	-----------	--

	[mg/L]	6,0	19,1	0,3	19,1	✓ #DIV/0!	
--	--------	-----	------	-----	------	-----------	--

MASSABALANS

BioPol	conc	perm	tot	feed
MB-CF	1200000	0	1200000	= 1200000
MB-DF	1200000	✓ #DIV/0!	✓ #DIV/0!	= 1200000,0
V-DF	300	0		300



VIII Achtergronden, beschrijving van de uitvoering en prestatiekenmerken analyses invloed van de membraanfracties op de groeipotentie

TOC direct, TOC in HF-concentraat

KWR Huisvoorschrift LAM-068: Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van het gehalte aan TOC, conform NEN-EN 1484 en ISO 8245.

Dit voorschrift is van toepassing op migratie-, ultrapuur-, drink-, grond- en oppervlaktewater met gehalten vanaf 0,20 mg C/l TOC. Monsters met deeltjes tot een grootte van 0,5 mm kunnen ook met deze methode gemeten worden. Gehaltes tot 10 mg C/l kunnen rechtstreeks gemeten worden, voor gehalten daarboven moet verdund worden.

Bij deze bepaling wordt eerst het anorganisch koolstof verwijderd en vervolgens wordt het koolstof gemeten met behulp van NDIR detectie.

Dit gebeurt door de monsters aan te zuren en door te blazen met lucht. Daarna wordt het monster geïnjecteerd met behulp van een autosampler in een verbrandingsbuis, die gevuld is met een katalysator waar het organisch koolstof bij een temperatuur van 680°C wordt omgezet in CO₂. Het gevormde CO₂-gas wordt na afkoelen en drogen met behulp van een niet-dispersieve infrarood detector gemeten. De hoeveelheid geabsorbeerde straling is een maat voor het TOC-gehalte in het monster. Organische stoffen die kunnen worden uitgeblazen zoals benzeen, toluen, cyclohexaan en chloroform kunnen ontsnappen bij het uitblazen.

CH in HF-concentraat,

KWR Huisvoorschrift LAM-075: Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van koolhydraten, als D(+)-glucose, in water met behulp van spectrofotometrie.

De reactie van glucose met fenol en zwavelzuur zorgt voor een aromatische sulfonering van benzeen die afkomstig is van de fenol. De adsorptie wordt gemeten met behulp van een spectrometer die licht door een oplossing heen stuurt op een golflengte van 490 nm en het licht vervolgens opvangt in de detector en weergeeft hoeveel licht er geabsorbeerd is.

Gehaltes vanaf 2 mg/l D(+)-glucose kunnen rechtstreeks gemeten worden.

eiwitten in HF-concentraat

KWR Huisvoorschrift LAM-077: Voor een snelle en betrouwbare methode om eiwitten te analyseren in water, wordt gebruik gemaakt van de test-kit van de Coomassie methode.

De ontwikkeling van kleur in op Coomassie-kleurstof gebaseerde (Bradford) eiwitassays is in verband gebracht met de aanwezigheid van bepaalde basische aminozuren (voornamelijk arginine, lysine en histidine) in het eiwit. Van der Waals-krachten en hydrofobe interacties nemen ook deel aan de binding van de kleurstof door eiwit. Het aantal Coomassie-kleurstofliganden dat aan elk eiwitmolecuul is gebonden, is ongeveer evenredig met het aantal positieve ladingen dat op het eiwit wordt aangetroffen. Vrije aminozuren, peptiden en eiwitten met een laag molecuulgewicht produceren geen kleur met Coomassie-kleurstofreagentia.

Rapportagegrens: 1,0 mg/l als Albumin Bovine Serum (BSA).

ICPMS

KWR Huisvoorschrift LAM-077: Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van 65 elementen in water en destruat van waterige oplossingen met behulp van inductief gekoppeld plasma en massaspectrometrie (ICP-MS). De standaarden, watermonsters en destruat van waterige monsters ($\text{pH} \leq 2$) worden verstoven en het hierbij ontstane aerosol wordt getransporteerd naar de plasmatoorts van de ICP-MS, waar de elementen worden geatomiseerd en geïoniseerd. De ontstane (veelal éénwaardige) ionen worden door middel van een hoog vacuüm in de quadropool van de massaspectrometer gebracht, waar scheiding van de ionen plaats vindt naar hun massa/ladingverhouding (m/z). Het aantal gedetecteerde ionen is een maat voor de concentratie van het te bepalen element in de monsteroplossing. De kwantificering wordt uitgevoerd met een externe kalibratiecurve. De concentraties van de monsters zijn gebaseerd op het gemiddelde van 3 metingen van het monster.

Ortho-fosfaat

KWR Huisvoorschrift LAM-040: Dit voorschrift geeft een methode weer voor de bepaling van het gehalte aan ortho-fosfaat in water met behulp van spectrometrie, conform NEN-EN-ISO 6878.

Ammoniummolybdaat vormt in zuur milieu met fosfaationen, antimoonoxyionen en ascorbinezuur een blauwgekleurde verbinding.

De extinctie wordt gemeten bij 880 nm. De molaire extinctiecoëfficiënt betrokken op fosfor is in dit geval $2,2 \times 10^3 \text{ l}/(\text{mol} \cdot \text{mm})$.

Door verhitting met zwavelzuur en kaliumperoxodisulfaat worden andere fosforverbindingen omgezet in orthofosfaat-ionen. Dit voorschrift is van toepassing op alle soorten water met ortho-fosfaat gehalte vanaf 1 µg PO₄-P/l tot 100 mg P/l.

IX Data tweede fractioneringstest

Tabel IX-1 Data bedrijfsvoering tweede fractioneringstest

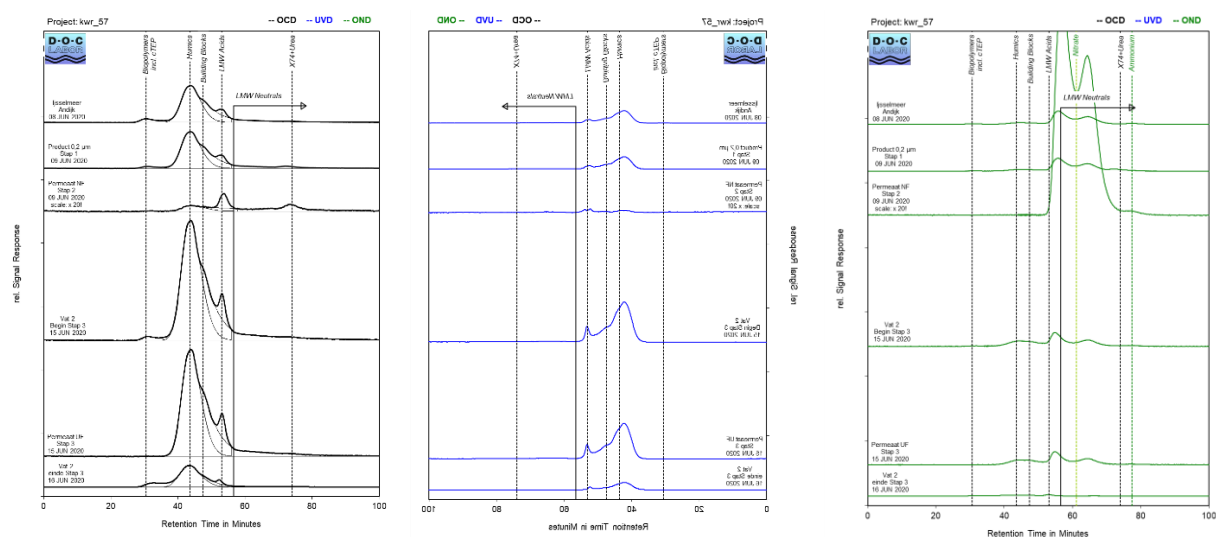
Stap		Looptijd	Temp	Voeding		Permeaat	volume	pH		EGV		
				Druk	Debiet	Debiet	geprod.	Voeding	Permeaat	Voeding	Permeaat	Retentie
				uur:min	voeding	bar	m3/uur	L/uur			µS/cm	µS/cm
1	begin	0:00										
		0:02	16,6	2,4	0,862	876	21	8,55	8,52	627	626	0%
		0:10		3,2	0,77		136					
		0:34		3,2	0,39							
	eind	1:04		3,2	0,268	268	500	8,52	8,47	630	626	1%
	gem			3,0	0,573	572						
	rsd			0,4	0,288	430						
2 (concentreren)	begin	0:00					0					
		0:15	16,7	8,78	1,3	55	11					
		0:35	17,4	8,78	1,3	55,8	30	8,52	8,44	647	384	41%
		2:10	19,3	8,76	1,31	60,4	123	8,51	8,44	704	412	41%
		5:09	18,5	8,77	1,31	57,7	300					
		5:29	19,0	8,77	1,31	59,6	319	8,51	8,45	948	503	47%
		5:55	19,2	8,77	1,31	59,2	345	8,59	8,59	1008	524	48%
	eind	6:00					350					
	gem		18,4	8,77	1,31	58,0						
	rsd		1,1	0,01	0,01	2,2						
1	begin	0:00					0					
		0:02	17,9	2,41	0,75	764	22	8,54	8,46	636	632	1%
		0:15		3,20	0,61		152					
	eind	0:55		3,18	0,29	290	400	8,54	8,44	634	634	0%
	gem		17,9	2,93	0,55	527						
	rsd			0,45	0,24	335						
2 (concentreren)	begin	0:00					0					
		0:05	18,5	8,79	1,31	58,9	5	8,53	8,7	747	428	43%
		2:55	19,7	8,77	1,31	60,7	173	8,57	8,51	871	475	45%
	eind	3:03					180					
	gem		19,1	8,78	1,31	59,8						
	rsd		0,8	0,01	0,00	1,3						
1	begin	0:00					0					
		0:02		2,39	0,88		24	8,48	8,45	634	631	0%
	eind	0:09		2,39	0,62		100	8,48	8,43	632	632	0%

	gem		2,39	0,75								
	rsd		0,00	0,18								
2 (concentreren)	begin	0:00				0						
		0:04	19,6	8,79	1,31	61,3	4	8,56	8,47	824	455	45%
		2:44	19,6	8,77	1,31	60,2	165	8,59	8,49	978	511	48%
	eind	2:49				170						
	gem		19,6	8,78	1,31	60,8						
	rsd		0,0	0,01	0,00	0,8						
3 (concentreren)	begin	0:00				0						
		0:10	14,4	1,7	0,54	79,3	9	8,42	8,47	980	978	0%
		0:25	14,5	1,7	0,54	79,9	30					
		0:40	14,6	1,7	0,54	80,2	50	8,46	8,5	993	986	1%
		2:58	14,6	1,7	0,55	81,8	237	8,52	8,5	997	990	1%
	eind	3:01				240						
	gem		14,5	1,7	0,54	80,3						
	rsd		0,1	0	0,01	1,1						
3 (diafiltratie)	begin	0:00				0						
		0:10	18,9	1,6	0,53	79,1	13	7,73	7,71	131	114,8	12%
		2:55	19,3	1,6	0,54	81,5	238	7,79	7,75	139	122	12%
		5:55	18,6	1,6	0,53	78,4	473	7,7	7,68	164	146	11%
	eind	6:01				480						
	gem		18,9	1,6	0,53	79,7						
	rsd		0,4	0,0	0,01	1,6						

X Resultaten LC-OCD analyses tweede fractioneringstest

Tabel X-1 Resultaten LC-OCD analyses tweede membraanfractioneringstest

					8-6- 2020	9-6- 2020	9-6- 2020	15-6- 2020	15-6- 2020	25-3- 2020
					IJsselmeer	Product 0,2 µm	Perm. NF	Voeding begin stap 3	Perm UF	Voeding einde stap 3
DOC	↓			µg C/L	6720	6509	167	20688	17576	3712
	HOC			µg C/L	418	461	2	1673	1169	112
	CDOC	↓		µg C/L	6302	6048	165	19015	16407	3600
		BP	↓	µg C/L	355	176	2	375	14	480
			DON (Norg)	µg N/L	61	24	<1	72	15	49
			N/C	µg/µg	0,17	0,14	-	0,19	1,06	0,10
			% Proteins	% Biopol	52	41	-	57	-	30
			cTep	µg/µg	88	39	<1	64	<10	12
		HS	↓	µg C/L	4253	4269	66	14113	12187	2665
			DON (Norg)	µg N/L	193	189	2	628	504	116
			N/C	µg/µg	0,05	0,04	0,03	0,04	0,04	0,04
			SUVA-HS	L/mg*m	3,63	3,56	2,52	3,54	3,70	3,44
			Mol Weight	g/mol	767	747	531	729	740	764
		Building Blocks		µg C/L	971	902	19	2601	2572	277
		LMW Neutrals		µg C/L	722	697	75	1926	1633	177
		LMW Acids		µg C/L	<2	3	3	<10	<10	<1
NO3-				µg N/L	1642	1558	1512	1470	1359	82
NH4 +				µg N/L	79	< 2	17	< 10	< 10	<1
Inorg. Colloid				m ⁻¹	0,02	< 0,02	0,01	< 0,1	< 0,1	0,02
SUVA				L/mg*m)	2,86	2,98	2,89	3,12	3,12	2,87



Figuur X-1 LC-OCD chromatogrammen tweede membraanfractieneringstest

Tabel X-2 Samenstelling verschillende fracties op basis van LC-OCD analyses tweede membraanfractieneringstest

		IJsselmeer		Product 0,2 µm		Permeaat NF	
			RSD		RSD		RSD
DOC	mg C/L	6,72	0,15	6,51	0,14	0,17	0,004
HOC		6%	1,0%	7%	1,1%	1,2%	0,2%
CDOC		94%	2,0%	93%	2,0%	98,8%	2,1%
biopolymere		6%	0,2%	3%	0,1%	1%	0,1%
Humus		67%	1,7%	71%	1,8%	40,0%	1,0%
Bouwstenen		15%	1,2%	15%	1,1%	11,5%	0,9%
LMW Neutrale		11%	1,3%	12%	1,4%	45,5%	5,3%
LMW Zuren		0%		0,05%		1,8%	
		Voeding begin stap 3		Permeaat UF		Voeding einde stap 3	
			RSD		RSD		RSD
DOC	mg C/L	20,69	0,447	17,58	0,38	3,71	0,08
HOC		8,1%	1,3%	6,7%	1,1%	3,0%	0,5%
CDOC		91,9%	2,0%	93,3%	2,0%	97,0%	2,1%
biopolymere		2%	0,1%	0,1%	0,0%	13,3%	0,6%
Humus		74%	1,9%	74,3%	1,9%	74,0%	1,9%
Bouwstenen		14%	1,1%	15,7%	1,2%	7,7%	0,6%
LMW Neutrale		10%	1,2%	10,0%	1,2%	4,9%	0,6%
LMW Zuren		0%		0,0%		0,0%	

XI Resultaten analyses of invloed fracties biologische stabiliteit te bepalen

Tabel XI-1 Normalisatie factor voor oorspronkelijk volume

Membraanfractie	Delen door
IJsselmeer/Voeding	1
BW water	50
filtraat 0,2 µm	1
permeaat NF	1
permeaat UF	3,3
concentraat (voeding einde stap 3)	16,7

Tabel XI-2 Resultaten microbiologische en chemische analyses tijdens tweede membraanfractioneringstest genormaliseerd voor oorspronkelijk volume

Parameter	IJsselmeer	Deeltjesfractie > 0,2 µm	Product 0,2 µm	Permeaat NF	Permeaat UF	Voeding einde stap 3
ATP (pg/ml)	200,0	260,0	34,0	< 1	1,7	10,2
stdv	5,6	3,2	0,7		0,0	0,4
stdv (%)	2,8%	1,2%	2,2%		2,7%	4,1%
BP7 (ng/L)	300,0		48,0	41,0	7,2	8,4
stdv	20,0		10,0	4,5	0,2	0,1
stdv (%)	6,7%		20,8%	11,0%	3,3%	1,1%
BP14 (ng/L)	2500,0		450,0	530,0	108,0	78,0
stdv	200,0		43,0	85,0	12,9	4,6
stdv (%)	8,0%		9,6%	16,0%	11,9%	5,8%
BP7-BP0 (ng/L)	105,0		46,0	12,0	5,1	< 1
stdv	21,0		10,0	4,8	0,3	
stdv (%)	20,0%		21,7%	40,0%	5,3%	
AOC P17 (µg Ac-C/l)	250,0		32,0	49,0	7,5	18,0
stdv	15,0		1,0	1,2	1,4	6,6
stdv (%)	6,0%		3,1%	2,4%	18,7%	36,7%
AOC NOX (µg Ac-C/l)	7,8		5,3	38,0	23,0	4,0
stdv	0,8		0,0	3,5	0,4	0,2
stdv (%)	10,1%		0,0%	9,3%	1,7%	5,0%
AOC totaal (µg Ac-C/l)	260,0		37,0	86,0	30,0	22,0
stdv	11,0		1,0	2,6	1,0	4,6
stdv (%)	4,2%		2,7%	3,0%	3,3%	20,9%

TOC (mg/L)	7,6		6,2	0,2	5,1	0,4
o-P (µg PO ₄ -P/l)	6,0	0,3	4,0	1,0	1,2	0,2
Natrium (µg/L)	47800	385,9	55585	49175	23778	541,5
Magnesium (µg/L)	11840	148,8	12900	7770	8064	198,9
Aluminium (µg/L)	305	184,9	5,6	1,1	3,9	0,2
Kalium (µg/L)	6020	114,7	6540	5665	2847	82,2
Calcium (µg/L)	65340	1671,3	74225	48580	43435,5	1185,9
Boor (µg/L)	46	0,7	55	55	18,3	0,6
Mangaan (µg/L)	37	27,1	0,13	0,06	0,05	0,04
IJzer (µg/L)	320	243,9	<10	<10	<10	<10
Strontium (µg/L)	375	5,6	385	250	231,0	6,6
Barium (µg/L)	89	3,7	55	35	33,0	1,1
PHMOC (µg C/L)	901		285	8	22,2	96,0
PHMPC als BSA-C (µg C/L)	112		10	<11	6,6	4,0
PHMCHC als D(+)-glucose-C (µg C/L)	679		141	<17	7,8	43,6