

VERKENNING VAN DE KWALITEIT VAN STRUVIET UIT DE COMMUNALE AFVALWATERKETEN



RAPPORT

2015

34

ERKENNING VAN DE KWALITEIT VAN STRUVIET UIT DE
COMMUNALE AFVALWATERKETEN

RAPPORT

2015

34

ISBN 978-90-5773-711-4



stowa@stowa.nl www.stowa.nl

TEL 033 460 32 00

Stationsplein 89 3818 LE Amersfoort

POSTBUS 2180 3800 CD AMERSFOORT

Publicaties van de STOWA kunt u bestellen op www.stowa.nl

COLOFON

UITGAVE Stichting Toegepast Onderzoek Waterbeheer
Postbus 2180
3800 CD Amersfoort

PROJECTUITVOERING

Christa Morgenschweis, Grontmij
Lideke Vergouwen, Grontmij
Laura van Schöll, NMI
Imke Leenen, H2Oké

BEGELEIDINGSCOMMISSIE

Roelof Gort, Waterschap Reest en Wieden
Rafael Lazaroms, Unie van Waterschappen
Erwin de Valk, Waterschap Vallei en Veluwe
Cora Uijterlinde, STOWA
Alex Veltman, Waternet
Herman Walthaus, Ministerie I & M
Martin Wilschut, GMB

DRUK Kruyt Grafisch Adviesbureau
STOWA STOWA 2015-34
ISBN 978-90-5773-711-4

COPYRIGHT Teksten en figuren uit dit rapport mogen alleen worden overgenomen met bronvermelding.

DISCLAIMER Deze uitgave is met de grootst mogelijke zorg samengesteld. Niettemin aanvaarden de auteurs en de uitgever geen enkele aansprakelijkheid voor mogelijke onjuistheden of eventuele gevolgen door toepassing van de inhoud van dit rapport.

TEN GELEIDE

De waterschappen hebben in 2012 het concept van de Grondstoffenfabriek ontwikkeld om in Nederland grondstoffen, waaronder fosfaat, uit afvalwaterstromen te winnen. In 2014 is fosfaat benoemd als één van de speerpunten van de Green Deal Grondstoffen. Met deze ontwikkelingen dragen de waterschappen bij aan de ontwikkeling van een circulaire economie.

Inmiddels is er een reeks van STOWA rapporten verschenen die betrekking hebben op fosfaatterugwinning op rwzi's. Het gaat hierbij om verkenningen en studies naar verschillende technologieën, beschouwingen ten aanzien van wet- en regelgeving, marktkansen en mogelijke toepassingen van struviet. Het voorliggende rapport beschrijft het onderzoek naar de kwaliteit van struviet uit vier zuiveringsinstallaties van communaal afvalwaterwater en toetst de resultaten aan de eisen die gesteld zijn in de aangepaste meststoffenwet. Tevens is gekeken in hoeverre de gewonnen struvieten een nadere behandeling behoeven alvorens als meststof kan worden toegepast.

Binnen het project zijn vier struvieten uit de communale afvalwaterketen onderzocht op bestanddelen conform de meststoffenwetgeving, overige organische microverontreinigingen en pathogenen. De struvieten voldoen wat betreft de verontreinigende componenten aan de eisen conform de mestwetgeving; er zijn echter wel pathogenen aangetroffen, in vergelijkbare gehalten die ook in dierlijke mest te vinden zijn. Deze pathogenen komen voornamelijk voor in heterogene bijmengingen zoals bijvoorbeeld zaden en strootjes.

Geadviseerd wordt daarom de gewonnen struvieten op te schonen, waardoor een groot deel van de pathogenen verwijderd wordt en ook heterogeniteiten die lastig voor de landbouwmachines kunnen zijn, uit de meststof gehaald worden. De conclusies zijn gebaseerd op eenmalige analyses bij vier rioolwaterzuiveringsinstallaties. Aanbevolen wordt om de kwaliteitsanalyses te herhalen en uit te breiden naar nieuwe struvietinstallaties. Tevens worden, in samenwerking met de Energie en Grondstoffenfabriek de mogelijkheden voor certificering van struviet nagegaan en bekeken in hoeverre het opschonen in de praktijk uitgevoerd kan worden.

Joost Buntsma
Directeur STOWA

SAMENVATTING

Het nuttig toepassen van fosforhoudende producten uit de communale afvalwaterketen past in de 'grondstoffendoelstellingen' van de waterschappen. Struviet ($\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) is een dergelijk product uit de afvalwaterketen. Een mogelijke toepassing van struviet is het gebruik als fosfaathoudende meststof. Het gebruik van struviet uit rioolwaterzuiveringsinstallaties als meststof is sinds 27 februari 2015 onder voorwaarden toegelaten.

De waterschappen willen grondstoffen uit afvalwater terug winnen en deze zo veel mogelijk hergebruiken. Struviet is een dergelijk product en dit kan als fosfaathoudende meststof worden toegepast. Begin 2015 is de wetgeving (uitvoeringsbesluit en uitvoeringsregeling meststof-fenwet) aangepast en uitgebreid met de categorie 'herwonnen fosfaten'.

Om als meststof toegepast te kunnen worden moeten de herwonnen fosfaten, waaronder struviet, voldoen aan de in de mestwetgeving opgenomen landbouwkundige en milieukundige kwaliteitscriteria. Daarnaast dient struviet uit rioolzuiveringsslib behandeld te worden teneinde het grootste deel van mogelijk aanwezige pathogenen af te doden. Deze verplichte behandelingsstap is uit voorzorg opgenomen en kan mogelijk ook weer komen te vervallen. Een besluit hierover zal mede genomen worden op basis van de uitkomsten het hier voorliggende onderzoek.

In het voorliggende project is door het consortium Grontmij, NMI en H₂Oké onderzocht in hoeverre struviet dat geproduceerd wordt bij de communale afvalwaterketen aan de criteria van de meststoffenwetgeving voldoet en derhalve als meststof mag worden gebruikt (aandeel NMI). Daarnaast is onderzocht of deze struvieten overige verontreinigingen bevatten die vanuit het oogpunt van milieuhygiëne of humane gezondheid ongewenst zijn (aandeel Grontmij en H₂Oké). Omdat voor pathogenen normen ontbreken is een vergelijk gemaakt met dierlijke mest, dat grootschalig als meststof wordt toegepast en eveneens pathogenen kan bevatten.

Binnen het project zijn vier struvieten van communale rioolwaterzuiveringsinstallaties (rwzi's) onderzocht. Hiervoor zijn de struvietmonsters geanalyseerd op:

- eisen conform de mestwetgeving:
 - landbouwkundige waarden (o.a. N en P gehalte);
 - zware metalen;
 - organische microverontreinigingen.
- Overige organische microverontreinigingen (zoals bijvoorbeeld geneesmiddelen). Deze analyses zijn toegevoegd vanuit de maatschappelijke verantwoordelijkheid van de waterschappen.
- Pathogenen, om na te gaan in hoeverre een behandelingsstap noodzakelijk is voorafgaande aan toepassing als meststof.

Belangrijk is om op te merken dat alle conclusies die in deze rapportage getrokken zijn, gebaseerd zijn op de analyse van enkelvoudige monsters per locatie. Deze beperkte aantallen analyses worden als onvoldoende beoordeeld om hierop beleid te baseren en moeten slechts als een indicatie worden beschouwd.

Het struviet van drie van de vier rwzi's is geproduceerd uit uitgegist slib en deze struvieten bevatten veel heterogeniteiten zoals zaadjes, strootjes, plastic etc. Het struviet dat geproduceerd

is uit rejectiewater was visueel veel homogener. Alle vier ruwe monsters zijn geanalyseerd op bovengenoemde componenten.

De struvieten geproduceerd uit uitgegist slib zijn daarnaast nog geanalyseerd op bovengenoemde componenten nadat er een opschoonstap had plaatsgevonden waarbij de heterogeniteiten verwijderd zijn.

RUWE MONSTERS

De niet opgeschoonde, ruwe monsters zijn geanalyseerd op waardegevende bestanddelen en verontreinigingen zoals voorgeschreven vanuit de meststoffenwetgeving.

Bij de meststofcategorie 'herwonnen fosfaten' zijn geen minimale waarden voorgeschreven voor de gehalten aan waardegevende bestanddelen. Wel is bij de omschrijving voor struviet opgenomen dat het struviet hoofdzakelijk uit magnesiumammoniumfosfaat dient te bestaan.

In zuivere vorm bevat struviet 16% MgO, 5,7% N en 28,9% P₂O₅ in een vaste verhouding 6-2-10. De hier onderzochte vier struvietmonsters bevatten op droge stof basis 9,9-18% MgO, 2,0-5,5% N en 17,1-30% P₂O₅. De hieruit berekende gehalten aan zuiver magnesiumammoniumfosfaat in de struvietmonsters lopen uiteen van 35% tot 97%. Aanbevolen wordt om bij de productie te sturen op de zuiverheid van het eindproduct.

Verder zijn in alle ruwe monsters overige organische deels geïdentificeerde maar ook niet geïdentificeerde microverontreinigingen (die niet in de mestwetgeving zijn opgenomen) gevonden. De risico's van deze microverontreinigingen kunnen niet worden ingeschat door het ontbreken van toetsingswaarden.

Tevens zijn in alle ruwe monsters pathogenen aangetroffen. De aangetroffen aantallen SSRC, een indicator voor protozoa, sporen van bacteriën en wormeieren, kunnen bij blootstelling (inname) infecties (darmklachten, diarree) veroorzaken. Dit type pathogenen kunnen overlevingsvormen, zoals sporen, cysten of eieren maken die enkele jaren kunnen overleven. De aangetroffen aantallen in de ruwe niet opgeschoonde monsters komen globaal overeen met de aantallen *Cryptosporidium* (waarvan SSRC een indicator is) die ook in dierlijke mest (kalvermest) dat op het land wordt uitgereden voorkomen.

OPGESCHOONDE MONSTERS

Om na te gaan in hoeverre de niet geïdentificeerde verontreinigingen en pathogenen zich bevonden in de struvietkristallen, of in de heterogeniteiten, is bij de monsters van drie rwzi's een tweede ronde analyses uitgevoerd op opgeschoonde monsters (zuivering door opstrooming in een opstroomreactor met drinkwater en handpicking van de kristallen).

In deze opgeschoonde monsters kwamen veel minder overige organische microverontreinigingen voor en de gehalten waren beduidend lager (overwegend < 1 mg/kg ds (40 °C)). De gehalten zijn lager dan de maximale waarden voor gangbare organische microverontreinigingen waarvoor in de meststoffenwetgeving wél toetsingswaarden bekend zijn. Analyse op overige organische microverontreinigingen is niet noodzakelijk conform de mestwetgeving.

De aantallen SSRC in de opgeschoonde monsters zijn veel lager dan in de ruwe struvietmonsters maar zijn nog steeds zodanig dat zij bij directie blootstelling door inname infecties kunnen veroorzaken.

Op basis van de beperkte hoeveelheid uitgevoerde analyses is de conclusie dat een groot deel

van de overige organische microverontreinigingen en de SSRC zich in de aanwezige heterogeniteiten bevinden.

De aantallen SSRC in de opgeschoonde monsters zijn ook lager dan de aantallen *Cryptosporidium* die in dierlijke mest zijn aangetroffen. Dierlijke mest wordt grotendeels onbewerkt op het land gebracht. Voor de toepassing van mest zijn geen normen voor pathogenen gesteld. Risico's hangen af van de blootstelling aan (inname van) de pathogenen. Bij normale hygiënische gebruiksvoorschriften bij de toepassing van mest zal er geen sprake zijn van inname en derhalve worden de risico's als aanvaardbaar beoordeeld. Als dezelfde gebruiksvoorschriften in acht worden genomen bij de toepassing van struviet zal dit eveneens leiden tot aanvaardbare risico's.

CONCLUSIE SAMENSTELLING

Zowel de ruwe als de opgeschoonde struvietmonsters voldoen wat betreft zware metalen en organische microverontreinigingen aan de mestwetgeving.

Er zijn SSRC (indicator voor o.a. protozoa) aangetroffen in de ruwe en opgeschoonde monsters in gehalten die bij inname van 1 g infecties (darmklachten, diarree) kunnen veroorzaken. De gehalten zijn overeenkomstig (ruwe monsters) of lager (opgeschoonde monsters) dan de gehalten *Cryptosporidium* (waarvan SSRC een indicator is) in kalvermest.

BEHANDELINGSMOGELIJKHEDEN

Als er geen blootstelling is aan het struviet zijn er ook geen risico's.

Om de risico's ten gevolge van de aanwezigheid van humane pathogenen te reduceren zijn enkele strategieën mogelijk.

- Het opstellen van een richtwaarde voor deze indicatoren in struviet.
- Het beperken van blootstelling bij de toepassing van struviet door beperkingen in tijd of naar gewas of door gebruiksvoorschriften.
- Het voorschrijven van een behandelingsstap.

De wetgever heeft ervoor gekozen de risico's ten gevolge van de aanwezigheid van humane pathogenen in herwonnen fosfaten te reduceren door het voorschrijven van een behandelingsstap voor herwonnen fosfaten geproduceerd uit rioolzuiveringsslib. Met deze behandelingsstap moet het grootste deel van de in het struviet aanwezige humane pathogenen worden afgedood/verwijderd. Er is echter geen norm gesteld voor aantallen of concentraties die als acceptabel worden gezien en derhalve is ook nog niet vastgesteld of een behandelingsstap noodzakelijk is. Immers de concentraties komen globaal overeen met die van dierlijke mest en daar is een behandelingsstap niet noodzakelijk. Dierlijke mest mag zonder behandelingsstap worden toegepast als meststof.

De aantallen SSRC die in de opgeschoonde monsters zijn aangetroffen zijn veel lager dan de aantallen die voorkomen in het uitgangsmateriaal zuiveringsslib en in de ruwe niet opgeschoonde monsters. Een opschoning van het struviet, dat wil zeggen het verwijderen van de heterogeniteiten bijvoorbeeld door opstroming, brengt dus al een zekere reductie van pathogenen met zich mee.

Voor de mogelijk verplichte behandeling van struviet zijn daarnaast verschillende procedés denkbaar. Het struviet kan verhit worden, bijvoorbeeld bij 70°C gedurende 60 minuten, gelijk aan de hygiënisering van dierlijke mest. Dit is echter problematisch omdat bij temperaturen boven de 40 à 50°C struviet ammonium en kristalwater ontwijken. Dit betekent een desintegratie van struviet.

Een andere mogelijkheid is om het medium waaruit het struviet wordt gewonnen te behandelen, bijvoorbeeld door thermofiele gisting of een thermische drukhydrolyse toe te passen; hierdoor zullen de pathogenen vergaand verwijderd worden en in een nageschakelde struvietreactor niet meer in het struvietproduct terecht komen. Een pasteurisatiestap van het uitgestoste slib of het rejectiewater is een andere mogelijkheid.

Aanbevelingen

Aanbevolen wordt om de zuiverheid van het geproduceerde struviet te monitoren zodat voldaan wordt aan de definitie van herwonnen fosfaat meststof, hoofdzakelijk bestaande uit magnesiumammoniumfosfaat.

Aanbevolen wordt struvieten met heterogeniteiten die op rwzi's geproduceerd worden voor de toepassing als meststof op te schonen (bijvoorbeeld door opstromen, dus scheiden van kristallen en onzuiverheden) om ze te ontdoen van ongewenste heterogeniteiten. Deze opschoning/voorzuiivering dient dan een dubbel doel (bruikbaarheid/ strooibaarheid en kwaliteit).

Wanneer op grond van de resultaten van onderhavig onderzoek wordt beoordeeld dat hygiëniseringsstappen van struviet, anders dan opschonen, noodzakelijk zijn, dan wordt aanbevolen per locatie meer monsters, die genomen worden in een tijdreeks, te analyseren. Er zijn te weinig monsters geanalyseerd om hierop beleid te baseren.

De bepaling van het droge stofgehalte dient te gebeuren bij maximaal 40°C om desintegratie van struviet te voorkomen. Voor droging bij deze temperatuur bestaat geen protocol. Aanbevolen wordt hiervoor een protocol op te stellen waarbij bijvoorbeeld het droge stofgehalte wordt vastgesteld na minimaal drie wegingen met gelijk gewicht.

Op basis van analyses van Mg, N en P is geconcludeerd dat de monsters voor 35% tot 97% uit zuiver struviet bestaan. Aanbevolen wordt bij de productie van struviet te sturen op de zuiverheid van het eindproduct.

DE STOWA IN HET KORT

STOWA is het kenniscentrum van de regionale waterbeheerders (veelal de waterschappen) in Nederland. STOWA ontwikkelt, vergaart, verspreidt en implementeert toegepaste kennis die de waterbeheerders nodig hebben om de opgaven waar zij in hun werk voor staan, goed uit te voeren. Deze kennis kan liggen op toegepast technisch, natuurwetenschappelijk, bestuurlijk-juridisch of sociaalwetenschappelijk gebied.

STOWA werkt in hoge mate vraaggestuurd. We inventariseren nauwgezet welke kennisvragen waterschappen hebben en zetten die vragen uit bij de juiste kennisleveranciers. Het initiatief daarvoor ligt veelal bij de kennisvragende waterbeheerders, maar soms ook bij kennisinstellingen en het bedrijfsleven. Dit tweerichtingsverkeer stimuleert vernieuwing en innovatie. Vraaggestuurd werken betekent ook dat we zelf voortdurend op zoek zijn naar de 'kennisvragen van morgen' – de vragen die we graag op de agenda zetten nog voordat iemand ze gesteld heeft – om optimaal voorbereid te zijn op de toekomst.

STOWA ontzorgt de waterbeheerders. Wij nemen de aanbesteding en begeleiding van de gezamenlijke kennisprojecten op ons. Wij zorgen ervoor dat waterbeheerders verbonden blijven met deze projecten en er ook 'eigenaar' van zijn. Dit om te waarborgen dat de juiste kennisvragen worden beantwoord. De projecten worden begeleid door commissies waar regionale waterbeheerders zelf deel van uitmaken. De grote onderzoekslijnen worden per werkveld uitgezet en verantwoord door speciale programmacommissies. Ook hierin hebben de regionale waterbeheerders zitting.

STOWA verbindt niet alleen kennisvragers en kennisleveranciers, maar ook de regionale waterbeheerders onderling. Door de samenwerking van de waterbeheerders binnen STOWA zijn zij samen verantwoordelijk voor de programmering, zetten zij gezamenlijk de koers uit, worden meerdere waterschappen bij één en het zelfde onderzoek betrokken en komen de resultaten sneller ten goede van alle waterschappen.

De grondbeginselen van STOWA zijn verwoord in onze missie:

Het samen met regionale waterbeheerders definiëren van hun kennisbehoeften op het gebied van het waterbeheer en het voor én met deze beheerders (laten) ontwikkelen, bijeenbrengen, beschikbaar maken, delen, verankeren en implementeren van de benodigde kennis.

SUMMARY

The beneficial use of phosphorous-containing products from municipal wastewater treatment works fits within the 'raw material objectives' of the water authorities in the Netherlands. Struvite ($\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) is such a product from municipal wastewater with a potential use as a phosphorous-containing fertiliser. The use of struvite from municipal wastewater treatment works as a fertiliser has been permitted by law in the Netherlands since 27 February 2015.

The water authorities wish to recover nutrients from wastewater and to reuse these as much as possible. Struvite is such a product, and can be used as a phosphorous-containing fertiliser. At the beginning of 2015 legislation (Fertilisers Act (Implementation) Decree and Fertilisers Act (Implementation Regulations)) was amended and expanded to include the category 'recycled phosphates'.

To be used as a fertiliser the recycled phosphates, including struvite, must meet the agricultural and environmental quality criteria according to the fertiliser legislation. In addition, struvite from sewage sludge must be treated in order to kill the majority of pathogens that may be present. This mandatory treatment stage has been included as a precautionary measure and may potentially be repealed in the future. A decision regarding this shall be partly made on the basis of the results of this study.

In this project the consortium of Grontmij, NMI and H2Oké has investigated the extent to which struvite produced from municipal wastewater treatment works meets the criteria under the fertiliser legislation and may therefore be used as a fertiliser (NMI aspect). In addition, it has also been investigated whether these struvites contain other pollutants that are undesirable from an environmental hygiene or human health point of view (Grontmij and H2Oké aspect). Because there are no standards for pathogens in fertilisers a comparison has been made with animal manure, which is on a large scale used as a fertiliser and which can also contain pathogens.

The project involves the study of four struvites from municipal wastewater treatment works, which have been analysed for:

- Requirements under the fertiliser legislation:
 - Agricultural compounds (including N and P level);
 - heavy metals;
 - organic micro-pollutants.
- 'Other' organic micro-pollutants (such as medicines). These analyses have been added under the social responsibility of the water authorities.
- Pathogens, in order to investigate the extent to which a treatment stage is required prior to use as a fertiliser.

It is important to note that all conclusions that have been drawn in this report are based on the analysis of individual samples from each location. These limited numbers of analyses are regarded as being insufficient to form the basis of policy and must only be regarded as an indication.

The struvite from three of the four wastewater treatment works was produced from anaerobic digested sludge and these struvites contain many heterogeneities such as seeds, straw, plastic, etc. The struvite that was produced from dewatering liquors was visually much more homogeneous. All four raw samples were analysed for the aforementioned components.

The struvites crystallised out of anaerobic digested sludge were also analysed for the aforementioned components after they had undergone a clean-up stage to remove the heterogeneities.

RAW SAMPLES

The non-cleaned, raw samples were analysed for nutrient components and pollutants as prescribed in the fertiliser legislation.

No minimum values for nutrient components are prescribed for the 'recycled phosphates' fertiliser category. The description for struvite does however state that the struvite should primarily consist of magnesium ammonium phosphate.

In its pure form struvite contains 16% MgO, 5.7% N and 28.9% P_2O_5 in a fixed ratio of 6-2-10. The four struvite samples examined here contain 9.9-18% MgO, 2.0-5.5% N and 17.1-30% P_2O_5 on a dry matter basis. The levels of pure magnesium ammonium phosphate in the struvite samples calculated from this ratio are between 35% and 97%. It is recommended to control the production of struvite towards purity of the end product.

In addition, other partly-identified as well as non-identified organic micro-pollutants (that are not included in the fertiliser legislation) were found in all raw samples. The risks associated with these micro-pollutants cannot be estimated due to a lack of testing standards.

Pathogens were also encountered in all raw samples. The encountered quantities of SSRC (Spores of Sulphite-Reducing Clostridia), an indicator for protozoa, bacterial spores and worm eggs can cause infections (intestinal disorders, diarrhoea) in the event of exposure (ingestion). These types of pathogens can produce forms of survival, such as spores, cysts or eggs, that can survive several years. The quantities encountered in the raw, non-cleaned samples generally correspond with the quantities of Cryptosporidium (of which SSRC is an indicator) that also occur in animal manure (calf manure) that is used for agricultural land application.

CLEANED SAMPLES

In order to investigate the extent to which non-identified pollutants and pathogens are found in the struvite crystal, or in the heterogeneities, a second round of analyses was carried out on three of the samples from the wastewater treatment works, this time on cleaned samples (processed by an upflow reactor using drinking water and handpicking of the crystals).

There were far fewer 'other' organic micro-pollutants in these cleaned samples and the concentrations were significantly lower (mainly < 1 mg/kg dm (40 °C)). The concentrations are lower than the maximum concentrations for common organic micro-pollutants for which testing standards are given in the fertiliser legislation. Analysis for other organic micro-pollutants is not necessary according to the fertiliser legislation.

The quantities of SSRC in the cleaned samples are much lower than in the raw struvite samples, however, they are on a level that in the event of direct exposure through ingestion they can still cause infections.

On the basis of the limited number of analyses that have been performed it is concluded that a large proportion of the 'other' organic micro-pollutants and the SSRC are found in the heterogeneities that are present.

The quantities of SSRC in the cleaned samples are also lower than the quantities of *Cryptosporidium* that are encountered in animal manure. Animal manure is generally used for agricultural land application without treatment. No standards for pathogens have been specified for using manure. Risks depend on the exposure to (ingestion of) the pathogens. When manure is used under normal hygienic operating instructions there will be no ingestion and the risks are therefore regarded as being acceptable. If the same operating instructions are taken into account when using struvite this will also result in acceptable risks.

CONCLUSION REGARDING COMPOSITION

Both the raw and the cleaned struvite samples comply with fertiliser legislations as regards heavy metals and organic micro-pollutants concentrations.

SSRC (indicator for protozoa amongst other things) was encountered in the raw and cleaned samples at levels which, in the event of 1g of ingestion, can cause infections (intestinal disorders, diarrhoea). The levels are in accordance with (raw samples) or lower than (cleaned samples) the levels of *Cryptosporidium* (for which SSRC is an indicator) in calf manure.

TREATMENT OPTIONS

If there is no exposure to struvite then there are no risks.

A number of strategies is possible in order to reduce the risks arising from the presence of human pathogens:

- The specification of a testing standard for these indicators in struvite.
- Limiting exposure when using struvite by applying time limits or restricting crops on which it can be used or via operating instructions.
- Regulating a treatment step to clean the struvite.

The legislator has decided to reduce the risks arising from the presence of human pathogens in recycled phosphates by specifying a treatment stage for recycled phosphates produced from wastewater treatment sludge. This treatment step is intended to kill/remove the majority of the human pathogens present in the struvite. However, no standard has been specified for quantities or concentrations that are regarded as being acceptable and it has not therefore been established yet whether a treatment step is in fact necessary. After all, the concentrations generally correspond with those in animal manure, for which no treatment step is mandatory. Animal manure may be used as a fertiliser without any treatment step.

The quantities of SSRC encountered in the cleaned samples are much lower than the quantities that are encountered in the sewage sludge feed material and in the raw, non-cleaned struvite samples. Cleaning the struvite, in other words removing the heterogeneities for example with an upflow reactor, therefore ensures a certain reduction in pathogens.

Various procedures are also conceivable for the potential mandatory treatment of struvite. The struvite can be heated, for example at 70 °C for 60 minutes, which is the same as the sanitation of animal manure. However, this is problematic because at temperatures above 40 to 50°C ammonium and crystallisation water escape from struvite. This means the disintegration of struvite. Another possibility is to treat the medium from which struvite is produced, for example by using thermophilic fermentation or thermal pressure hydrolysis; as a result of

this the pathogens will be substantially removed and unable to re-enter the struvite product in a downstream struvite reactor. A pasteurisation stage for the anaerobic digested sludge or the dewatering liquors is another possibility.

Recommendations

It is recommended that the purity of the produced struvite is monitored so that the definition of recycled phosphate fertiliser, mainly consisting of magnesium ammonium phosphate, is achieved.

It is recommended that struvites with heterogeneities that are produced at wastewater treatment works for use as a fertiliser are cleaned (for example with an upflow reactor, in other words the separation of crystals and impurities) in order to remove unwanted heterogeneities. This cleaning/purification step services a double purpose (ability to use / spread and quality).

If it is decided on the basis of the results of this study that a sanitation step other than cleaning is necessary for struvite it is recommended that more samples from each location, taken over a time series, are analysed. Insufficient samples have currently been analysed for the purpose of developing relevant policy.

Determining the dry matter contents should be undertaken at a maximum of 40 °C in order to prevent disintegration of struvite. There is no protocol for drying at this temperature. It is recommended that a protocol will be prepared for this, whereby the dry matter content for example is determined after a minimum of three assessments at the same weight.

On the basis of Mg, N and P analyses it is concluded that the samples consist of 35% to 97% pure struvite. It is recommended to control the production of struvite towards purity of the end product.

DE STOWA IN BRIEF

The Foundation for Applied Water Research (in short, STOWA) is a research platform for Dutch water controllers. STOWA participants are all ground and surface water managers in rural and urban areas, managers of domestic wastewater treatment installations and dam inspectors.

The water controllers avail themselves of STOWA's facilities for the realisation of all kinds of applied technological, scientific, administrative legal and social scientific research activities that may be of communal importance. Research programmes are developed based on requirement reports generated by the institute's participants. Research suggestions proposed by third parties such as knowledge institutes and consultants, are more than welcome. After having received such suggestions STOWA then consults its participants in order to verify the need for such proposed research.

STOWA does not conduct any research itself, instead it commissions specialised bodies to do the required research. All the studies are supervised by supervisory boards composed of staff from the various participating organisations and, where necessary, experts are brought in.

The money required for research, development, information and other services is raised by the various participating parties. At the moment, this amounts to an annual budget of some 6,5 million euro.

For telephone contact number is: +31 (0)33 - 460 32 00.

The postal address is: STOWA, P.O. Box 2180, 3800 CD Amersfoort.

E-mail: stowa@stowa.nl.

Website: www.stowa.nl.

VERKENNING VAN DE KWALITEIT VAN STRUVIET UIT DE COMMUNALE AFVALWATERKETEN

INHOUD

	TEN GELEIDE	
	SAMENVATTING	
	STOWA IN 'T KORT	
	SUMMARY	
	STOWA IN BRIEF	
1	INLEIDING	1
1.1	Aanleiding	1
1.2	Doelstelling project	1
1.3	Fasering project	2
1.4	Definities fosfor	2
1.5	Leeswijzer	3
2	STRUVIET IN DE AFVALWATERKETEN EN HERKOMST MONSTERS	4
2.1	Struvietvorming in de communale afvalwaterketen	4
2.1.1	Stromen waaruit struviet wordt gewonnen	4
2.1.2	Voorbeelden struvietterugwinning op de rwzi	4
2.2	Herkomst monsters	5
3	WET- EN REGELGEVING ROND STRUVIET	6
3.1	Huidige stand van zaken wet- en regelgeving met betrekking tot struviet	6
3.1.1	Categorie herwonnen fosfaten	7
3.1.2	Eisen mestwetgeving pathogenen	8
3.2	REACH	9
3.2.1	Wat is REACH	9
3.2.2	Verplichtingen door REACH	9
3.2.3	Categorieën stoffen onder REACH	10
3.2.4	REACH en struviet	10

4	SELECTIE ANALYSES EN LABORATORIA	11
4.1	Algemeen	11
4.2	Waardegevende bestanddelen en verontreinigingen conform meststoffenwet	11
4.2.1	Inleiding	11
4.2.2	Landbouwkundige waarde	12
4.2.3	Zware metalen en arseen	13
4.2.4	Organische microverontreinigingen	14
4.2.5	Voorgeschreven bepalingsmethoden in de Uitvoeringsregeling Meststoffenwet (URM)	16
4.2.6	Alternatieve bepalingsmethoden	16
4.2.7	Aanvullende bepalingen landbouwkundige waarde	17
4.2.8	Laboratorium	18
4.3	Overige organische microverontreinigingen	18
4.3.1	Inleiding	18
4.3.2	Analysemethode en selectie laboratorium	19
4.4	Pathogenen	19
4.4.1	Humaan pathogenen (algemeen)	19
4.4.2	Afsterving en overleving van humaan pathogenen	20
4.4.3	Humaan pathogenen in afvalwater en zuiveringsslib	20
4.4.4	Humaan pathogenen in struviet	21
4.4.5	Hoe bepaalt men de microbiologische kwaliteit van struviet?	22
4.4.6	Analyseadvies en laboratorium	23
4.5	Pathogenen in mest (literatuurstudie)	24
4.5.1	Introductie	24
4.5.2	Pathogenen in mest	24
5	MONSTERNAME EN ANALYSEPAKKETTEN	26
5.1	Beschrijving rwzi's en struviet installaties	26
5.1.1	Inleiding	26
5.1.2	Rwzi Echten	26
5.1.3	Rwzi Amsterdam West	27
5.1.4	Rwzi Leuven	28
5.1.5	Rwzi Land van Cuijk	29
5.2	Analysepakketten	30
5.2.1	Pakketten	30
5.2.2	Analyses conform meststoffenwetgeving	31
5.2.3	Overige organische microverontreinigingen	31
5.2.4	Pathogenen	32
6	ANALYSERESULTATEN	34
6.1	Inleiding	34
6.2	Waardegevende bestanddelen conform meststoffenwet	34
6.2.1	Visuele beoordeling	34
6.2.2	Analyseresultaten waardegevende bestanddelen	34
6.2.3	Uitkomsten toetsing waardegevende bestanddelen conform mestwetgeving	35
6.2.4	Conclusies toetsing waardegevende bestanddelen aan de mestwetgeving	36
6.3	Droge stofgehalten	37
6.3.1	Analyseresultaten zonder voorzuivering	37
6.4	Verontreinigingen conform meststoffenwetgeving (zware metalen en organische microverontreinigingen)	37
6.4.1	Analyseresultaten zonder voorzuivering	37
6.4.2	Uitkomsten toetsing verontreinigingen conform mestwetgeving en analyses	39
6.4.3	Conclusie verontreinigingen conform meststoffenwet	40

6.5	Overige organische microverontreinigingen	40
6.5.1	Eisen mestwetgeving	40
6.5.2	Analyseresultaten zonder voorzuivering	40
6.5.3	Analyseresultaten met voorzuivering	42
6.5.4	Uitkomsten analyses overige organische microverontreinigingen gerelateerd aan normen meststoffenwetgeving	43
6.5.5	Conclusie overige organische microverontreinigingen	44
6.6	Pathogenen	44
6.6.1	Analyseresultaten analyses pathogenen	44
6.6.2	Bespreking analyseresultaten pathogenen	45
6.6.3	Samenvatting resultaten pathogenen	48
6.6.4	Behandelen van struviet	49
6.6.5	Conclusie pathogenen	51
7	CONCLUSIES EN AANBEVELINGEN	53
7.1	Inleiding en doel onderzoek	53
7.2	Analyses van struvietmonsters	53
7.2.1	Monsters en analysepakket	54
7.2.2	Analyses conform meststoffenwetgeving	54
7.2.3	Overige organische microverontreinigingen	54
7.2.4	Pathogenen	55
7.3	Algehele conclusie	56
7.4	Aanbevelingen	57
7.4.1	Aanbevelingen wat betreft samenstelling	57
7.4.2	Aanbevelingen wat betreft pathogenen	57
Bijlage 1	Analyseresultaten landbouwkundige waarden (LUFA Nord-West)	59
Bijlage 2	Analyseresultaten pathogenen (KWR)	74
Bijlage 3	Brede screening organische microverontreinigingen, methode	96
Bijlage 4	Non-target brede screening van struviet	100
Bijlage 5	Werkwijze KWR bij voorzuivering monsters	102
Bijlage 6	Wet- en regelgeving Nederland	110
Bijlage 7	Eigenschappen van pathogenen	119

1

INLEIDING

1.1 AANLEIDING

Het nuttig toepassen van fosforhoudende producten uit de communale afvalwaterketen past in de 'grondstoffendoelstellingen' van de waterschappen. Struviet ($\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) is een dergelijk product uit de afvalwaterketen. Een mogelijke toepassing van struviet is het gebruik als fosfaathoudende meststof. Het gebruik van struviet uit rioolwaterzuiveringsinstallaties als meststof is sinds 27 februari 2015 onder voorwaarden toegelaten.

Om toegepast te kunnen worden als meststof dient struviet en daarmee vergelijkbare herwonnen fosfaten wel aan een aantal kwaliteitsvoorwaarden te voldoen. Een aantal kwaliteitseisen zijn vereist in de meststoffenregelgeving.

Meststoffen afkomstig uit rioolwater kunnen een negatieve uitstraling krijgen. Een goede kwaliteitswaardering en garantie kan dit voorkomen. De marktwaarde en de toepassingsmogelijkheden van struviet als product nemen toe als de producteigenschappen bekend zijn. Voor uitvoering als meststof is tevens een overzicht van relevante verontreinigingen en pathogenen gewenst. Deze producteigenschappen zijn tot nu toe onvoldoende bekend en ook is onvoldoende vastgesteld welke analyses noodzakelijk zijn om de kwaliteit te kunnen bepalen.

Door STOWA is, in overleg met de fosfaatwerkgroep van de waterschappen, aan een consortium van Grontmij, NMI en H2OKé gevraagd een onderzoek uit te voeren naar het analyseren van momenteel geproduceerde struviet afkomstig uit de communale afvalwaterketen teneinde deze struviet toe te kunnen passen als meststof. Dit project is een vervolg op het project 'Fosforhoudende producten uit de communale afvalwaterketen' (STOWA 2013-32). De verantwoordelijkheid van het NMI ligt met name bij weergave van de wettelijke kaders (Hoofdstuk 3) en de toetsing van de struvietmonsters aan de vereisten vanuit de meststoffenwetgeving (paragrafen 4.1-4.2 en 6.2-6.4). De inbreng van Grontmij lag bij de procesbeschrijvingen, de analyse en evaluatie van de overige microverontreinigingen en de expertise van H2OKé betrof de pathogenen. De projectleiding en de samenbundeling van de conclusies berustte bij Grontmij.

1.2 DOELSTELLING PROJECT

Het doel van het project is zodanig informatie te verzamelen over de samenstelling van struviet (waardegevende bestanddelen, verontreinigingen en pathogenen) afkomstig van verschillende processen in de communale afvalwaterketen dat beoordeeld kan worden in hoeverre struviet toegepast kan worden als meststof in de landbouw. Daarbij wordt een onderscheid gemaakt tussen de vereisten vanuit de meststoffenwetgeving en aanvullende vereisten vanuit de markt en maatschappelijke verantwoording.

1.3 FASERING PROJECT

Het project is gefaseerd uitgevoerd in drie fasen.

FASE 1. VOORFASE

Deze fase betrof een bureaustudie. In deze fase is een overzicht gegeven van te meten waardevende bestanddelen, van mogelijke verontreinigingen en van mogelijke concentraties verontreinigingen uitgaande van de verschillende productieprocessen van struviet in de afvalwaterketen. Tevens zijn laboratoria geïnventariseerd waar de gewenste analyses konden worden uitgevoerd.

FASE 2. ANALYSE MONSTERS

In deze fase zijn struvietmonsters afkomstig van drie rwzi's (Echten, Amsterdam West en Leuven) geanalyseerd op hun landbouwkundige waarden, TOC (total organic carbon), P-totaal, zware metalen, organische microverontreinigingen en pathogenen. Sommige organische componenten en pathogenen bleken in verhoogde gehalten aanwezig te zijn in enkele monsters. De geanalyseerde monsters bevatten veelal heterogeniteiten zoals zaden en strootjes. Het was daarom niet duidelijk of de verontreinigingen zich in de struviet of in de heterogeniteiten bevonden. In fase 3 is nader bepaald in hoeverre struviet ontdaan van deze heterogeniteiten verontreinigd is.

FASE 3. AANVULLENDE ANALYSE RONDE

In deze fase zijn monsters van de drie rwzi's ontdaan van hun heterogeniteiten en zijn geanalyseerd op P-totaal, organische microverontreinigingen en pathogenen.

In Fase 3 is een vierde rwzi betrokken bij het project, namelijk rwzi Land van Cuijk. Monsters van de rwzi Land van Cuijk zijn geanalyseerd op hetzelfde pakket als de struvietmonsters van de andere drie rwzi's in fase 2.

Onderhavige rapportage is het eindrapport van alle drie fasen.

1.4 DEFINITIES FOSFOR

De benaming van fosfor en de verschillende fosforhoudende verbindingen worden vaak door elkaar gebruikt. In deze rapportage worden de volgende benamingen gehanteerd.

P	Fosfor
PO ₄	Fosfaat
P ₂ O ₅	Fosforpentoxide. In meststoffen wordt het gehalte fosfor standaard uitgedrukt als fosforpentoxide, P ₂ O ₅ . In de meststoffenwet en in het taalgebruik binnen de agrarische sector wordt dit echter benoemd als fosfaat!
MgNH ₄ PO ₄ ·6H ₂ O	Struviet, kristalvorm met fosfaat en ammonium (NH ₄). Struviet kan zowel met ammonium (NH ₄) als met kalium (K) gevormd worden (ammoniumstruviet of kaliumstruviet). Bij communale waterzuiveringen wordt voornamelijk ammoniumstruviet gevormd na toevoeging van magnesium. Deze vorming van struviet is een neerslagreactie uit een oplossing waarin ammonium, fosfaat en magnesium aanwezig zijn.
MAP	De afkorting MAP kan duiden op twee verschillende verbindingen: 1. Magnesium-Ammonium-Fosfaat (MgNH₄PO₄·6H₂O) ofwel struviet 2. Mono-Ammonium-Fosfaat (NH₄H₂PO₄), een gangbare NP meststof. De afkorting MAP kan daarmee tot verwarring leiden.

1.5 LEESWIJZER

In hoofdstuk 2 wordt kort beschreven volgens welke methoden struviet uit de afvalwaterketen geproduceerd wordt en wordt benoemd van welke rioolwaterzuiveringsinstallaties (rwzi's) de struvietmonsters zijn genomen. Hoofdstuk 3 beschrijft de wet- en regelgeving voor de toepassing van struviet als meststof in Nederland. In hoofdstuk 4 wordt de selectie van analyseparameters en laboratoria toegelicht. Hoofdstuk 5 geeft de monsternamelocaties en analysepakketten weer. In hoofdstuk 6 worden de analyseresultaten beschreven. En in het laatste hoofdstuk worden conclusies getrokken en aanbevelingen gegeven.

In de bijlagen zijn de analyserapporten van de verschillende laboratoria opgenomen.

2

STRUVIET IN DE AFVALWATERKETEN EN HERKOMST MONSTERS

2.1 STRUVIETVORMING IN DE COMMUNALE AFVALWATERKETEN

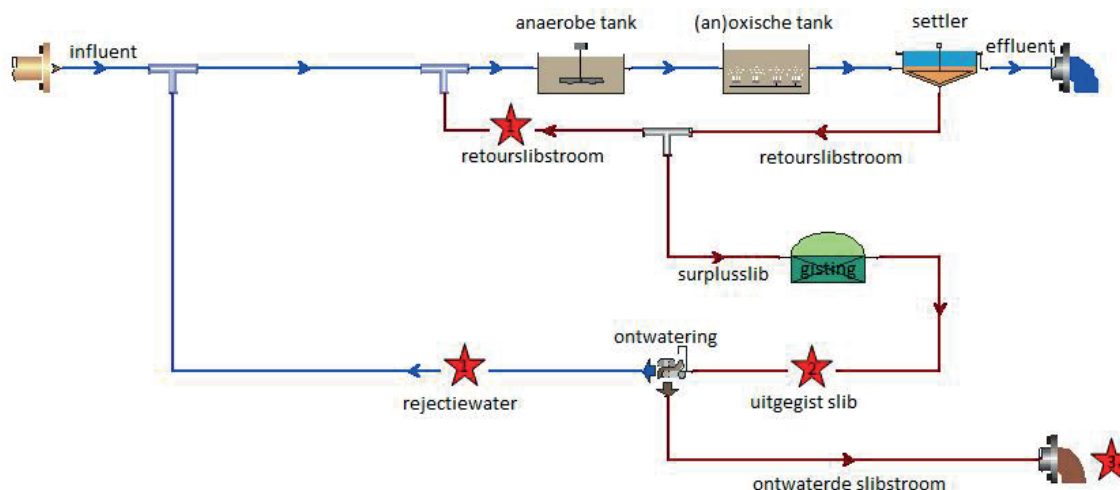
2.1.1 STROMEN WAARUIT STRUVIET WORDT GEWONNEN

Vanuit de rwzi

Fosfaat kan centraal op de rioolwaterzuiveringsinstallatie (rwzi) op verschillende plaatsen worden teruggewonnen, namelijk uit rejectiewater of uit stripperwater uit de retourslibstroom (beide gecodeerd 1 in Figuur 2.1) of uit uitgegist zuiveringsslib (2) (zie voor de plaats in het proces Figuur 2.1).

Een derde mogelijkheid is om uit verbrandingsas van zuiveringsslib fosfaat terug te winnen; dit gebeurt echter niet op de zuivering zelf en wordt hier niet verder beschreven.

FIGUUR 2.1 MOGELIJKHEDEN VAN STRUVIETVORMING UIT DE COMMUNALE AFVALWATERKETEN TER PLAATSE VAN EEN RWZI: VEREENVOUDIGD OVERZICHT VAN EEN RWZI (STOWA 2011-24). DE STERREN NUMMER 1 TOT EN MET 3 GEVEN DE PLAATSEN AAN WAAR STRUVIET GEWONNEN KAN WORDEN. MEESTAL IS IN DE SURPLUSLIBSTROOM VOORAFGAAND AAN DE GISTING NOG EEN INDIKSTAP OPGENOMEN.



Vanuit ingezamelde urine

Daarnaast kan struviet uit de communale afvalwaterketen worden gewonnen uit decentraal ingezamelde urine. Deze optie wordt in deze studie verder niet meegenomen.

2.1.2 VOORBEELDEN STRUVIETTERUGWINNING OP DE RWZI

Kristallisatieproces op de rwzi

Struviet ontstaat door een kristallisatieproces vanuit een waterige oplossing. Kristallisatie vindt plaats zodra een overschot aan ammonium, fosfaat en magnesium aanwezig is in de oplossing. Daarnaast is voor de vorming van struviet de pH nog van groot belang en tevens dient er voldoende menging van de componenten in de oplossing plaats te vinden. Aan deze

voorwaarden wordt vaak voldaan na het gistingproces. De kristallisatie van struviet kan ook ongewenst plaatsvinden in leidingen. Men spreekt dan van scaling. Alle hieronder beschreven technologieën zijn gebaseerd op hetzelfde kristallisatieproces.

Uit rejectiewater of stripperwater uit retourslibstroom

Terugwinning door kristallisatie uit rejectiewater of stripperwater uit retourslibstroom (ster 1) kan plaatsvinden met verschillende technische installaties. Voorbeelden van verschillende bedrijven die technieken leveren: Phospaq, NuReSys, Pearl, Anphos en Crystallactor. Bij de rwzi Olburgen is de techniek van Phospaq in werking. Bij de rwzi Land van Cuijk is de techniek van NuReSys in 2015 opgestart en bij de rwzi's Apeldoorn (NuReSys), Amersfoort (Pearl) en Tilburg (Phospaq) worden de technieken van de verschillende leveranciers op korte termijn gebouwd/opgestart.

Uit uitgegist zuiveringsslib

Voorbeelden van terugwinning door kristallisatie uit uitgegist zuiveringsslib (ster 2) zijn het proces van Airprex en NuReSys.

Bij de rwzi's Echten en Amsterdam West is de techniek van Airprex in de sliblijn geïmplementeerd. Bij de rwzi Leuven is een NuReSys installatie in de sliblijn in werking.

In Tabel 2.1 is een overzicht gegeven van de thans beschikbare struviet afkomstig uit de communale afvalwaterketen.

TABEL 2.1 OVERZICHT GEREALISEERDE P-TERUGWINNINGSINITIATIEVEN IN NEDERLAND (SAMENGEVAT OP BASIS STOWA 2013-32 EN GEACTUALISEERD OP BASIS VAN EXPERT KNOWLEDGE)

Eigenaar/locatie	Technologie	Input	Output	Hoeveelheid ton struviet/jaar	Hoeveelheid ton P/jaar	Realisatie
Olburgen (Rijn en IJssel)	Phospaq	Rejectiewater aangevuld met afvalwater AVIKO	Struviet (slurry) (thans droge korrel)	480	60	Gerealiseerd in 2006
Saniphos (GMB Bioenergy BV Zutphen)	Saniphos installatie	Ingezamelde urine	Fijne korrels	5 (huidige voorraad 20 ton)	0,7	Gerealiseerd 2010
Amsterdam West (Waternet)	Airprex	Uitgegist surplusslib	Struviet (slurry)/ op termijn fosvaatje (korrel)	950	120	Gerealiseerd 2013
Echten (Reest en Wieden)	Airprex	Uitgegist surplusslib	Struviet (slurry)	200	29	Gerealiseerd 2013
Land van Cuijk (Aa en Maas)	NuReSys (Anphos als pilot)	Rejectiewater	Struviet (kristallen)	135	15	Gerealiseerd in 2015 (pilot in 2011)
Amersfoort (Vallei en Veluwe)	Pearl	Rejectiewater	Struviet (korrels)	909	115	Gerealiseerd 2015
Apeldoorn (Vallei en Veluwe)	NuReSys	Rejectiewater	Struviet (korrels)	948	120	Gerealiseerd 2015

2.2 HERKOMST MONSTERS

Er zijn in dit project struvietmonsters van vier locaties geanalyseerd, namelijk:

- rwzi Echten, Waterschap Reest en Wieden (AIRPREX, uit uitgegist zuiveringsslib, locatie ster 2);
- rwzi Amsterdam West, Waternet (AIRPREX, uit uitgegist zuiveringsslib, locatie ster 2);
- rwzi Leuven, Aquafin (NURESYS, uit uitgegist zuiveringsslib, locatie ster 2);
- rwzi Land van Cuijk (NURESYS, uit rejectiewater, locatie ster 1).

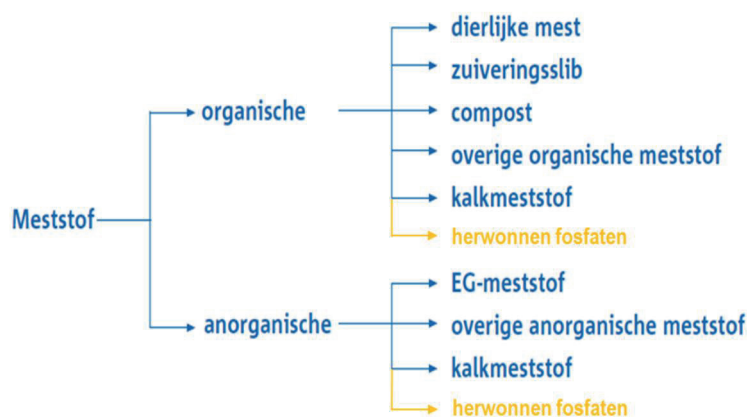
3

WET- EN REGELGEVING ROND STRUVIET

3.1 HUIDIGE STAND VAN ZAKEN WET- EN REGELGEVING MET BETREKKING TOT STRUVIET

Om in Nederland te kunnen worden verhandeld en toegepast als meststof dient struviet te voldoen aan de eisen vanuit de meststoffenwet en aanpalende regelgeving. De meststoffenwet maakt onderscheid tussen verschillende categorieën meststoffen, hieronder weergegeven in Figuur 3.1.

FIGUUR 3.1 SCHEMATISCHE WEERGAVE VAN INDELING VAN MESTSTOFFEN IN CATEGORIEËN IN DE NEDERLANDSE MESTSTOFFENWETGEVING



Struviet kan in dit schema onder verschillende categorieën vallen.

- *Dierlijke mest*: volgens de EG Nitraatrichtlijn zijn alle producten die geproduceerd worden uit dierlijke mest onherroepelijk dierlijke mest. Struviet uit dierlijke mest valt dus onder de categorie dierlijke mest.
- *EG meststof*: Producten die voldoen aan de definities en criteria vanuit de EG verordening 2003/2003 inzake meststoffen vallen onder de categorie EG meststoffen. Struviet dat geheel vrij is van organische stof en minimaal 18% $N+P_2O_5$, bevat, met afzonderlijk minimaal 3% N en 5% P_2O_5 , voldoet aan de vereisten van EG meststoftype B2.1, en valt daarmee onder de categorie EG meststoffen.
- *Herwonnen fosfaten*: struviet dat voldoet aan de vereisten zoals gesteld in de meststoffenwet aan herwonnen fosfaten valt onder de categorie herwonnen fosfaten.
- *Afvalstof*: Struviet dat aan geen van deze categorieën voldoet behoudt de status afval.

De categorie 'herwonnen fosfaten' is sinds 27 februari 2015 opgenomen in de meststoffenwetgeving (wijziging UBM, gepubliceerd in Staatsblad 543, 15 december 2014, zie Bijlage 6). Bij de invoering van de categorie herwonnen fosfaten zijn de aanbevelingen opgevolgd uit het verkennend onderzoek door een werkgroep van de Commissie Deskundigen Meststoffenwet (Ehlert et al. 2013) waarin is verkend op welke wijze struviet als categorie meststof in het UBM kan worden opgenomen.

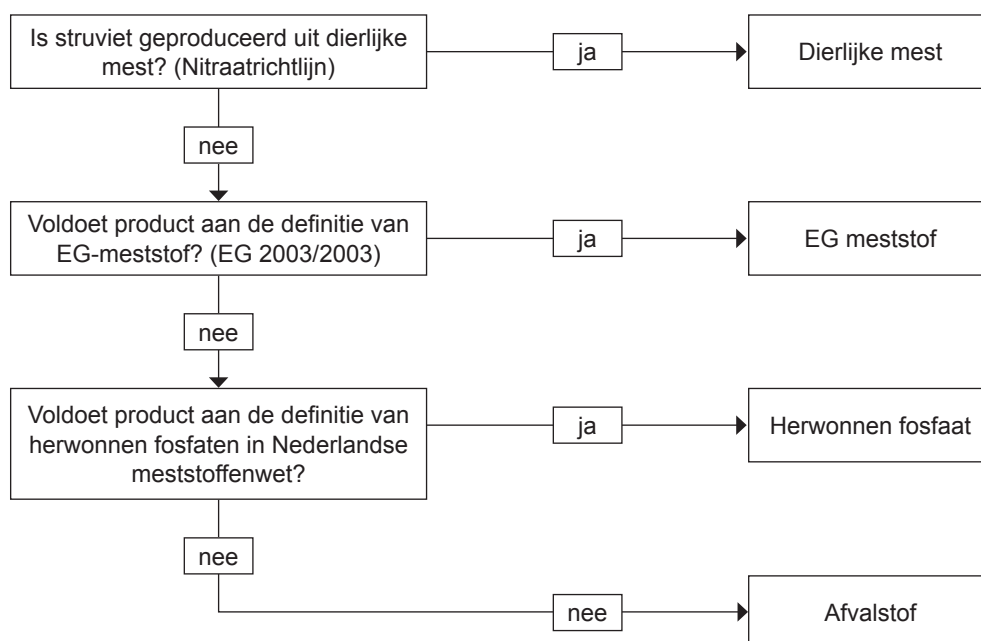
Indien het struviet geen organische stof bevat valt het onder de anorganische meststoffen. Als struviet wel organische stof bevat valt het onder de organische meststoffen. In dat geval moet er naast milieucriteria voor zware metalen en arseen ook voldaan worden aan de milieukundige criteria voor organische microverontreinigingen.

Alleen struviet dat binnen één van de categorieën in de Meststoffenwet valt, mag als meststof of als grondstof voor een meststof worden verhandeld of gebruikt. Struvieten met de status afvalstof mogen in Nederland niet als meststof of grondstof voor de productie van meststoffen worden gebruikt.

Bij het vaststellen van de status van struviet is het volgende beslisschema van toepassing (Figuur 3.2).

FIGUUR 3.2

SCHEMATISCHE WEERGAVE VAN DE OPEENVOLGENDE VEREISTEN VANUIT DE MESTSTOFFENWETGEVING WAARUIT DE STATUS VAN STRUVIET AFGELEID KAN WORDEN



Het struviet dat bij de (Nederlandse) rwzi's wordt gewonnen bevat in het algemeen organische stof en valt daarmee buiten de werkingssfeer van de EG verordening 2003/2003, en moet daardoor voldoen aan de eisen die de Nederlandse meststoffenwetgeving aan de categorie herwonnen fosfaten stelt. Een uitzondering is het struviet dat door Ostara wordt gewonnen, Crystal Green, dat wel voldoet aan de criteria van EG-meststof type NP-meststof B.2.1, met 5% N, 28% P_2O_5 , en 0% organische stof.

3.1.1 CATEGORIE HERWONNEN FOSFATEN

Uitgangspunt voor het opstellen van een analysepakket voor struviet zijn de eisen die in het UitvoeringsBesluit Meststoffenwet (UBM) en de UitvoeringsRegeling Meststoffenwet (URM) gesteld worden aan struviet.

De omschrijving, voorwaarden en criteria aan de herwonnen fosfaten zijn hieronder gegeven.

De definitie van de producten in de categorie 'herwonnen fosfaten' is beschreven in het UBM:

- (UBM, artikel 1 eerste lid, onderdeel aa):
 - 1 struviet, hoofdzakelijk bestaand uit magnesiumammoniumfosfaat, dat is vrijgekomen bij de zuivering van industrieel proceswater of huishoudelijk, stedelijk of industrieel afvalwater dan wel ander afvalwater door precipitatie met opgelost magnesium, ammonium of kalium;
 - 2 magnesiumfosfaat, dat is vrijgekomen bij pasteurisatie of bij het drogen van struviet, of kalium;
 - 3 dicalciumfosfaat, hoofdzakelijk bestaand uit dicalciumfosfaat, dat is vrijgekomen bij de zuivering van huishoudelijk, stedelijk of industrieel afvalwater dan wel ander afvalwater door precipitatie met opgelost calcium.

De herwonnen fosfaten dienen te voldoen aan de milieukundige eisen voor meststoffen.

- De maximaal toelaatbare gehalten aan zware metalen en arseen voor herwonnen fosfaten zijn gelijk aan die voor overige (an)organische meststoffen (UBM artikel 17a, eerste lid): '17a.1. Herwonnen fosfaten overschrijden niet de in bijlage II, in tabel 1, opgenomen maximale waarden voor zware metalen, uitgedrukt in milligrammen per kilogram van het desbetreffende waardegevend bestanddeel.
- De maximaal toelaatbare gehalten aan organische microverontreinigingen zijn gelijk aan die voor de overige organische meststoffen (UBM artikel 17a, tweede lid): '17a. 2. Herwonnen fosfaten overschrijden niet de in bijlage II, in tabel 4, opgenomen maximale waarden voor organische microverontreinigingen, uitgedrukt in milligrammen per kilogram van het desbetreffende waardegevend bestanddeel.

3.1.2 EISEN MESTWETGEVING PATHOGENEN

In de meststoffenwetgeving zijn geen normen opgenomen voor pathogenen. In artikel UBM 17a, derde lid, is wel het volgende opgenomen (zie ook paragraaf 3.1).

- Bij ministeriële regeling kan worden bepaald dat herwonnen fosfaten uit rioolzuiveringsslib behandeld worden volgens een procedé dat tot gevolg heeft dat het grootste deel van de in het rioolzuiveringsslib aanwezige pathogene organismen afsterft, met het oog op het minimaliseren van de risico's voor de volksgezondheid en het milieu.

Deze behandeling is vervolgens bepaald door het voorschrijven van een behandelingsstap (Artikel 6a van URM luidt).

- Herwonnen fosfaten uit rioolzuiveringsslib worden behandeld langs biologische, chemische of thermische weg, door langdurige opslag of volgens enig ander geschikt procedé, dat tot gevolg heeft dat het grootste deel van de in het zuiveringsslib aanwezige pathogene organismen afsterft.

Deze verplichte behandelingsstap is uit voorzorg opgenomen en kan mogelijk ook weer komen te vervallen. Een besluit over een eventuele aanpassing van artikel 6a URM zal mede genomen worden op basis van de uitkomsten het hier voorliggende onderzoek.

In de toelichting bij de invoering van de wijziging van het UBM (wijziging UBM, gepubliceerd in Staatsblad 543, 15 december 2014, zie Bijlage 6) wordt dit nader omschreven.

- 'Onder punt 2 Herwonnen fosfaten; 2.3. Onderzoek CDM: Door de herkomst van het afvalwater kunnen pathogenen aanwezig zijn. Door anaerobe waterzuiveringsprocessen

worden veel pathogenen voor mens, dier en gewas afgedood, maar niet alle. Bij struvietprecipitatie wordt een hoge pH ingesteld, die ook tot afdoding van veel micro-organismen leidt, maar niet van alle. Met name bij obligaat pathogene bacteriën en bij parasitaire nematoden wordt het proces van struvietprecipitatie voorlopig als onvoldoende afdodend beschouwd. Herwonnen fosfaten uit rioolzuiveringsslib kunnen daardoor voorlopig niet als algemeen risicovrij worden aangemerkt. Daarom wordt in artikel 17a, derde lid, voorzien in een delegatiebepaling die het mogelijk maakt bij ministeriële regeling een procedé voor te schrijven dat ervoor zorgt dat het grootste deel van de in het rioolzuiveringsslib aanwezige pathogene organismen afsterft. Op dit moment wordt onderzoek⁴ gedaan naar de noodzaak van het voorschrijven van zo'n procedé. Struvieten die bij verwerking van uitsluitend plantaardige reststromen vrijkomen, zullen dit risico op voor de mens pathogene micro-organismen niet hebben. De plantpathogene micro-organismen worden veelal afgedood, hoewel hierop uitzonderingen zijn.

- Onder punt 8 Uniforme openbare voorbereidingsprocedure: Verder wordt door verschillende partijen gevraagd hoe om te gaan met verontreinigingen in struviet gewonnen uit rioolzuiveringsslib. Er wordt door de Stichting Toegepast Onderzoek Waterbeheer (STOWA) nog onderzoek uitgevoerd⁵ over de verontreinigingen in struviet uit deze grondstofstroom. Op basis hiervan zal bezien worden of een extra borging, uitgewerkt in de URM, noodzakelijk is.'

Er zijn dus geen harde normen of eisen in de wet opgenomen voor pathogenen. Wel worden zorgen geuit. Hieraan is tegemoet gekomen door een behandelingsstap voor te schrijven bij struviet geproduceerd uit rioolzuiveringsslib. De verplichte behandelingsstap is vastgelegd via de aanpassing van de URM (Staatscourant 36600, 17 december 2014), zie Bijlage 6.

Met het opnemen van een behandelingsstap voor struviet uit rioolzuiveringsslib gaat de wetgever verder dan de ons omringende landen (Duitsland, België), waar struviet uit rioolwaterzuivering zonder aanvullende behandeling als meststof verhandeld mag worden.

3.2 REACH

Producenten en importeurs van chemische stoffen moeten alle stoffen registreren die ze produceren of importeren. Deze verplichting komt voort uit de **Verordening (EG)** nummer 1907/2006 inzake registratie, evaluatie en autorisatie van chemische stoffen (REACH).

Van de website www.rijksoverheid.nl/onderwerpen/gevaarlijke-stoffen/vraag-en-antwoord/wat-is-reach.html is hierover de volgende informatie (3.2.1. - 3.2.3) overgenomen:

3.2.1 WAT IS REACH

REACH is een Europese verordening over de productie van en handel in chemische stoffen. Het beschrijft waar bedrijven en overheden zich aan moeten houden. Reach staat voor: Registratie, Evaluatie, Autorisatie en restrictie van Chemische stoffen. Een verordening is een wet die in alle landen van de Europese Unie geldt.

3.2.2 VERPLICHTINGEN DOOR REACH

Producenten en importeurs van chemische stoffen moeten alle stoffen registreren die ze produceren of importeren. Deze plicht geldt alleen voor stoffen waarvan minimaal 1.000 kilo per jaar wordt geproduceerd of geïmporteerd. Uiterlijk in 2018 moeten alle stoffen geregistreerd

⁴ Onderhavig onderzoek

⁵ Onderhavig onderzoek

staan. Bij de registratie moet de producent of importeur onder meer aangeven of de stof schadelijk is. Ook moet hij vermelden hoe een gebruiker er veilig mee kan omgaan.

Deze informatie komt ook in het Veiligheidsinformatieblad. Verkopers van chemische stoffen of mengsels moeten dit Veiligheidsinformatieblad meegeven aan professionele gebruikers.

De verkoper hoeft het Veiligheidsinformatieblad niet mee te geven aan niet-professionele gebruikers. Bijvoorbeeld aan iemand die zijn eigen huis schoonmaakt met een schoonmaakmiddel. Wel kan iedereen informatie over de stoffen in het product opvragen bij de leverancier.

3.2.3 CATEGORIEËN STOFFEN ONDER REACH

Alle chemische stoffen vallen onder REACH, op een paar uitzonderingen na zoals radioactieve stoffen en afvalstoffen. Hiervoor geldt andere wetgeving. Stoffen die zijn verwerkt in preparaten vallen ook onder REACH. Net als stoffen in voorwerpen waarvan het de bedoeling is dat ze er uit komen. Bijvoorbeeld inkt uit een inktpatroon.

3.2.4 REACH EN STRUVIET

Er is onduidelijkheid of de verplichting tot registratie inderdaad van toepassing is op herwonnen fosfaten zoals struviet. Er is namelijk een aantal uitzonderingsregels opgenomen in de REACH verordening waarvan niet duidelijk is hoe deze uitwerken.

Een aantal stoffen is vrijgesteld van registratie (REACH, artikel 2.7).

Artikel 2(7)d luidt: d) stoffen, als zodanig, in mengsels of in voorwerpen, die zijn geregistreerd overeenkomstig titel II en die in de Gemeenschap worden teruggewonnen indien:

- 1 de stof die resulteert uit het terugwinningsproces dezelfde is als de stof die is geregistreerd overeenkomstig titel II; en
- 2 bij de inrichting die de terugwinning verricht, de krachtens de artikelen 31 en 32 vereiste informatie over de overeenkomstig titel II geregistreerde stof beschikbaar is.

Er zijn verschillende interpretaties van de mogelijke toepassing van dit artikel op struviet. Het *European Sustainable Phosphorus Forum ESPP* heeft een formele vraag ingediend bij het *European Chemical Agency ECHA* om hierover opheldering te krijgen. Een antwoord wordt eind 2015 verwacht. Dan is duidelijk of voor struviet uit de waterzuivering een registratie nodig is.

De *Berliner Wasserbetriebe* hebben in 2013 een registratiedossier voor struviet gewonnen uit rioolwaterzuivingslib ingediend. Het struviet van *Berliner Wasserbetriebe* is inmiddels geregistreerd in REACH als magnesium-ammonium-orthofosfaat. Andere bedrijven die struviet produceren kunnen met een 'Letter of Access' bij dit dossier aansluiten. Het struviet van Waternet heeft inmiddels een co-registratie en is daarmee als chemische stof toegelaten binnen de Europese Unie.

Een voorwaarde voor registratie als struviet is dat het product voor minstens 80% uit struviet bestaat (op droge stof basis).

Een struvietproduct met een beduidende hoeveelheid organische stof valt waarschijnlijk onder een andere categorie: *multi-constituent substance*.

4

SELECTIE ANALYSES EN LABORATORIA

4.1 ALGEMEEN

Bij het opstellen van het overzicht van te meten bestanddelen in de struvietmonsters is rekening gehouden met drie onderdelen, namelijk:

- de waardegevende bestanddelen en verontreinigingen conform meststoffenwet;
- de mogelijke overige organische microverontreinigingen;
- pathogenen.

Deze onderdelen worden hierna afzonderlijk behandeld.

4.2 WAARDEGEVENDE BESTANDDELEN EN VERONTREINIGINGEN CONFORM MESTSTOFFENWET

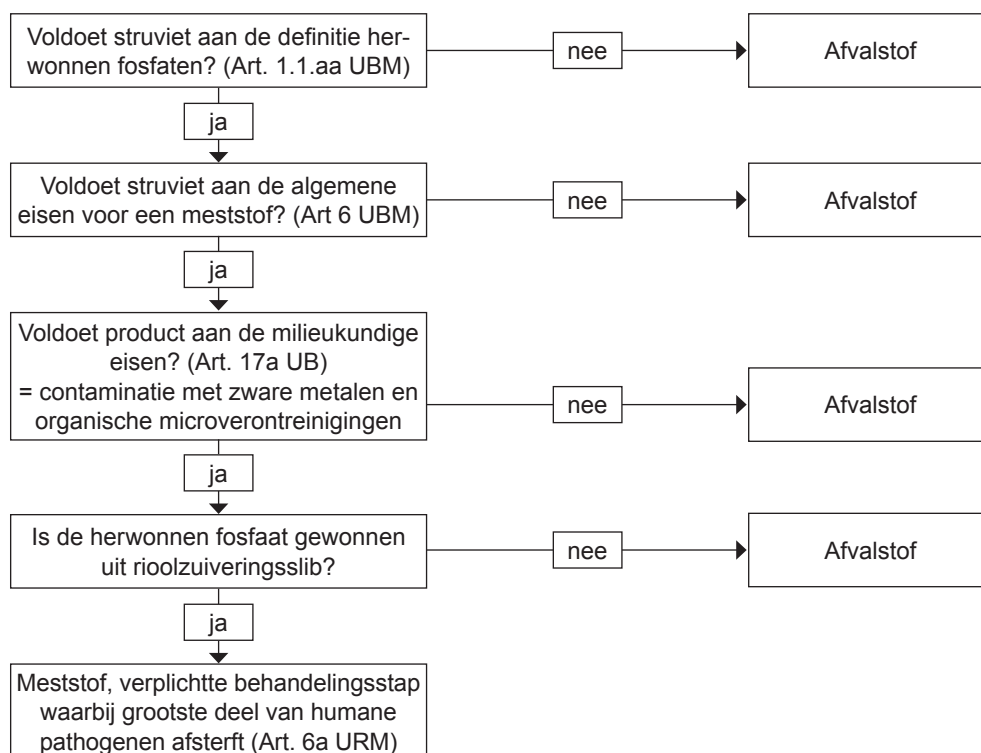
4.2.1 INLEIDING

In de meststoffenwet is een overzicht gegeven van bestanddelen waarvan opgave vereist is. In deze wet en aanpalende regelgeving zijn ten aanzien van een aantal van deze eigenschappen generieke criteria opgesteld. Deze hebben vooral betrekking op de gehalten aan waardegevende bestanddelen en mogelijke verontreinigingen (zware metalen en organische microverontreinigingen, Bijlage II Uitvoeringsbesluit meststoffenwet).

Een overzicht van de vereisten waaraan een struviet moet voldoen om als herwonnen fosfaat erkend te worden is schematisch weergegeven in het stappenplan uit Figuur 4.1.

FIGUUR 4.1

SCHEMATISCHE WEERGAVE VAN DE OPEENVOLGENDE VEREISTEN VANUIT DE MESTSTOFFENWETGEVING OM STRUVIET TE ERKENNEN ALS HERWONNEN FOSFAAT MESTSTOF



Geschikte meetmethoden

Protocolen voor bemonstering en analyse van meststoffen worden gegeven in de Uitvoeringsregeling Meststoffenwet, Bijlage Ac, en in EG verordening 2003/2003 inzake meststoffen, bijlage IV. Struviet heeft echter een aantal bijzondere eigenschappen waardoor een aantal van de voorgeschreven methoden tot onjuiste uitkomsten leiden. Daarom zijn voor de bepalingen van de gehalten aan droge stof en organische stof in dit onderzoek alternatieve representatieve methoden uitgevoerd.

Aanvullend is de beschikbaarheid van P vastgesteld om daarmee de waarde in de praktijk te karakteriseren.

4.2.2 LANDBOUWKUNDIGE WAARDE

Bij de omschrijving van herwonnen fosfaten is in het UBM struviet specifiek opgenomen (artikel 1 eerste lid, onderdeel aa):

- 1 struviet, hoofdzakelijk bestaand uit magnesiumammoniumfosfaat, dat is vrijgekomen bij de zuivering van industrieel proceswater of huishoudelijk, stedelijk of industrieel afvalwater dan wel ander afvalwater door precipitatie met opgelost magnesium, ammonium of kalium.

De vier struvieten die hier zijn beoordeeld zijn vrijgekomen bij de zuivering van rioolafvalwaterverwerking door de precipitatie met opgelost magnesium. De struvieten dienen hoofdzakelijk te bestaan uit magnesiumammoniumfosfaat. In zuivere vorm bevat magnesiumammoniumfosfaat 28,9% P_2O_5 , 16% MgO, en 5,7% N. De term 'hoofdzakelijk' is niet verder geconcretiseerd.

In het UBM worden ten aanzien van de landbouwkundige waarde de volgende algemene eisen geformuleerd voor meststoffen (artikel 6).

- 6.1 *De meststof verkeert in een voor de praktijk bruikbare toestand en is gelijkmatig van samenstelling.*
- 6.2 *De meststof levert voedsel voor planten of delen van planten in de vorm van primaire of secundaire nutriënten of micronutriënten of verbetert de bodemeigenschappen door het leveren van organische stof dan wel door het in stand houden of het verlagen van de zuurgraad in de bodem en oefent de werking waarvoor de stof hoofdzakelijk is bedoeld, doeltreffend uit.'*

Ten aanzien van het *eerste lid* zijn geen verdere criteria gesteld.

De 'bruikbare toestand' wordt onder meer bepaald door de vorm waarin het product verhandeld wordt. Voor een landbouwkundige toepassing dient de meststof gelijkmatig over het perceel verspreid te kunnen worden opdat zich geen ophoping van mineralen voordoet. 'Gelijkmatigheid' hangt onder meer samen met de herkenbaarheid van het product. Iedere partij moet in essentie hetzelfde zijn. Er zijn geen criteria of meetmethoden voor bruikbare toestand of gelijkmatigheid van meststoffen voorgeschreven.

Voor de landbouwkundige waarde zoals geformuleerd in het *tweede lid* is een nadere specificatie gegeven door het stellen van minimale gehalten voor de waardegevende bestanddelen voor een aantal categorieën meststoffen. De waardegevende bestanddelen kunnen nutriënten, organische stof en neutraliserende waarde zijn. Voor de meststofcategorie 'herwonnen fosfaten' zijn geen minimale waarden voorgeschreven voor de gehalten aan waardegevende bestanddelen.

In het UBM zijn in artikel 19 daarnaast algemene aanwijzingen gegeven over de vermelding van bestanddelen van meststoffen.

- Verplicht moeten de gehalten aan stikstof en fosfaat vermeld worden.
- Van de overige waardegevende bestanddelen moeten de gehalten vermeld worden indien deze gelijk of hoger zijn dan 5% voor K_2O (oplosbaar in water), en 15% MgO , 25% CaO of SO_3 of 50% Na_2O . Indien de gehalten lager zijn is de vermelding facultatief.
- Bij samenstelling wordt vermeld uit welke producten de meststof bestaat, en bij een mengsel van meststoffen het aandeel van de verschillende meststoffen.

Artikel 19 lid 1 UBM

Meststoffen zijn in ieder geval voorzien van gegevens over:

- de naam of de handelsnaam van de fabrikant⁶ van de meststoffen;*
- de naam of de handelsnaam van de meststoffen;*
- de werking die de meststof in hoofdzaak uitoefent;*
- de gehalten stikstof en fosfaat;*
- de aanwezige waardegevende bestanddelen;*
- de hoeveelheid;*
- de samenstelling.*

Hieruit volgt dat van de waardegevende bestanddelen in ieder geval de gehalten aan N, P_2O_5 en MgO geanalyseerd dienen te worden.

4.2.3 ZWARE METALEN EN ARSEEN

In het UBM wordt ten aanzien van de milieukundige risico's de volgende algemene eis geformuleerd voor meststoffen (artikel 6).

'6.3. De meststof heeft onder normale gebruiksomstandigheden geen schadelijke gevolgen voor de gezondheid van mens, dier of plant of voor het milieu'.

Deze eis is verder uitgewerkt door het stellen van criteria voor zware metalen, arseen en organische microverontreinigingen in de overige (an)organische meststoffen, kalkmeststoffen, compost, zuiveringsslib en herwonnen fosfaten.

De criteria die gelden voor de maximale gehalten aan zware metalen in herwonnen fosfaten zijn bepaald via Artikel 17a.1.4 van het Uitvoeringsbesluit Meststoffenwet. Deze maximale gehalten zijn gekoppeld aan de waardegevende bestanddelen van een meststof en staan vermeld in Bijlage II, Tabel 1 van het Uitvoeringsbesluit en tabel 1 van bijlage Ab van de Uitvoeringsregeling Meststoffenwet. Voor de toepassing van deze tabellen zijn de maximale waarden van toepassing die behoren bij dát waardegevend bestanddeel waarvan bij het toedienen van een toenemende hoeveelheid van de meststof, de hoeveelheden van 80 kg fosfaat (P_2O_5), 100 kg stikstof (N), 150 kg kalium (K_2O) of 75 kg magnesium (MgO), het éérs wordt bereikt.

In het geval van struviet en bij (theoretische) gehalten in de droge stof 5,7% N, 28,9% P_2O_5 en 16,0% MgO is fosfaat het waardegevende bestanddeel dat de gift bepaalt. Voor een gift van 80 kg fosfaat moet dan 277 kg zuiver struviet per ha worden toegediend. De bij fosfaat behorende maximaal toelaatbare waarde voor zware metalen en arseen worden gegeven in Tabel 4.1.

6 Fabrikant: 'de natuurlijke persoon of rechtspersoon die verantwoordelijk is voor het in de handel brengen van de meststof; met name wordt een producent, importeur, een zelfstandige verpakker en iedere persoon die de kenmerken van een meststof verandert, aangemerkt als een fabrikant. Een distributeur die de kenmerken van de meststof niet verandert, wordt evenwel niet aangemerkt als een fabrikant.' Verordening EG 2003/2003 inzake meststoffen, art. 2.x.

TABEL 4.1

MAXIMALE WAARDEN VOOR ZWARE METALEN EN ARSEEN IN MESTSTOFFEN PER KG VAN HET DESBETREFFENDE WAARDEGEVENDE BESTANDDEEL
BIJLAGE II, TABEL 1 VAN HET UITVOERINGSBESLUIT MESTSTOFFENWET

Zware metalen	Maximale waarden in mg per kg van het desbetreffende waardegevend bestanddeel (P_2O_5)
	mg $kg^{-1} P_2O_5$
Cd (Cadmium)	31,3
Cr (Chroom)	1.875
Cu (Koper)	1.875
Hg (Kwik)	18,8
Ni (Nikkel)	750
Pb (Lood)	2.500
Zn (Zink)	7.500
As (Arseen)	375

4.2.4 ORGANISCHE MICROVERONTREINIGINGEN

De criteria die gelden voor de maximale gehalten aan organische microverontreinigingen in herwonnen fosfaten die organische stof bevatten zijn bepaald via Artikel 17a van het Uitvoeringsbesluit Meststoffenwet. Deze maximale gehalten zijn gekoppeld aan de waardegevende bestanddelen van een meststof en staan vermeld in Bijlage II, Tabel 4 van het Uitvoeringsbesluit en tabel 2 van bijlage Ab van de Uitvoeringsregeling Meststoffenwet. De bepaling van het van toepassing zijnde waardegevend bestanddeel is gelijk aan die bij zware metalen (zie hierboven).

In het geval van struviet is fosfaat het waardegevend bestanddeel dat de gift bepaalt. De bij fosfaat behorende maximaal toelaatbare waarden voor organische microverontreinigingen worden gegeven in Tabel 4.2. In kader 4.1. wordt beschreven hoe de normen tot stand zijn gekomen.

TABEL 4.2

MAXIMALE WAARDEN VOOR ORGANISCHE MICROVERONTREINIGINGEN IN MESTSTOFFEN PER KILOGRAM VAN HET DESBETREFFENDE WAARDEGEVEND BESTANDDEEL (P_2O_5).

Organische microverontreiniging	Maximale waarden in mg per kg van het desbetreffende waardegevend bestanddeel (fosfaat (P_2O_5))
	mg $kg^{-1} P_2O_5$
Σ PCDD/PCDF	0,019
α -HCH	310
β -HCH	12
γ -HCH (lindaan)	1,2
HCB	31
Aldrin	7
Dieldrin	7
Σ aldrin/dieldrin	7
Endrin	7
Isodrin	7
Σ endrin/isodrin	7
Σ DDT + DDD + DDE	23
PCB-28	18,5
PCB-52	18,5
PCB-101	75
PCB-118	75
PCB-138	75
PCB-153	75
PCB-180	75

Organische microverontreiniging	Maximale waarden in mg per kg van het desbetreffende waardegevend bestanddeel (fosfaat (P_2O_5))
	mg $kg^{-1} P_2O_5$
Σ 6-PCB (excl. PCB-118)	375
Naftaleen	600
Fenanthreen	750
Antraceen	600
Fluoranteen	185
Benzo(a)antraceen	230
Chryseen	230
Benzo(k)fluoranteen	270
Benzo(a)pyreen	290
Benzo(g,h,i)peryleen	210
Indeno(1,2,3-c,d)pyreen	235
Σ 10-PAK	11.500
Minerale olie	935.000

KADER 4.1. AFLEIDING NORMEN VOOR OVERIGE ORGANISCHE MICROVERONTREINIGINGEN

De maximaal toelaatbare gehalten van organische microverontreinigingen in een meststof die zijn aangegeven in tabel 4.2 zijn afgeleid door het RIVM⁴ in 1994 en becommentarieerd door het IKC (Informatie en KennisCentrum Landbouw)⁵.

Deze normen zijn gebaseerd op 'aanvoer = afvoer', met een maximale ophoging van gehalten tot aan vier maal de streefwaarden op de langere termijn. Deze streefwaarden zijn voor een groot deel gebaseerd op toxiciteit voor vier groepen van micro-organismen en deels op natuurlijke achtergrondwaarden voor Nederlandse bodems.

Het RIVM gaat uit van een vrachtbenadering, een maximale hoeveelheid die per hectare mag worden aangevoerd. Het RIVM gaat verder uit van afbraak van de organische microverontreinigingen in de bodem, waardoor gedurende het jaar het gehalte in de bouwvoor weer omlaag gaat. Er is in geringe mate sprake van uitspoeling, maar over uitspoeling zijn echter geen gegevens beschikbaar; er wordt daarom van uitgegaan dat afbraak de enige wijze is waarop organische microverontreinigingen uit de grond verdwijnen. De afbraaksnelheden kunnen variëren, maar de door het RIVM veronderstelde afbraaksnelheid is door de Technische Commissie Bodembescherming (TCB) als laag beoordeeld, dus veilig.

Voor elk van de meest persistente organische microverontreinigingen is de maximaal toegestane vracht per ha per jaar berekend, waarbij de streefwaarden niet overschreden worden. Gezien het feit dat de streefwaarden een veiligheidsfactor 100 bevatten is er voor gekozen dat voor de maximale gehalten in mest een veiligheidsfactor van 25 voldoende is. Op deze lagere veiligheidsfactor is een maximale ophoging van gehalten in de bodem tot aan de vier maal de streefwaarden op de langere termijn gebaseerd.

Gevolgen analysepakket verontreinigingen

Uit het voorgaande volgt dat van de verontreinigingen in ieder geval de gehalten zware metalen en arseen moeten worden vastgesteld. Daarnaast moet worden vastgesteld of het struviet organische stof bevat. Bij struvieten die organische stof bevatten moeten de gehalten aan voorgeschreven organische microverontreinigingen worden vastgesteld.

4 Olde Venterink, H.G.M. and J.B.H.J. Linders, Standards for the Concentration of Organic Micro Contaminants in Organic Fertilizers: a Proposal for their Derivation. Report nr. 679101007, RIVM, juli 1994.

5 Janssen, J.W.M., Hotsma, P.H. en Bonnier, P. Milieutoets meststoffen, in het kader van het beleidsspoor terugdringing bodembelasting contaminanten. Informatie en KennisCentrum Landbouw, 1999.

4.2.5 VOORGESCHREVEN BEPALINGSMETHODEN IN DE UITVOERINGSREGELING MESTSTOFFENWET (URM)

Binnen het UBM en URM wordt voorgeschreven dat de analyse van meststoffen uitgevoerd dient te worden door geaccrediteerde laboratoria met voorgeschreven methoden. Daarbij is expliciet vermeld dat ook andere methoden gebruikt mogen worden mits deze gelijkwaardige resultaten geven.

Artikel 21, lid d, van UBM geeft aan dat door middel van een ministeriële regeling regels kunnen worden gesteld over:

- d *de wijze waarop de hoeveelheden nutriënten, organische stof, zware metalen en organische microverontreinigingen in meststoffen, alsmede de verdere samenstelling van meststoffen worden bepaald;*

De wijze van bemonsteren en analyseren van meststoffen zijn verder uitgewerkt in de URM, artikelen 17, 18, 20, 21 en 22.

- 1 *Het stikstofgehalte en het fosfaatgehalte, alsmede de gehalten aan overige nutriënten, het organischestofgehalte, het drogestofgehalte, de hoeveelheden zware metalen en organische microverontreinigingen in meststoffen worden vastgesteld door middel van analyse van een uit de desbetreffende meststoffen volgens algemeen geldende bemonsteringsprincipes genomen representatief monster.*
- 2 *De analyse van het monster geschiedt overeenkomstig het protocol, dat is opgenomen in bijlage Ac, onderdeel I tot en met VI, of door middel van een methode die tenminste dezelfde waarborgen omvat, door een laboratorium dat blijkens accreditatie door de Raad aantoonbaar voldoet aan de norm NEN-EN-ISO/IEC 17025.*

Bijlage Ac van URM, onderdelen I tot en met IV is opgenomen in Bijlage 6.

4.2.6 ALTERNATIEVE BEPALINGSMETHODEN

Bij een aantal producteigenschappen leiden de voorgeschreven bepalingen uit de URM tot een onjuist resultaat, onder andere vanwege de ontledingstemperatuur van struviet boven een temperatuur van ca. 40°C. Dit is met name het geval bij de bepaling van de droge stof en het gehalte organische stof. Hiervoor dienen alternatieve methoden gebruikt te worden. De URM biedt hier ook de mogelijkheid voor. Er wordt namelijk gesteld dat de gehalten met de voorgeschreven methoden *of methoden die daaraan gelijkwaardig zijn* moeten worden bepaald.

Droge stof

In de URM zijn twee methoden gegeven voor het meten van droge stof gehalte. Deze bepalingen zijn beide niet geschikt voor struviet vanwege de aanwezigheid van kristalwater en ammonium in het struvietkristalrooster.

- Gravimetrisch: de voorgeschreven methode gaat uit van het drogen bij 105°C. Het drogestofgehalte wordt daarbij berekend uit het verschil in gewicht voor en na drogen. Struviet ontleedt bij deze temperatuur waardoor kristalwater en ammonium (als ammoniak) vervluchtigen, wat een onderschatting geeft van het droge stof gehalte.
- Karl Fischer methode. Hierbij wordt het vrije en kristalgebonden water bepaald door titratie met jodine en zwaveldioxine (Bruttel en Schlink 2006). Het drooggewicht wordt berekend uit het versgewicht gecorrigeerd voor watergehalte. Doordat het kristalwater uit de struviet ook meetelt bij het watergehalte geeft dit een onderschatting van het droge stof gehalte.

Een geschikte alternatieve methode is de bepaling van het drogestofgehalte van struviet door drogen bij 40°C. Deze methode wordt ook aanbevolen door Vanhoof en Tirez (2014). Van Hoof

en Tirez hebben een vergelijk gemaakt van analysemethoden voor de bepaling van de zuiverheid van struviet. Hieruit kwam naar voren dat het drogestofgehalte bij voorkeur bepaald wordt door te drogen bij 40°C. Door middel van TGA-analyses werd aangetoond dat bij temperaturen hoger dan 40°C de kristallisatie en afbraak van de struviet optreedt. Hierbij vervluchtigen ammoniak en water uit het struviet, wat een sterke onderschatting van het droge stofgehalte geeft.

Gehalte organische stof

De in de URM voorgeschreven methode voor het bepalen van organische stofgehalte is de 'loss on ignition' methode. Hierbij wordt een gedroogd monster verhit bij 550°C totdat een constant gewicht bereikt is. Uit het gewichtsverschil voor en na verhitten wordt het gehalte organische stof berekend.

Deze methode is niet geschikt voor struviet omdat bij deze hoge temperaturen het kristalwater en de ammonium ontwijken, wat een hogere 'loss on ignition' en daarmee een overschatting van de hoeveelheid organische stof geeft. Daarnaast kunnen ook calciumoxide en calciumhydroxide onttreden en ontwijken, met eveneens een overschatting van hoeveelheid organische stof tot gevolg.

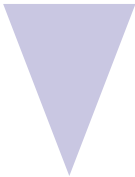
Een alternatief dat is toegepast door Vanhoof en Tirez (2014) op struviet is een bepaling van het gehalte aan koolstof met de TOC analyzer. Hierbij wordt de koolstof die als CO₂ ontwijkt bij de verbranding van het materiaal op 1.300°C gemeten. Ook bij grondmonsters met een hoog gehalte aan CaCO₃ wordt deze methode toegepast voor het bepalen van het gehalte organische koolstof. Hieruit kan dan het gehalte organische stof berekend worden bij aanname dat het C-gehalte van organische stof 50% is.

Deze methode is ook gedocumenteerd (EN 13137). Hierbij vindt een correctie plaats voor het gehalte anorganische koolstof (TIC) afkomstig uit calciumcarbonaat. Het gehalte organisch koolstof (TOC) wordt dan berekend uit het verschil tussen het totaal koolstof (TC) en totaal anorganische koolstof (TIC).⁶

4.2.7 AANVULLENDE BEPALINGEN LANDBOUWKUNDIGE WAARDE

Struviet kan geduid worden als een NP (stikstof en fosfaat) meststof met Mg (magnesium). Hierbij is vooral de werking van het hoofdbestanddeel fosfaat van belang. De werking van het fosfaat in struviet wordt niet alleen bepaald door het totale P-gehalte maar vooral ook door het aandeel fosfaat dat gedurende het groeiseizoen beschikbaar komt voor de gewasgroei.

De beschikbaarheid van fosfaat kan worden gekarakteriseerd door de P-oplosbaarheid in extractievloeistoffen met toenemende sterkte. Gerangschikt van sterke naar zwakke oplosmiddelen zijn dat:

- | | | |
|---------------------------------------|---|--|
| • mineraalzuur |  | totaal-P |
| • 2% citroenzuur, | | in 1 ^{ste} vegetatieperiode beschikbaar |
| • neutraal ammoniumcitraat-oplossing, | | |
| • alkalisch ammoniumcitraat en | | |
| • water | | direct beschikbaar |

6 ([www.ecn.nl/docs/society/horizontal/BT_TF151_WI_CSS99024_TOC_\(E\)_06072007.pdf](http://www.ecn.nl/docs/society/horizontal/BT_TF151_WI_CSS99024_TOC_(E)_06072007.pdf))

Daarbij wordt aangenomen dat met name de extracties in water en neutraal ammoniumcitraat een goede indicatie zijn voor de hoeveelheid beschikbare fosfaat (Roy et al. 2006). De fractie wateroplosbaar geeft de direct beschikbare fosfaat aan, en de fractie oplosbaar in neutraal ammoniumcitraat correleert met de hoeveelheid op gedurende groeiseizoen.

In struviet is de fractie wateroplosbaar P laag (1 á 2%). Bij P-kunstmest als triple super fosfaat en diammonfosfaat is de oplosbaarheid in water hoog (>80%). De fracties P-oplosbaar in neutraal ammoniumcitraat en 2% citroenzuur bij struviet zijn hoog (>95%) en vergelijkbaar met P-kunstmest (Römer 2006; Kratz et al. 2010; Postma et al. 2011; Janda 2012).

Deze relatie tussen gewasgroei en verschillende P-oplosbaarheden is proefondervindelijk aangetoond door Kratz et al. (2010). Kratz et al. hebben naast een vergelijk van oplosbaarheden van verschillende herwonnen P-meststoffen en P-kunstmeststoffen in verschillende extractiemiddelen ook de fosfaatwerking van de P-meststoffen vergeleken in een potproef met kwartszand en rogge. Doel was een relatie af te leiden tussen de oplosbaarheid van de P-verbindingen en de P-beschikbaarheid voor het gewas. Van een aantal herwonnen P-meststoffen waaronder struviet werd de P-werking vergeleken met die van minerale en organische meststoffen. In de eerste periode van zestien dagen was de opname van P uit struviet beduidend lager dan uit kunstmest. De opname van P in de tweede en derde periode was niet significant verschillend tussen struviet en kunstmest. De verschillen in opbrengst tussen struviet en kunstmest waren beperkt en in meeste gevallen niet significant verschillend.

Geconcludeerd werd dat extracties met water een goede voorspelling geven van de P-beschikbaarheid op de zeer korte termijn, terwijl de extracties met neutraal ammoniumcitraat een sterke relatie vertoonden met de P-opname op de middellange termijn (1,5 maanden).

In de EU verordening 2003/2003 inzake EG-meststoffen worden bij fosfaatmeststoffen minimumgehalten voor de verschillende P-fracties voorgeschreven. De voorgeschreven extractiemethode is daarbij afhankelijk van het type meststof, waarbij met name de herkomst en de vorm waarin P aanwezig is, bepalend zijn. Ook worden de bepalingswijzen voorgeschreven.

De beschikbaarheid van fosfaat uit struviet kan het beste gekarakteriseerd worden met de fracties wateroplosbaar en neutraal ammoniumcitraat. Opgave van deze oplosbaarheden is in Nederland niet vereist voor niet-EG-meststoffen.

4.2.8 LABORATORIUM

Voor de analyse van struviet op waardegevende bestanddelen volgens de meststoffenwet en volgens artikel 30 van EU 2003/2003 is het volgende Laboratorium geselecteerd:

Duitsland: LUFA Nord-West. Het lab neemt deel aan de EU kunstmest-ringtest uitgevoerd door de Duitse LUFA.

4.3 OVERIGE ORGANISCHE MICROVERONTREINIGINGEN

4.3.1 INLEIDING

In artikel 17a van het Uitvoeringsbesluit Meststoffenwet is voorgeschreven dat herwonnen fosfaten - waaronder struvieten - de maximaal toelaatbare gehalten aan organische microverontreinigingen (PAK's, PCB's en enkele bestrijdingsmiddelen (zie paragraaf 4.2.4, Tabel 4.2))

niet mogen overschrijden. De maximaal toelaatbare gehalten aan organische microverontreinigingen in struviet zijn gelijk aan die voor overige organische meststoffen.

Volgens de criteria van het Uitvoeringsbesluit Meststoffenwet is het derhalve voor de wetgeving in principe niet noodzakelijk om na te gaan in hoeverre er nog andere organische microverontreinigingen aanwezig zijn in struviet dan de lijst uit Tabel 4.2. Binnen het voorliggende project zijn eenmalig de verschillende struvieten geanalyseerd op mogelijke andere organische microverontreinigingen zoals geneesmiddelen om er zeker van te zijn dat het vermoeden omtrent de afwezigheid of verwaarloosbaarheid van deze componenten bevestigd wordt. Geneesmiddelen hebben hierbij speciale aandacht omdat deze verontreinigingen specifiek zijn voor de waterketen en omdat deze groep contaminanten maatschappelijke aandacht hebben.

4.3.2 ANALYSEMETHODE EN SELECTIE LABORATORIUM

Er is voor gekozen een brede screening door KWR uit te laten voeren naar mogelijke organische microverontreinigingen op verschillende typen struviet. Een brede screening vindt plaats door gebruik van hoge resolutie massaspectrometer gekoppeld aan een vloeistofchromatograaf (LCMS) Orbitrap en door middel van een screening met behulp van gaschromatografie brede screening (GCMS). Een toelichting op de brede screening is weergegeven in Bijlage 4.

4.4 PATHOGENEN

4.4.1 HUMAAN PATHOGENEN (ALGEMEEN)

Er zijn vier grote groepen pathogenen (ziekteverwekkers) te onderscheiden: bacteriën, virussen, protozoa en wormeieren. Deze vier groepen zijn allen aanwezig in communaal afvalwater en zuiveringsslib. De actuele hoeveelheden en samenstelling hangt o.a. samen met de gezondheidstoestand van de inwoners van een zuiveringsgebied en varieert in de tijd en per seizoen en natuurlijk van het zuiveringsrendement van de rwzi. Het gedrag van deze groepen in een zuivering en/of het milieu is sterk verschillend, doordat hun fysieke en fysiologische eigenschappen sterk verschillen. De verschillen zijn het sterkst tussen de groepen, maar ook binnen een groep is er verschil in gedrag. Enkele subsoorten in deze groepen zijn daarnaast in staat tot het maken van een overlevingsvorm (cysten, sporen). Voorbeelden van pathogenen (binnen deze vier groepen) die voor kunnen komen in afvalwater en zuiveringsslib zijn:

- bacteriën: o.a. *Salmonella*, *Legionella*, *Shigella*, *Clostridium*, *Vibrio cholera*, *Campylobacter*, pathogene *E. coli*;
- virussen: o.a. Hepatitis A en E, norovirus, rotavirus, enterovirus, reovirus, astrovirus, calicivirus;
- protozoa: o.a. *Cryptosporidium*, *Giardia*, *Entamoeba*, *Toxoplasma gondii*;
- wormeieren: o.a. *Ascaris* (lintwormachtigen), *Toxocara*.

Een ander verschil tussen deze groepen is de infectiviteit. Lage aantallen virussen bijvoorbeeld kunnen al ziekte veroorzaken, terwijl vaak hogere concentraties nodig zijn bij pathogenen in de groep van bacteriën en protozoa. Daarnaast zijn verschillende gezondheidsklachten te onderscheiden. Een aantal gezondheidsklachten die veroorzaakt worden door pathogenen in water wordt weergegeven in Tabel 4.3.

TABEL 4.3

GEZONDHEIDSKLACHTEN VEROOorzaakt DOOR WATERGERELATEERDE ZIEKTEVERWEKKERS

Ziekte	Veroorzaakt door o.a.
Maag en darmklachten: diarree	Entamoeba, Giardia lamblia, Cryptosporidium, Cyclospora, Shigella, Salmonella, norvirus, rotavirus, E.coli, Cyanobacterium
Griep	Salmonella, Campylobacter
Hepatitis (geelzucht)	Hepatitis A-virus en Hepatitis E-virus
Verlamming	Poliovirus, Clostridium botulinum,
Ziekte van Weil	Leptospira
Cholera	Vibrio cholerae
Huidaandoening	Trichobilharzia, Schistosoma, Mycobacterium, Cyanobacterium, larven van ascariden, geophiele schimmels, Neotrombicula autumnalis
Veteranen ziekte	Legionella
Loopoor	Pseudomonas aeruginosa
Afwijkingen bij geboorte	Toxoplasma gondii, Listeria monocytogenes, Chlamydia

Deze tabel maakt duidelijk dat een gezondheidsklacht door verschillende ziekteverwekkers (uit verschillende groepen) kan worden veroorzaakt, maag- en darmklachten en ook huidklachten kunnen bijvoorbeeld door alle groepen pathogenen worden veroorzaakt. Hepatitis daarentegen kan alleen door een virus worden veroorzaakt. Een aantal van deze humaan pathogenen zijn ook pathogeen voor dieren (o.a. *Cryptosporidium*).

4.4.2 AFSTERFING EN OVERLEVING VAN HUMAAN PATHOGENEN

De meeste humaan pathogenen groeien niet in water. Ze hebben een gastheer nodig om te groeien. In het algemeen proberen ze in water te overleven. Sommige pathogenen maken overlevingsvormen, zoals sporen, cysten of eieren. Een overzicht van de overleving van de groepen micro-organismen is gegeven in Tabel 4.4.

TABEL 4.4

OVERLEVING HUMANE ZIEKTEVERWEKKERS IN WATER

Soort micro-organisme	Overleving
Bacteriën	Enkele dagen
Sporenvormende bacteriën	Enkele maanden tot jaren
Virussen	Enkele dagen tot maanden
Protozoa (als cystes worden gevormd)	Enkele jaren
Wormeieren	Enkele jaren

Afhankelijk van de omstandigheden veranderen deze overlevingstijden. In het algemeen geldt dat hoe hoger de temperatuur, hoe korter de overleving is (bij hogere temperatuur gaan processen sneller, is meer energie nodig om metabolisme in stand te houden en zijn reserves eerder uitgeput). De pH, druk, water- en/of zoutgehaltes en storende stoffen zijn daarnaast van belang. In het algemeen geldt hoe meer stressfactoren hoe minder lang een pathogeen kan overleven.

4.4.3 HUMAAN PATHOGENEN IN AFVALWATER EN ZUIVERINGSSLIB

Afvalwater afkomstig van mensen in huishoudens, hemelwater en industrieel afvalwater wordt in het riool geloosd en getransporteerd naar rwzi's. Water uit een rioolstelsel vormt een potentieel gevaar voor de gezondheid van mensen omdat dit water fecaal verontreinigd is. Tabel 4.5 geeft de concentratie van een aantal humane ziekteverwekkers en indicatoren voor fecale verontreiniging in afvalwater.

TABEL 4.5

CONCENTRATIES VAN HUMANE ZIEKTEVERWEKKERS EN INDICATOREN VOOR FECALE VERONTREINIGING IN AFVALWATER (AANGEPAST UIT H. DE MAN, 2014)

	Feces (kve/gram)	Afvalwater (kve/l)
Indicatoren: E. coli en intestinale enterococci	$10^7 - 10^{10}$	$10^6 - 10^{10}$
Campylobacter	10^6	$10^2 - 10^6$
Cryptosporidium	$10^6 - 10^7$	$10^0 - 10^4$
Giardia	$10^6 - 10^7$	$10^0 - 10^4$
Norovirus	$10^5 - 10^9$	$10^0 - 10^4$
Enterovirus	10^6	$10^0 - 10^4$
Legionella	-	$0 - 10^5$
Aeromonas		$10^9 - 10^{11}$

kve = kolonievormende eenheden (maat voor aantal levensvatbare cellen)

Er zijn wel gegevens bekend over aan- of afwezigheid van pathogenen in afvalwater en zuiveringsslib maar er zijn niet veel concentratiemetingen beschikbaar.

Een rwzi is niet gedimensioneerd op verwijderen van micro-organismen. Het zuiveringsrendement van een rwzi op de verschillende groepen is verschillend. Virussen worden in het algemeen maximaal één log-eenheid verwijderd, bacteriën maximaal twee log-eenheden en protozoa en wormeieren drie tot vier log-eenheden. Deze verwijdering wordt voornamelijk veroorzaakt doordat micro-organismen zich kunnen hechten aan deeltjes en zich ophopen in het zuiveringsslib en mee bezinken. Met andere woorden de pathogenen worden niet gedood in een normale rwzi en komen terecht in het zuiveringsslib.

Hierdoor zijn de aantallen pathogenen in zuiveringsslib beduidend hoger zijn in afvalwater.

Gisting van zuiveringsslib gebeurt meestal gedurende twintig dagen bij ongeveer 35°C. Deze verblijftijd en temperatuur en anaërobie hebben natuurlijk effect op de overleving van pathogenen in dit slib. De relatief gevoeligeren groepen, zoals bacteriën en virussen, nemen tijdens het gistingsproces sterk af. De protozoa, wormeieren en sporen van bacteriën kunnen deze omstandigheden echter eenvoudiger aan. De anaërobie en de temperatuur hebben een afname tot gevolg, maar niet alles afdoden. In enkele gevallen vindt een dubbele gisting plaats (eerst bij 55°C (thermofiel), daarna bij 35°C (mesofiel)). Bij thermofiele gisting overleven veel pathogenen niet. De protozoa, wormeieren en sporen van bacteriën kunnen deze omstandigheden aan, maar vaak niet gedurende langere tijd (meer dan twee weken). Bij verblijftijden van minimaal twee weken bij hoge temperaturen sterven veel pathogenen af. Soms wordt dit dan ook als een sanitatie (hygiënisatie)stap gezien.

4.4.4 HUMAAN PATHOGENEN IN STRUVIET

Zuiveringsslib waaruit fosfaat wordt losgemaakt tijdens het gistingsproces, bevat (micro-)organismen. Een deel van de organische stof die in struviet kan voorkomen kan dus (of bestaat deels uit) net als zuiveringsslib pathogenen bevatten. De generieke criteria voor overleving van pathogenen, zoals eerder beschreven in 4.4.3 voor zuiveringsslib, gelden ook voor organische stof dat in struviet kan voorkomen.

Van belang is in welke stap op de rwzi het struviet geproduceerd wordt en welke verschijningsvorm struviet aanneemt.

- Struviet kan geproduceerd worden:
 - Uit uitgegist slib (na mesofiele of gecombineerde thermofiele en mesofiele gisting). Zoals in paragraaf 4.4.3 beschreven, nemen de gehalten pathogenen in zuiveringsslib

af na gisting. Bij thermofiele gisting overleven veel pathogenen niet. Protozoa, wormeieren en sporen van bacteriën kunnen thermofiele omstandigheden gedurende maximaal twee weken wel aan.

- Uit rejectiewater.

Het rejectiewater zal minder pathogenen bevatten dan het zuiveringsslib, omdat rejectiewater slechts ca. 0,1% onopgeloste bestanddelen (zuiveringsslib) bevat en de meeste pathogenen geadsorbeerd aan of gevangen in het slib achterblijven. Rejectiewater zal relatief meer kleine pathogenen bevatten, zoals virussen en bacteriën. De overlevingsvormen en/of 'grotere' pathogenen uit de groepen van protozoa en wormeieren zullen eerder in het slib achter blijven.

- Verschijningsvorm:

- Slurry.

Het eindproduct is soms een struvietslurry, waarop nog geen droogstap is toegepast. De meeste pathogenen hebben enig watergehalte nodig om hun cytotatische druk op peil te houden. De pathogenen met overlevingsvormen kunnen in het algemeen vele lagere watergehaltes (dus droogte) aan dan de andere groepen ziekteverwekkers. In dit geval zonder droging zullen de meeste nog aanwezige pathogenen kunnen overleven.

- Korrels/Kristallen

Bepaalde productieprocessen leveren relatief droge korrels als eindproduct en naar verwachting is hier de pathogenenconcentratie dus lager ten opzichte van de meer slurry achtige producten.

In de literatuur zijn geen gegevens gevonden van pathogenen in struviet afkomstig van uitgegist zuiveringsslib. Wel is een onderzoek gevonden over indicatoren voor pathogenen in struviet gewonnen uit urine (Decrey et al. 2011). Decrey et al. gebruikten twee indicatoren voor pathogenen: een bacteriofaag (bacterievirus) die model staat voor virussen en eieren van *Ascaris* die naast hun pathogeniciteit ook model staan voor protozoa en sporenvormende bacteriën. In urine werden nagenoeg dezelfde hoeveelheden bacteriofaag als eieren gevonden. Deze laatste werden echter geconcentreerd teruggevonden in het eindproduct na precipitatie en filtratie. Luchtdroging van de filtercake zorgde dan voor gedeeltelijk inactivatie van beide indicatoren. Echter, ook na enkele dagen drogen werden nog levensvatbare eieren aangetroffen. De drogingscondities waren leidend bij de uiteindelijke overleving van deze indicatoren. Zoals verwacht werd hogere inactivatie waargenomen bij hogere luchttemperaturen en lagere luchtvochtigheden. Virusinactivatie was nagenoeg lineair met afnemende luchtvochtigheid, terwijl inactivatie van de *Ascaris* eieren pas optrad bij veel lagere vochtgehaltes.

4.4.5 HOE BEPAALT MEN DE MICROBIOLOGISCHE KWALITEIT VAN STRUVIET?

Er zijn zo veel mogelijk aanwezige pathogenen te onderscheiden dat het specifiek meten van alle mogelijke aanwezige pathogenen als eerste stap erg tijdrovend en duur zal zijn. Indicatoren meten voor de verschillende groepen pathogenen is minder tijdrovend en kostbaar en een goede eerste stap. Indien deze indicatoren gevonden worden in struviet kan eventueel nog specifiek binnen die groep van pathogenen verder gezocht worden.

Voor de verschillende groepen pathogenen kunnen de volgende indicatoren worden gebruikt.

- Bacteriën

E. coli is de indicator die in het algemeen gebruikt wordt. Echter, bacteriën overleven slechts enkele dagen tot weken in water en zullen naar verwachting ook de struvietproductie niet overleven. Als hoge aantallen van andere indicatoren worden gevonden kunnen deze eventueel later alsnog bepaald worden.

- Virussen
Een bacteriofaag is een virus dat bacteriën infecteert en heeft hetzelfde gedrag als humane virussen. Gedacht kan dan worden aan F-specifiek bacteriofagen of somatisch colifagen.
- Protozoa/wormeieren
Eieren van *Ascaris* overleven lang en zijn daarnaast een goede indicator voor de protozoa.
- Sporen van *Clostridium*
Deze kunnen bepaald worden als indicator voor sporenvormende bacteriën en/of protozoa/wormeieren.

Ook pathogenen voor *dieren of planten* vallen in dezelfde groepen micro-organismen en worden door het meten van deze indicatoren indirect ook meegenomen.

Om een beeld te krijgen of pathogenen de struvietproductie overleven zijn er twee mogelijkheden.

- 1 Meten van sporen van *Clostridium*, eventueel aangevuld met *Ascaris* eieren, en colifagen of F-specifieke bacteriofagen in het uitgegist zuiveringsslib of het rejectiewater voordat het het struvietproces ingaat (eventueel aangevuld met *E. coli*). Hetzelfde pakket meten in het half-fabricaat (struvietslurry) en indien er een hoogwaardiger product wordt gemaakt dan ook in het eindproduct.
Van belang is dan dat voldoende monstervolume wordt geanalyseerd en dat dit idealiter meerdere malen (tijdstippen) wordt bepaald om een beeld van de overleving te kunnen krijgen.
- 2 Een andere methode is om zuiveringsslib of rejectiewater te spiken met deze indicatoren (dus een bekende hoeveelheid van deze indicatoren toe te voegen) en dan ook voor en na productie deze weer te analyseren. Het voordeel van deze strategie is dat verwijdering daadwerkelijk kan worden bepaald. Het nadeel is dat er zo geen inzicht wordt verkregen van de kwaliteit van het zuiveringsslib/rejectiewater.

In deze studie is gekozen voor de eerste mogelijkheid en zijn zowel in monsters van zuiveringsslib als in struvietmonsters een selectie van pathogenen gemeten.

4.4.6 ANALYSEADVIES EN LABORATORIUM

Wormeieren bepalen in Nederland is lastig en nog erg duur. Voorgesteld is om daarom deze niet mee te nemen in de analyses en daarvoor in plaats de goedkopere analyse van sporen van *Clostridium* (SSRC) als indicator te meten.

Samengevat is geadviseerd de monsters op de parameters die aangegeven zijn in Tabel 4.6 te analyseren op het laboratorium van KWR.

TABEL 4.6

GEADVISEERDE ANALYSES PATHOGENEN.

Parameter	Metingen gegist slib of rejectiewater	Metingen struviet
F-specifieke fagen	X	X
<i>E. coli</i>	X	Niet nodig
Sporen <i>Clostridium</i>	X	X
Opwerking korrels	Niet nodig	X

4.5 PATHOGENEN IN MEST (LITERATUURSTUDIE) ⁷

4.5.1 INTRODUCTIE

Deze studie heeft o.a. tot doel te kijken of pathogenen in struviet aanwezig zijn en indien dat het geval is te kijken welke risico's verbonden zijn aan de toepassing van struviet als meststof. Er zijn geen normen voor pathogenen in struviet en er zijn in Nederland ook geen normen voor pathogenen in mest. In deze paragraaf wordt op basis van een literatuurinventarisatie inzicht gegeven in de pathogenen concentraties in dierlijke mest. Dierlijke mest mag worden toegepast zonder hygiëniseringsstap. Alleen voor export is een hygiëniseringsstap noodzakelijk. Dat betekent dat de risico's ten gevolge van de aanwezigheid van pathogenen in dierlijke mest worden geaccepteerd. In paragraaf 0 worden gemeten pathogenen concentraties vergeleken met de pathogenen concentraties in dierlijke mest die in deze paragraaf worden gepresenteerd.

4.5.2 PATHOGENEN IN MEST

In het publieke domein is geen lijst beschikbaar met meest voorkomende pathogenen en hun gehalten in mest¹⁾. Wel zijn de gegevens van enkele onderzoeken beschikbaar.

De belangrijkste pathogenen die kunnen voorkomen in dierlijke mest zijn weergegeven in Tabel 4.7. In Bijlage 7 zijn eigenschappen van bacteriën en protozoa die kunnen voorkomen in dierlijke mest weergegeven. Tevens is in deze tabel de infectiedosis weergegeven. In deze tabel is te zien dat de infectiedosis van *Cryptosporidium* (een protozoon dat valt onder SSRC) 10-100 oöcysten bedraagt.

In 2000 is door de RIWA in samenwerking met RIZA²⁾ onderzoek gedaan naar de aanwezigheid van pathogene protozoa (*Cryptosporidium* en *Giardia*) in mest. Afhankelijk van de diersoort varieert de aanwezigheid sterk. Mest van vleeskalveren jonger dan een half jaar bevat $5,3 \cdot 10^2 - 5,2 \cdot 10^4$ *Cryptosporidium*/g. Tijdens het indikken sterft ongeveer 80%. Driekwart van de kalvermest wordt op het land gebracht. De rest gaat naar mestverwerkingsbedrijven. In de mest van melkkoeien werd geen *Cryptosporidium* aangetoond. Zo is ook de mest van legkippen wel een bron van protozoa en de mest van vleeskuikens niet. Protozoa konden niet in mest van varkens worden bepaald, maar in het afvalwater van varkensslachterijen kwamen ze wel voor zodat ook varkensmest een bron van protozoa kan zijn.

⁷ Er is gebruik gemaakt van de volgende literatuurbronnen:

1. Eekert, M van et al. Leaf. Inventarisatie van het risico van transmissie van pathogenen uit biogas. Opdrachtgever Senter Novem, 2008
2. Medema et al. 2000. *Cryptosporidium* en *Giardia*: voorkomen in rioolwater, mest en oppervlaktewater met zwem- en drinkwaterfunctie RIZA rapportnr. 2000.035
3. Heijnen, L. Pathogenen in de mest van grazers. Rapport KWR in opdracht van Waternet. 2009

TABEL 4.7 PATHOGENE MICRO-ORGANISMEN DIE IN DIERLIJKE MEST AANWEZIG KUNNEN ZIJN. (TABEL UIT EEKERT ET AL, 2008) ¹

Groep	Specifieke soorten
Virussen	Hepatitis E (varkens), Reovirussen, Rotavirussen, Adenovirussen ^b , Calicivirussen ^b , Influenza virussen (Orthomyxovirussen) ^b , Bovine virus, Diarrhea virus, Corona virus, MKZ virus
Bacteriën	<i>Salmonella</i> spp., <i>Campylobacter</i> spp., <i>Escherichia coli</i> ^c , <i>Aeromonas hydrophila</i> ^c , <i>Yersinia enterocolitica</i> ^c , <i>Vibrio</i> spp., <i>Leptospira</i> spp., <i>Listeria</i> spp. (<i>monocytogenes</i>), <i>Mycobacterium paratuberculosis</i> ; <i>Clostridium</i> spp., <i>Treponema</i> spp.
Protozoa	<i>Cryptosporidium parvum</i> , <i>Giardia lamblia</i> , <i>Balantidium coli</i>

^b Mensen en dieren hebben normaliter duidelijk andere stammen van deze virussen, maar niet altijd.

^c Stammen van deze bacteriën zijn niet altijd pathogeen. De mate waarin de pathogene stammen voorkomen in dierlijk afval en mest varieert met de diersoort en andere factoren. *E. coli* O157 is een voorbeeld van een pathogene variant.

In 2009 is door KWR ³ een onderzoek uitgevoerd naar de aanwezigheid van *Campylobacter* (bacterie) en *Cryptosporidium* (protozoum) in de mest van o.a. rundvee en schapen. De resultaten zijn weergegeven in Tabel 4.8.

TABEL 4.8 SAMENVATTING VAN DE ANALYSERESULTATEN VAN DE PATHOGENEN IN DE MEST VAN VEE. IN HET BOVENSTE DEEL VAN DE TABEL WORDT HET AANTAL EN HET PERCENTAGE POSITIEVE MESTMONSTERS WEERGEGEVEN; IN HET ONDERSTE DEEL DE CONCENTRATIES CAMPYLOBACTER EN *E. COLI* DIE WORDEN AANGETROFFEN IN POSITIEVE MEETMONSTERS. (TABEL UIT HEIJNEN ET AL, 2009) ³

Diersoort	Aantal n	<i>E. coli</i> O157 n (%)	<i>Campylobacter</i> n (%)	<i>Cryptosporidium</i> n (%)	<i>Crypto. parvum</i> n (%)
Rund	61	9 (15)	49 (80)	1 (2)	1 (2)
Schaap + moeflon	79	0 (0)	15 (19)	3 (4)	0 (0)
Vee (rund + schaap + moeflon)	140	9 (6)	64 (46)	4 (3)	1 (1)
Gem. concentratie in positieve monsters van runderen (n/g)		1,4E+06	9,0E+07		
Range in positieve monsters van runderen (n/g)		3,7E+03 – 1,2E+07	9,2E+01 – 4,1E+08		
Gem. concentratie in positieve monsters van schapen		niet aangetoond	2,6E08		
Range in positieve monsters van schapen (n/g)		niet aangetoond	1,2E+3 – 8,2E+09		
Gem. concentratie in positief vee (n/g)		1,4E+06	9,6E+07		
Range in positief vee (n/g)		3,7E03 – 1,2E+07	9,2E01 – 1,6E+09		

5

MONSTERNAME EN ANALYSEPAKKETTEN

5.1 BESCHRIJVING RWZI'S EN STRUVIET INSTALLATIES

5.1.1 INLEIDING

Er zijn monsters geanalyseerd afkomstig van de rwzi's Echten, Amsterdam West, Leuven en Land van Cuijk. In deze paragraaf worden de rwzi's waar de bemonstering heeft plaatsgevonden nader beschreven.

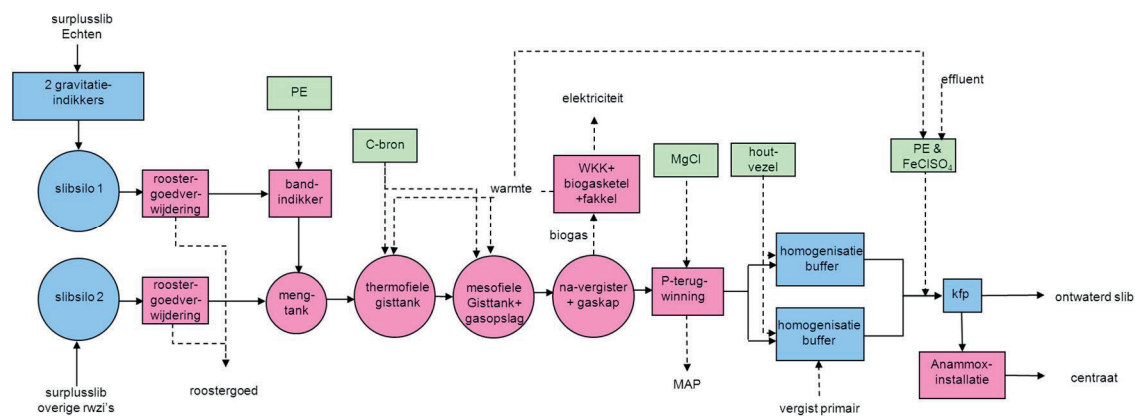
5.1.2 RWZI ECHTEN

Rwzi Echten is in 1977 in gebruik genomen. De biologische capaciteit bedraagt momenteel 168.821 i.e. (à 150g TZV) en de maximale hydraulische capaciteit bedraagt 4.553 m³/h. De rwzi bevat momenteel de volgende installatie onderdelen: een roostergoedverwijdering, een zandvanger, twee beluchtingstanks (carroussels), een BCFS-reactor en drie nabezinktanks.

Het surplusslib van de nabezinktanks gaat naar een bandindikker waarna het tezamen met het slib van zes andere rwzi's verpompt wordt naar de slibvergistingsinstallatie. Er wordt alleen slib van het waterschap verwerkt (in 2014 waren het 189.392 m³ met een droge stofgehalte van 4,15%). Sinds 2013 is deze centrale slibgistingsinstallatie op rwzi Echten operationeel. In *Figuur 5.1* zijn de onderdelen van deze sliblijn benoemd. De sliblijn wordt gevoed door twee slibstromen, die in een mengtank bij elkaar komen. Vanuit de mengtank doorstroomt het slibmengsel achter elkaar de thermofiele vergister (verblijftijd: tien dagen bij een temperatuur van 55-58°C), de mesofiele vergister (verblijftijd: minimaal veertien dagen bij een temperatuur van 35-38°C) en de naverger. Vanuit de naverger (opslag) wordt de struvietreactor gevoed. Het slib komend uit de struvietreactor passeert hierna een homogenisatietank en wordt ontwaterd in een kamerfilterpers.

Tussen de bandindikker en mengtank wordt momenteel (maar niet tijdens de monstername van het struviet) een pilot gedraaid met een TDH (thermische druk hydrolyse) installatie.

FIGUUR 5.1 BLOKSCHEMA SLIBGISTINGSINSTALLATIE RWZI ECHTEN.



De struvietreactor is type AirPrex waarin fosfaat wordt omgezet in struviet door toevoeging van MgCl_2 . In het blokschema staat deze als P-terugwinning/MAP tussen de vergisters en de kamerfilterpers. Deze installatie verwerkt al het uitgegiste slib en heeft momenteel een productie van ongeveer vier ton struviet per week.

Het struviet in Echten wordt vanuit de reactor naar een wasser getransporteerd. Vanuit de wasser wordt het struviet met een schroef naar een openstaande buffer getransporteerd. Door de schroef wordt het struviet van het waswater afgescheiden. De buffer is openstaand, waardoor de wind er overheen gaat en het struviet iets droogt. De monsters zijn uit deze buffer genomen nadat het struviet al een tijdje in de buffer heeft gelegen.

5.1.3 RWZI AMSTERDAM WEST

De biologische ontwerp capaciteit van de rwzi Amsterdam West bedraagt 919.500 i.e. (à 150g TZV) en de maximale hydraulische capaciteit bedraagt 30.000 m³/h. De waterlijn van de rwzi Amsterdam West bestaat uit de volgende processtappen:

- roostergoedverwijdering;
- voorbezinking;
- metaalzoutdosering;
- actiefslibinstallatie (mUCT) met anaerobe, anoxische en aerobe ruimte;
- nabezinking.

De sliblijn bestaat uit:

- zandverwijdering uit primairslib;
- roostergoedverwijdering uit primairslib;
- primair en secundair slibindikking;
- gisting;
- struvietinstallatie;
- ontwatering.

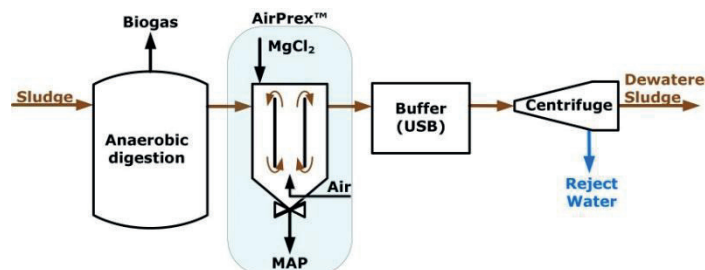
Het ingedikte primair en secundair slib wordt, samen met het slib van zeven andere rwzi's, mesofiel vergist (gemiddelde temperatuur is 36°C) met een gemiddelde verblijftijd van zeven-tien dagen. Het geproduceerde biogas wordt aan het Afval en Energie Bedrijf (AEB) geleverd en daar wordt met behulp van vier WKK's elektriciteit en warmte geproduceerd. Al het uitgegiste slib wordt vervolgens behandeld in de struvietinstallatie. Na de struvietinstallatie wordt het uitgegiste slib gebufferd en ontwaterd. Het ontwaterde slib wordt vervolgens afgevoerd naar het AEB.

De struvietinstallatie van de rwzi Amsterdam West

De struvietinstallatie is ontworpen conform het AirprexTM principe. De installatie bestaat uit drie reactoren, die in serie worden bedreven. De eerste twee reactoren werken volgens hetzelfde principe: het uitgegiste slib wordt belucht, hierdoor stript het in het slib aanwezige CO_2 en stijgt de pH, vervolgens wordt er magnesiumchloride gedoseerd. De derde reactor is alleen voorzien van een mechanische menger. Uit de conus van alle drie de reactoren wordt het gevormde struviet afgepompt en gewassen. Het wassen van het struviet vindt plaats met behulp van gefilterd effluent. Het gewassen struviet wordt opgeslagen in een container. Het struviet wordt verder niet gedroogd of verder behandeld. Het wordt alleen gewassen en dan in de container getransporteerd. Er zijn dan altijd nog wat takjes, pitjes e.d. aanwezig zijn. De struvietmonsters voor dit onderzoek zijn rechtstreeks uit de container genomen.

FIGUUR 5.2

BLOKSCHEMA SLIBGISTINGSINSTALLATIE EN STRUVIETREACTOR RWZI AMSTERDAM WEST



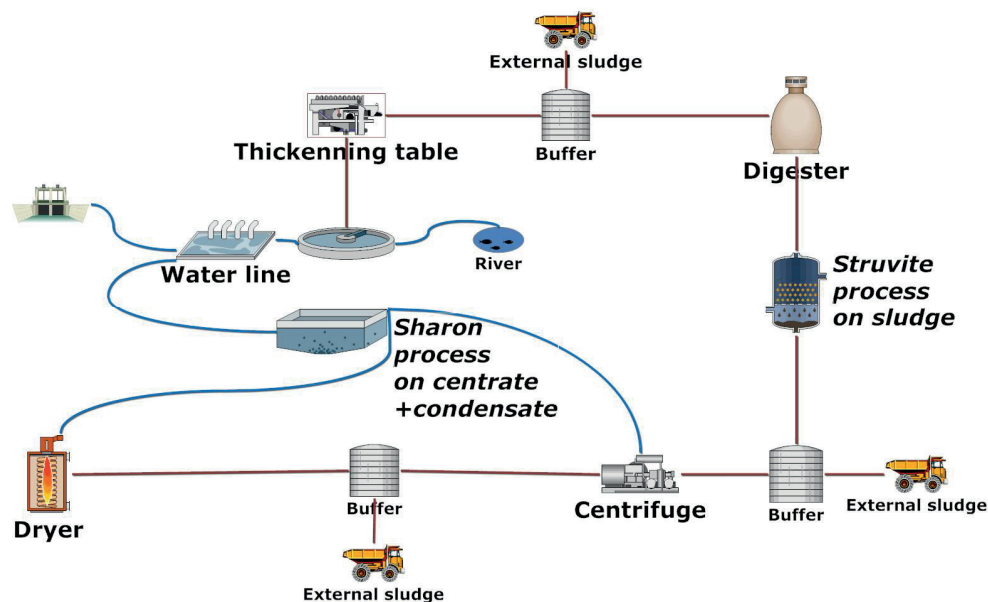
5.1.4 RWZI LEUVEN

De biologische capaciteit van de rwzi Leuven bedraagt momenteel 167.600 i.e. (à 150g TZV), de maximale hydraulische capaciteit bedraagt 3.857 m³/h. Rwzi Leuven bestaat uit de volgende installatieonderdelen: staprooster, vet- en zandvang, anaerobe tank, beluchtingstanks (carroussel), nabezinktanks.

De sliblijn van rwzi Leuven bestaat uit de volgende onderdelen: bandindikers, mesofiele vergisting, centrifuges, wervelbed droger. De gisting heeft een verblijftijd van achttien dagen bij een gemiddelde temperatuur van 38°C. Op drie verschillende punten wordt een fractie extern slib van andere communale zuiveringen in de omgeving op de sliblijn geloosd, om de verblijftijd van achttien dagen constant te houden. Een schema van de hele zuivering is in Figuur 5.3 weergegeven.

FIGUUR 5.3

SCHEMA RWZI LEUVEN



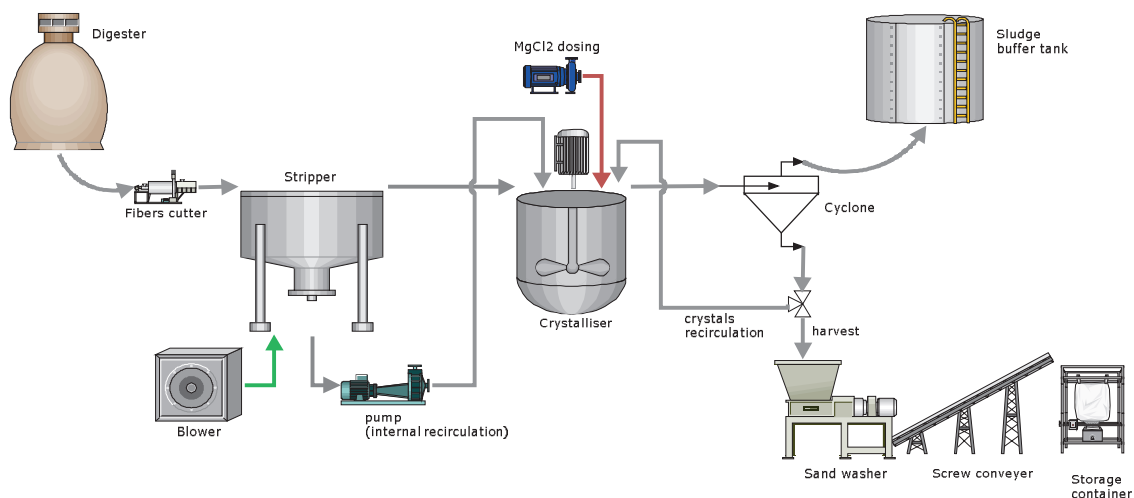
De struvietreactor, waarin struviet gevormd wordt door toevoeging van MgCl_2 , is tussen de vergister en de slibbuffer geplaatst, zie Figuur 5.4.

De struvietkristallen worden met een cycloon uit het slib gehaald en dan in een klassiek zandfilter met schoon water gewassen. Na het wassen wordt het struviet in een open container opgeslagen waar het water verdampt.

De monsters die naar de laboratoria zijn gestuurd, waren deels afkomstig van het verse struviet van de dag ervoor en deels van het zongedroogde struviet uit de container; de monsters waren nog steeds een beetje nat.

Op de installatie Leuven wordt het struviet niet gedroogd en ook niet verder behandeld. Op dit moment wordt het struviet gewoon opgeslagen tot dat een afnemer is gevonden.

FIGUUR 5.4 STRUVIET REACTOR RWZI LEUVEN



5.1.5 RWZI LAND VAN CUIJK

De biologische capaciteit van de rwzi Land van Cuijk bedraagt momenteel 158.667 i.e. (à 150g TZV) en de maximale hydraulische capaciteit bedraagt 8.000 m³/h.

De rwzi Land van Cuijk bestaat uit de volgende installatieonderdelen: voorbeluchting (stripping) roostergoedverwijdering, zandvang, selector, anaerobe tank, beluchtingstanks met aerobe en anoxische ruimten, nabezinktanks, zandfilter en helofytenfilter (voor een deel van het effluent).

Het surplusslib wordt in centrifuges ingedikt tot 6% droge stof en vervolgens in de gistingstank mesofiel vergist (hier worden geen andere slibben mee vergist). De vergister heeft een verblijftijd van gemiddeld 27 dagen (varieert tussen 20 en 35 dagen) en een temperatuur van gemiddeld 33°C. Het geproduceerde biogas wordt, samen met stortgas van de naastgelegen stortplaats, verwerkt in twee WKK's tot elektriciteit en warmte. Het uitgegiste slib wordt in de slibbuffers opgeslagen en vervolgens ontwaterd met een centrifuge. Het centraat van de ontwatering wordt gezuiverd in de struvietreactor van NuReSys. Hierna wordt het centraat gezuiverd in een DEMON reactor, samen met percolaat van de naastgelegen stortplaats.

De struvietreactor van rwzi Land van Cuijk

In eerste instantie komt het centraat in de stripper waar met behulp van lucht de pH omhoog wordt gebracht (CO₂-strippen). Vervolgens stroomt het water naar de struvietreactor waar magnesiumchloride wordt gedoseerd. In deze reactor wordt struviet gevormd. Batchgewijs wordt het struviet 'geoogst'. Dit houdt in dat struviet van onderuit de reactor naar de separator gevoerd wordt. Na bezinking wordt het struviet naar de struvietcontainer geschroefd. In deze schroef wordt het struviet gewassen door kraanwater in tegengestelde richting te spoelen. In de struvietcontainer wordt het struviet verder ontwaterd doordat water aan de onderkant van de container weg kan stromen. De struvietmonsters voor het onderzoek zijn rechtstreeks uit deze container genomen.

5.2 ANALYSEPAKKETTEN

5.2.1 PAKKETTEN

Er zijn analyses uitgevoerd in twee ronden, namelijk in fase 2 van het onderzoek (najaar 2014) en in fase 3 van het onderzoek (voorjaar 2015). Reden van deze aanvullende analyseronde was het feit dat de monsters die in fase 2 zijn geanalyseerd veel zichtbare hetrogeneiteiten zoals zaadjes en strootjes bevatten. Het was daarom niet mogelijk de gedetecteerde verontreinigingen aan het struviet of aan de visueel zichtbare bijmengingen toe te schrijven. Daarom is besloten in fase 3 de analyses nogmaals uit te voeren, en wel na een opschoonstap (zie Bijlage 5).

De volgende analyses zijn uitgevoerd.

In de **eerste analyseronde** (fase 2) zijn ruwe monsters van drie verschillende locaties geanalyseerd (Echten, Amsterdam West en Leuven). Per locatie is maar één monster genomen en geanalyseerd. De monsters zijn geanalyseerd zoals ze zijn aangeleverd door de waterschappen, dus zonder opschoonstap op het laboratorium.

TABEL 5.1 OVERZICHT ANALYSES IN EERSTE ANALYSERONDE (FASE 2)

Monster	TOC	P-totaal	Analyses conform mestwetgeving	Overige organische microverontreinigingen	Pathogenen
rwzi Echten	x	x	x	x	x
rwzi Amsterdam West	x	x	x	x	x
rwzi Leuven	x	x	x	x	x

In de **tweede analyseronde** (fase 3) zijn monsters van vier verschillende locaties geanalyseerd. Het monster van locatie 4 (Land van Cuijk) is op dezelfde manier geanalyseerd als de andere drie in de eerste analyseronde (zonder opschonen, dus direct zoals aangeleverd door het waterschap). De monsters van Echten, Amsterdam West en Leuven zijn in deze ronde voordat ze geanalyseerd zijn eerst op het laboratorium opgeschoond met een opstroomreactor (met drinkwater) en daarna nog door handpicking van de kristallen onder de microscoop. Ook in de tweede ronde is per locatie maar één monster genomen en geanalyseerd.

TABEL 5.2 OVERZICHT ANALYSES IN TWEEDE ANALYSERONDE (FASE 3)

Monster	Opschonen	TOC	P-totaal	Analyses conform mestwetgeving	Overige organische microverontreinigingen	Pathogenen
rwzi Echten	x		X		x	x
rwzi Amsterdam West	x		X		x	x
rwzi Leuven	x		X		x	x
rwzi Land van Cuijk		x	X	x	x	x

In de volgende paragrafen wordt toegelicht welke analyses onder welke pakketten vallen.

5.2.2 ANALYSES CONFORM MESTSTOFFENWETGEVING

Analyses producteigenschappen conform meststoffenwetgeving van vier struvietmonsters (drie monsters in fase 2 en één monster in fase 3) van verschillende herkomst (allen zonder opschoonstap).

- Droge stof (droging bij maximaal 40° C en bij 105° C).
- TOC (Total organic carbon).
- N en P, MgO, CaO.
- Zware metalen en arseen (totaal acht elementen).
- Organische microverontreinigingen conform meststoffenwet.

Daarnaast zijn er beschikbaarheidsbepalingen in extractievloeistoffen voor P uitgevoerd om de landbouwkundige waarde te kunnen duiden.

Deze analyses zijn uitgevoerd door het Laboratorium LUFA Nord-West. De bepaling van gehalten droge stof bij 40°C zijn daarnaast ook uitgevoerd door KWR.

5.2.3 OVERIGE ORGANISCHE MICROVERONTREINIGINGEN

Analyses van drie niet opgeschoonde struvietmonsters in fase 2 (Echten, Amsterdam West en Leuven) en één niet opgeschoond monster (Land van Cuijk) in fase 3 en analyses van drie opgeschoonde struvietmonsters (Echten, Amsterdam West en Leuven) in fase 3 hebben plaatsgevonden op de volgende parameters/methoden.

- Droging (bij maximaal 40°C).
- Orbitrap screening.
- GCMS screening.
- TOC.

Het droge stofgehalte, de orbitrap screening en de GCMS screening zijn uitgevoerd door KWR. De TOC bepaling is door KWR uitbesteed aan VITO. In Bijlage 4 zijn deze analyses nader toegelicht.

Ruwe monsters

De ruwe, niet opgeschoonde monsters van Echten, Amsterdam West en Leuven die in fase 2 geanalyseerd zijn bevatten visueel veel heterogeniteiten zoals zaadjes, plastic, houtstukjes, kauwgom etc. Het ruwe monster van Land van Cuijk is visueel veel homogener van samenstelling. Foto's van gedroogde monsters laten dit zien (zie Figuur 5.5). Door het laboratorium zijn de grove zichtbare verontreinigingen voorafgaande aan de analyse verwijderd; kleine verontreinigingen zoals zaadjes en microplastic zijn niet verwijderd.

FIGUUR 5.5 GEDROOGDE ONGEZUIVERDE STRUVIET MONSTERS BIJ 40°C VAN DE LOCATIES ECHTEN, AMSTERDAM WEST, LEUVEN EN LAND VAN CUIJK



ECHTEN



AMSTERDAM WEST



LEUVEN



LAND VAN CUIJK

Opgeschoonde monsters

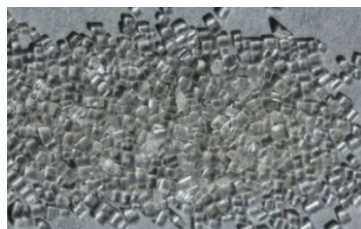
De monsters van Echten, Amsterdam West en Leuven die in fase 3 geanalyseerd zijn, zijn opgeschoond. Tijdens de voorzuivering zijn de monsters eerst in een opstroomreactor met water gewassen en vervolgens zijn door handpicking onder het microscoop de kristallen geselecteerd.

In Bijlage 5 is een verslag van KWR weergegeven van de werkwijze tijdens deze voorzuivering. Foto's van de opgeschoonde monsters zijn weergegeven in Figuur 5.6.

FIGUUR 5.6 GEDROOGDE GEZUIVERDE STRUVIET MONSTERS BIJ 40 °C VAN DE LOCATIES ECHTEN, AMSTERDAM WEST EN LEUVEN



ECHTEN



AMSTERDAM WEST



LEUVEN

5.2.4 PATHOGENEN

De pathogenenanalyses zijn uitgevoerd door het laboratorium van KWR.

De detectielimiet is afhankelijk van de opwerkmethode en die is voor deze analyses niet apart bepaald.

In de eerste analyseronde (fase 2 van onderzoek) zijn van drie monsterlocaties (Echten, Leuven en Amsterdam West) ruwe niet opgeschoonde monsters van uitgesteid slib (influent van de

struvietreactor) en struvietmonsters eenmalig geanalyseerd op SSRC en F-specifieke fagen. Aanvullend zijn de uitgediste slibmonsters geanalyseerd op *E.coli*.

In de tweede analyseronde (fase 3 van het onderzoek) zijn opgeschoonde struvietmonsters van bovengenoemde locaties nogmaals eenmalig geanalyseerd op SSRC (de parameter die in fase 2 verhoogd werd aangetroffen) en bovendien is een niet opgeschoond struvietmonster van Land van Cuijk geanalyseerd op SSRC en F-specifieke fagen.

De monsters van deze locaties zijn voor deze bepalingen geanalyseerd door gebruik te maken van een verdunningsreeks van vier voor elk monster. Deze procedure is gevolgd omdat er geen duidelijkheid was over de te verwachte hoeveelheden.

Het analyseschema is weergegeven in Tabel 5.3.

TABEL 5.3 ANALYSESHEMA PATHOGENEN. RESULTATEN ANALYSE VAN DE INDICATOREN VOOR PATHOGENEN IN DE ONDERZOCHE STRUVIETEN EN UITGEGIST SLIBBEN ZOALS GEMETEN DOOR KWR

Omschrijving	Opschonen	<i>E. coli</i> (kve/ml)	SSRC (kve/ml)	F-specifieke fagen (kve/ml)
Fase 2				
Echten slib		x	x	x
Echten struviet			x	x
Amsterdam West slib		x	x	x
Amsterdam West struviet			x	x
Leuven slib		x	x	x
Leuven struviet			x	x
Fase 3				
Echten struviet	x		x	x
Leuven struviet	x		x	x
Amsterdam West struviet	x		x	x
Land van Cuijk struviet			x	x

E. coli: indicator voor niet-sporenvormende bacteriën (bacteriën niet verwacht in struviet en daarin dus niet bepaald).

SSRC: Sporen van Sulfiet Reducerende Clostridia: indicator voor sporenvormende bacteriën, protozoa en-wormeieren.

F-specifieke fagen: indicator voor virussen

6

ANALYSERESULTATEN

6.1 INLEIDING

In dit hoofdstuk worden de analyseresultaten gepresenteerd.

Eerst worden de analyseresultaten die noodzakelijk zijn conform de meststoffenwetgeving gepresenteerd. Volgens de meststoffenwetgeving worden de landbouwkundige waarden vastgesteld en de gehalten aan zware metalen en arseen en een selectie van organische microverontreinigingen. Daarna worden de resultaten van een brede screening op overige organische microverontreinigingen besproken. Deze analyses zijn uitgevoerd op grond van een maatschappelijke verantwoordelijkheid van de waterschappen. Tot slot wordt ingegaan op de concentraties pathogenen in de verschillende slib- en struvietmonsters.

6.2 WAARDEGEVENDE BESTANDDELEN CONFORM MESTSTOFFENWET

Analyses op waardegevende bestanddelen en verontreinigingen conform de meststoffenwet zijn alleen uitgevoerd op monsters zonder opschoning (alleen in eerste analyseronde).

6.2.1 VISUELE BEOORDELING

Vanuit de meststoffenwetgeving is vereist dat meststoffen bruikbaar en gelijkmatig van samenstelling zijn. De producten (zonder voorzuivering) afkomstig van de vier rwzi's bestonden uit kristallen en andere kleine bestanddelen. Daarmee zijn de producten in principe wel gelijkmatig te verdelen en dus 'bruikbaar' in de praktijk. De producten worden in een continu productieproces gewonnen, waardoor aannemelijk is dat verschillende partijen vanuit een locatie in essentie in tijd heterogeen van samenstelling zullen zijn. De producten kunnen beschouwd worden als bruikbaar en gelijkmatig van samenstelling.

In de huidige vorm zullen de producten lastig uit te rijden zijn met gangbare landbouwmachines die zijn ingesteld op homogene korrels of poeder. Een nabewerking (e.g. opstromen, drogen, zeven, homogeniseren, korrelen of vermalen) is wenselijk om tegemoet te komen aan de praktijkwensen.

6.2.2 ANALYSERESULTATEN WAARDEGEVENDE BESTANDDELEN

De analyseresultaten van laboratorium LUFA Nord-West voor waardegevende bestanddelen zijn opgenomen in bijlage 1. In Tabel 6.1 zijn de gehalten aan landbouwkundig relevante parameters gegeven. De gehalten zijn uitgedrukt in de landbouwkundig gangbare notaties (i.e. P_2O_5 in plaats van PO_4 en MgO in plaats van Mg).

TABEL 6.1 GEHALTE AAN LANDBOUWKUNDIG RELEVANTE BESTANDDELEN IN HET STRUVIET. DE WAARDEGEVENDE BESTANDDELEN ZIJN BEPAALD IN HET ONGEDROOGDE ONGEZUIVERDE PRODUCT (ER IS ÉÉN MONSTER PER LOCATIE ONDERZOEKT)

Bestanddeel	Eenheid	Amsterdam West	Echten	Leuven	Land van Cuijk	Zuiver struviet***
Droge stof (40°C)	%	87,6	99,9	90,8	94,4	
Droge stof (105°C)	%	58,3	77,3	52,1	52,8	
Organische stof*	%	8,8	4,4	8,4	<1	
N-totaal	g N per kg	18,6	30	18,2	52,3	57,1
P ₂ O ₅ -mineraalzuur	g P ₂ O ₅ per kg	200	171	249	290	289
P ₂ O ₅ NAC**	g P ₂ O ₅ per kg	196	153	251	270	
P ₂ O ₅ water	g P ₂ O ₅ per kg	67,4	4,9	108	5	
MgO	g MgO per kg	106	99	131	170	164
CaO	g CaO per kg	9,5	6,0	2,3	1,4	

* berekend uit TOC onder aanname OS=2*TOC

** NAC = neutraal ammoniumcitraat en water

*** gehalten in zuiver struviet berekend uit molecuulformule

Droge stof

De droge stofgehalten die gemeten zijn na drogen bij een temperatuur van 105°C zijn duidelijk lager dan die na drogen bij een temperatuur van 40°C. De hoeveelheid ammonium in een struvietkristal is 7% van het totale molecuulgewicht en de hoeveelheid kristalwater is 44% van het totale molecuulgewicht van struviet (samen 51%). Bij de droging op 105°C zijn blijkbaar vrijwel alle ammonium en kristalwater uit de kristallen verdwenen. Dit toont de ongeschiktheid van de standaardmethode (drogen bij 105°C) voor de bepaling van het droge stof gehalte aan.

6.2.3 UITKOMSTEN TOETSING WAARDEGEVENDE BESTANDDELEN CONFORM MESTWETGEVING

Gehalten P₂O₅, MgO en N

In Tabel 6.2 zijn de gehalte aan N, P₂O₅ en MgO in de verschillende struvietproducten uitgedrukt op droge stof basis.

TABEL 6.2 GEHALTE AAN LANDBOUWKUNDIG RELEVANTE BESTANDDELEN IN HET STRUVIET. DE WAARDEGEVENDE BESTANDDELEN ZIJN UITGEDRUKT IN % VAN HET GEDROOGDE PRODUCT (40°C) (ER IS ÉÉN MONSTER PER LOCATIE ONDERZOEKT).

Bestanddeel	Eenheid	Amsterdam West	Echten	Leuven	Land van Cuijk	Zuiver struviet*
N-totaal	g N per kg	21,2	30,0	20,0	55,4	57,1
P ₂ O ₅ -mineraalzuur	g P ₂ O ₅ per kg	228	171	274	307	289
MgO	g MgO per kg	121	99	144	180	164

* gehalten in zuiver struviet berekend uit molecuulformule

Het gehalte P₂O₅-mineraalzuur geeft het gehalte aan P₂O₅-totaal. De gehalten aan P₂O₅-totaal in de producten lopen sterk uiteen.

Het product van Land van Cuijk heeft gehalten aan zowel P₂O₅, MgO en N die overeenkomen met die in zuiver struviet. Bij de drie andere producten uit Echten, Leuven en Amsterdam West zijn de gehalten aan P₂O₅, MgO en N lager dan bij zuiver struviet.

De struvieten uit Amsterdam West en Leuven hebben daarnaast een beduidend hoger organische stofgehalte, hogere gehalten P₂O₅-oplosbaar in water, en lagere N-gehalten dan zuiver struviet.

Bij de struvieten uit Amsterdam West en Leuven is de onderlinge verhouding tussen, MgO, N en P_2O_5 afwijkend van die van zuiver struviet: een ratio 5-1-10, waar deze ratio bij zuiver struviet 6-2-10 is. Dit wijst erop dat er naast zuiver struviet ook andere producten aanwezig zijn. Uitgaande van een vaste verhouding tussen de bestanddelen kan op basis van de gehalten aan N in de struvietmonsters het gehalte aan struviet berekend worden.

Het gehalte aan N in zuiver struviet is 5,7%, ofwel per gram N kan er 17,54 gram struviet gevormd zijn. Het aldus berekende gehalte struviet per kilogram droog product is 352 gram bij Leuven, 372 gram bij Amsterdam-West, 527 gram bij Echten en 971 gram bij Land van Cuijk. Het aandeel zuiver struviet in het eindproduct is onder meer afhankelijk van de pH en initiële gehalten aan ammonium, fosfaat en magnesium⁸. Het struviet van Land van Cuijk is gewonnen uit rejectiewater, waarbij de condities goed gehandhaafd kunnen worden en de kristallisatie relatief weinig verstoord wordt door andere elementen. De andere struvietproducten zijn gewonnen uit zuiveringsslib, waarbij de condities minder goed gehandhaafd kunnen worden, er meer versturende elementen aanwezig zijn die de kristallisatie van struviet beïnvloeden, en met het zuiveringsslib ook andere vaste bestanddelen meegevoerd worden die samen met de struviet neerslaan. Bovendien waren ook andere vaste bestanddelen in de monsters aanwezig naast struviet, zoals zaden en pitjes. Mogelijk ligt hier een verklaring voor de verschillen in struvietgehalten tussen de monsters. Voor het struviet van Leuven werd door de producent nog opgemerkt dat er bij drogen in de zon de temperatuur opgelopen kan zijn tot boven de 40°C, waardoor vervluchtiging van N opgetreden kan zijn.

Het verdient aanbeveling bij de productie van struviet te sturen op de zuiverheid van het eindproduct.

Daarnaast verdient het aanbeveling de analyses te herhalen in een tijdreeks. De hier besproken resultaten zijn gebaseerd op een enkel struvietmonster, en zijn daarmee mogelijk niet representatief.

Beschikbaarheid van fosfaat

Vanuit de meststoffenwetgeving moet het gehalte aan P_2O_5 -totaal in meststoffen aangegeven worden. Deze geeft echter niet de beschikbaarheid van fosfaat voor het gewas na toedienen aan. De extracties in water en neutraal ammoniumcitraat geven een goede indicatie voor de hoeveelheid beschikbare fosfaat (Roy et al. 2006). De fractie P_2O_5 wateroplosbaar geeft de direct beschikbare fosfaat aan, en de fractie P_2O_5 oplosbaar in neutraal ammoniumcitraat correleert met de hoeveelheid die opgenomen kan worden gedurende groeiseizoenen.

Het gehalte aan P_2O_5 dat in water oplosbaar is in de monsters uit Amsterdam West en Leuven is aanzienlijk hoger (68-108 g P_2O_5 / kg) dan bij zuiver struviet (<20 g P_2O_5 /kg) en ook dan bij de monsters uit Echten en Land van Cuijk. De verschillen in gehalten P_2O_5 wateroplosbaar is te hoog om verklaard te kunnen worden uit de verschillen in gehalten organische stof. Het P-gehalte van organische stof is algemeen <1%. Deze resultaten duiden erop dat de producten van Amsterdam West en Leuven naast struviet ook andere vaste producten bevatten. Dit werd ook opgemerkt bij de opschoningsstap van fase 3, waar naast verontreinigingen ook insluitingen in de kristallen en overige bestanddelen werden gevonden.

6.2.4 CONCLUSIES TOETSING WAARDEGEVENDE BESTANDDELEN AAN DE MESTWETGEVING

De struvieten kunnen beschouwd worden als gelijkmatig en bruikbaar van samenstelling. Bij de meststofcategorie 'herwonnen fosfaten' zijn geen minimale waarden voorgeschreven voor

⁸ Gaddekar S. & Pullammanappallil P. 2009 Validation and Applications of a Chemical Equilibrium Model for Struvite Precipitation. Environmental Modeling and Assessment 15(3):201-209

de gehalten aan waardegevende bestanddelen. Wel is bij de omschrijving voor struviet opgenomen dat het struviet hoofdzakelijk uit magnesiumammoniumfosfaat dient te bestaan. In zuivere vorm bevat struviet 16% MgO, 5,7% N en 28,9% P_2O_5 in een vaste verhouding 6-2-10. De hier onderzochte struvietmonsters bevatten op droge stof basis 9,9-18% MgO, 2,0-5,5% N en 17,1-30% P_2O_5 . De hieruit berekende gehalten aan zuiver magnesiumammoniumfosfaat in de struvietmonsters lopen uiteen van 35% bij Leuven, 37% voor Amsterdam-West, 53% bij Echten tot 97% bij Land van Cuijk.

Aanbevolen wordt om bij de productie te sturen op de zuiverheid van het eindproduct, en de metingen te herhalen met een tijdreeks.

6.3 DROGE STOFGEHALTEN

6.3.1 ANALYSERESULTATEN ZONDER VOORZUIVERING

De verschillende analyses zijn uitgevoerd door verschillende laboratoria. De bepaling van het droge stofgehalte is daarbij door de verschillende laboratoria meegenomen. Voor standaardbepalingen aan zware metalen en organische verontreinigingen is het noodzakelijk de monsters te drogen bij 105°C. Bij die temperatuur is het struviet gedehydrateerd en is er ammonium ontweken. Er is dan geen sprake meer van struviet, maar wel van magnesiumfosfaat. Wanneer de aangetroffen gehalten contaminanten gekoppeld worden aan het fosfaatgehalte is dit geen probleem, maar men moet zich dit wel realiseren om rekenfouten te vermijden.

Om het droge stofgehalte van struviet te bepalen kan maximaal gedroogd worden bij 40°C. In Tabel 6.3 zijn de verschillende droge stofbepalingen met elkaar vergeleken.

TABEL 6.3

DROGE STOFGEHALTE BIJ VERSCHILLENDE LABORATORIA (ER IS ÉÉN MONSTER PER LOCATIE ONDERZOCHT).

		Amsterdam West	Echten	Leuven	Land van Cuijk
Droge stof (40 °C) LUFA	%	87,6	99,9	90,8	94,4
Droge stof (40 °C) KWR	%	87,5	100	79,7	
Droge stof (40 °C) VITO	%	87,9	99,8	81,3	

Er zijn maar kleine verschillen tussen de droge stofbepalingen van de monsters Amsterdam West en Echten door de verschillende laboratoria. Bij de monsters uit Leuven worden wel verschillen tussen de droge stofbepalingen door de verschillende laboratoria gevonden. Voor het drogen op 40°C bestaat geen standaard voorschrift; mogelijk zijn door de laboratoria verschillende droogtijden aangehouden, resulterend in een verschillend droge stof gehalte. Het verdient daarom aanbeveling met tussentijdse gewichtsbepalingen vast te stellen in hoeverre het monster voldoende gedroogd is.

6.4 VERONTREINIGINGEN CONFORM MESTSTOFFENWETGEVING (ZWARE METALEN EN ORGANISCHE MICROVERONTREINIGINGEN)

6.4.1 ANALYSERESULTATEN ZONDER VOORZUIVERING

De analyseresultaten van zware metalen en organische microverontreinigingen van de analyses conform de meststoffenwetgeving zijn opgenomen in bijlage 1.

In Tabel 6.4 zijn de gehalten zware metalen, arseen en organische microverontreinigingen zoals voorgeschreven in het UBM voor de vier struvietmonsters gegeven, waarbij de gehalten

zoals bepaald in gewicht na droging bij 105°C zijn omgerekend naar gehalten in gewicht na drogen bij 40°C.

TABEL 6.4 DE GEHALTES AAN ZWARE METALEN EN ARSEEN EN ORGANISCHE MICROVERONTREINIGINGEN IN DE ONDERZOCHE STRUVIETEN (ENKELVOUDIGE BEMONSTERINGEN PER LOCATIE) ZOALS GEMETEN DOOR LUFA NORD WEST.

	Gehalten in mg per kg droge stof (40°C)			
	Amsterdam West uit uitgestigt slib	Echten uit uitgestigt slib	Leuven uit uitgestigt slib	Land van Cuijk uit rejectiewater
Zware metalen				
Cd	0,11	0,10	<0,06	<0,11
Cr	10,64	16,02	5,74	5,0
Cu	20,62	7,01	4,02	<2,12
Hg	0,06	0,03	0,27	<0,01
Ni	10,64	8,05	<1,15	3,0
Pb	17,96	2,32	1,43	<1
Zn	71,85	21,05	23,52	3,0
As	0,66	0,36	0,18	<0,11
Organische microverontreinigingen				
Σ PCDD/PCDF	<0,000	<0,000	<0,000	<0,000
α-HCH	<0,007	<0,008	<0,006	<0,011
β-HCH	<0,007	<0,008	<0,006	<0,011
γ-HCH (lindaan)	<0,007	<0,008	<0,006	<0,011
HCB	<0,007	<0,008	<0,006	<0,011
Aldrin	<0,007	<0,008	<0,006	<0,011
Dieldrin	<0,007	<0,008	<0,006	<0,011
Σ aldrin/dieldrin	<0,013	<0,015	<0,011	<0,022
Endrin	<0,007	<0,008	<0,006	<0,011
Isodrin	<0,007	<0,008	<0,006	<0,011
Σ endrin/isodrin	<0,013	<0,015	<0,011	<0,022
Σ DDT + DDD + DDE	<0,007	<0,008	<0,006	<0,088
PCB-28	<0,007	<0,008	<0,006	<0,011
PCB-52	<0,007	<0,008	<0,006	<0,011
PCB-101	<0,007	0,008	<0,006	<0,011
PCB-118	<0,007	<0,008	<0,006	<0,011
PCB-138	<0,007	<0,008	<0,006	<0,011
PCB-153	<0,007	<0,008	<0,006	<0,011
PCB-180	<0,007	<0,008	<0,006	<0,011
Σ 6-PCB (excl. PCB-118)	<0,004	<0,046	<0,034	<0,066
Naftaleen	0,067	<0,039	<0,029	<0,053
Fenanthreen	1,251	<0,039	<0,029	<0,053
Antraceen	0,193	<0,039	<0,029	<0,053
Fluoranteen	2,016	<0,060	<0,029	<0,053
Benzo(a)antraceen	0,911	<0,039	<0,029	<0,053
Chryseen	0,659	<0,039	<0,029	<0,053
Benzo(k)fluoranteen	0,339	<0,039	<0,029	<0,053
Benzo(a)pyreen	0,605	<0,039	<0,029	<0,053
Benzo(g,h,i)peryleen	0,366	<0,039	<0,029	<0,053
Indeno(1,2,3-c,d)pyreen	0,399	<0,039	<0,029	<0,053
Σ 10-PAK	9,447	<0,060	<0,029	<0,053
Minerale olie	74,5	<77,4	57,4	1.062

6.4.2 UITKOMSTEN TOETSING VERONTREINIGINGEN CONFORM MESTWETGEVING EN ANALYSES

Uit deze analyseresultaten zijn de gehalten aan zware metalen, arseen en organische microverontreinigingen omgerekend zodat deze uitgedrukt worden per kg P₂O₅. Bij de omrekening is rekening gehouden met het feit dat het fosfaatgehalte bepaald is op een vers product (zonder droging) en de gehalten contaminanten bepaald zijn op monsters die gedroogd zijn bij 105°C met een veel lager droge stofgehalte. Omdat bij verhitting tot 105°C P niet verdwijnt is uitdrukking van de contaminanten ten opzichte van P een constante.

Deze omgerekende gehalten zijn weergegeven in Tabel 6.5 waarbij tevens een vergelijking wordt gemaakt (in percentages) met de maximaal toelaatbare gehalten. Daarbij moet worden bedacht dat voor het merendeel van de organische microverontreinigingen is gerekend met de opgegeven detectielimiet van de bepaling. De werkelijke waarde ligt lager.

TABEL 6.5 MAXIMALE TOELAATBARE GEHALTES VOOR ZWARE METALEN, ARSEEN EN ORGANISCHE MICROVERONTREINIGINGEN IN STRUVIET PER KG FOSFAAT (BIJLAGE II, TABEL 1 VAN HET UITVOERINGSBESLUIT MESTSTOFFENWET), EN DE GEHALTES IN DE ONDERZOCHE STRUVIETEN (ENKELVOUDIGE BEMONSTERINGEN PER LOCATIE).

	Gehalten in mg per kg P2O5								
	Norm UBM	Amsterdam West uit uitgest gist slib		Echten uit uitgest gist slib		Leuven uit uitgest gist slib		Land van Cuijk uit rejectiewater	
Zware metalen									
Cd	31	0,50	2%	0,59	2%	0,21	1%	0,36	1%
Cr	1.875	46,64	2%	93,57	5%	20,92	1%	16,28	1%
Cu	1.875	90,37	5%	40,96	2%	14,65	1%	6,90	0%
Hg	19	0,26	1%	0,18	1%	0,98	5%	0,03	0%
Ni	750	46,64	6%	47,01	6%	4,18	1%	9,77	1%
Pb	2.500	78,71	3%	13,56	1%	5,23	0%	3,26	0%
Zn	7.500	314,82	4%	122,96	2%	85,79	1%	9,77	0%
As	375	2,89	1%	2,12	1%	0,65	0%	0,36	0%
Organische microverontreinigingen									
Σ PCDD/PCDF	0,019	0,003	15%	0,004	23%	0,002	11%	0,00	0%
α-HCH	310	0,03	0%	0,05	0%	0,02	0%	0,04	0%
β-HCH	12	0,03	0%	0,05	0%	0,02	0%	0,04	0%
γ-HCH (lindaan)	1,2	0,03	2%	0,05	4%	0,02	2%	0,04	3%
HCB	31	0,03	0%	0,05	0%	0,02	0%	0,04	0%
Aldrin	7	0,03	0%	0,05	1%	0,02	0%	0,04	1%
Dieldrin	7	0,03	0%	0,05	1%	0,02	0%	0,04	1%
Σ aldrin/dieldrin	7	0,06	1%	0,09	1%	0,04	1%	0,07	1%
Endrin	7	0,03	0%	0,05	1%	0,02	0%	0,04	1%
Isodrin	7	0,00	0%	0,00	0%	0,00	0%	0,04	1%
Σ endrin/isodrin	7	0,00	0%	0,00	0%	0,00	0%	0,07	1%
Σ DDT+DDD+DDE	23	0,00	0%	0,00	0%	0,13	1%	0,29	1%
PCB-28	18,5	0,03	0%	0,05	0%	0,02	0%	0,04	0%
PCB-52	18,5	0,03	0%	0,05	0%	0,02	0%	0,04	0%
PCB-101	75	0,03	0%	0,05	0%	0,02	0%	0,04	0%
PCB-118	75	0,00	0%	0,00	0%	0,00	0%	0,04	0%
PCB-138	75	0,03	0%	0,05	0%	0,02	0%	0,04	0%
PCB-153	75	0,03	0%	0,05	0%	0,02	0%	0,04	0%
PCB-180	75	0,03	0%	0,05	0%	0,02	0%	0,04	0%
Σ 6-PCB (excl.PCB-118)	375	0,03	0%	0,00	0%	0,13	0%	0,21	0%
Naftaleen	600	0,29	0%	0,23	0%	0,10	0%	0,17	0%

	Norm UBM	Gehalten in mg per kg P205							
		Amsterdam West uit uitgestigt slib		Echten uit uitgestigt slib		Leuven uit uitgestigt slib		Land van Cuijk uit rejectiewater	
Fenanthreen	750	5,48	1%	0,23	0%	0,10	0%	0,17	0%
Antraceen	600	0,85	0%	0,23	0%	0,10	0%	0,17	0%
Fluoranteen	185	8,83	5%	0,35	0%	0,10	0%	0,17	0%
Benzo(a)antraceen	230	3,99	2%	0,23	0%	0,10	0%	0,17	0%
Chryseen	230	2,89	1%	0,23	0%	0,10	0%	0,17	0%
Benzo(k)fluoranteen	270	1,49	1%	0,23	0%	0,10	0%	0,17	0%
Benzo(a)pyreen	290	2,65	1%	0,23	0%	0,10	0%	0,17	0%
Benzo(g,h,i)peryleen	210	1,60	1%	0,23	0%	0,10	0%	0,17	0%
Indeno(1,2,3-c,d)pyreen	235	1,75	1%	0,23	0%	0,10	0%	0,17	0%
Σ 10-PAK	11.500	41,4	0%	0,4	0%	0,1	0%	0,17	0%
Minerale olie	935.000	326	0%	452	0%	209	0%	3457	0%

De schuingedrukte waarden geven de gehalten zware metalen in de struvieten ten opzichte van de maximaal toelaatbare gehalten.

6.4.3 CONCLUSIE VERONTREINIGINGEN CONFORM MESTSTOFFENWET

De gehalten van zware metalen, arseen en organische microverontreinigingen in de producten liggen ver onder de maximaal toelaatbare gehalten. Bij de organische microverontreinigingen is in veel gevallen gerekend met de detectielimiet van de bepalingen; de werkelijke waarden kunnen nog lager zijn. De struvieten voldoen ruimschoots aan de wettelijke norm voor zware metalen, arseen en organische microverontreinigingen.

6.5 OVERIGE ORGANISCHE MICROVERONTREINIGINGEN

In paragraaf 6.4 zijn de analyseresultaten besproken van de analyses op zware metalen en organische microverontreinigingen voor zover voorgeschreven door de mestwetgeving. In deze paragraaf worden de resultaten besproken van de brede screening op mogelijk aanwezige overige organische microverontreinigingen, zoals geneesmiddelen.

6.5.1 EISEN MESTWETGEVING

Voor de organische microverontreinigingen zijn de criteria bepaald via Artikel 17a, tweede lid, van het UBM. De maximaal toelaatbare gehalten aan organische microverontreinigingen zijn gelijk aan de waarden die gelden voor overige organische meststoffen (UBM, bijlage II tabel 4).

Dit betekent dat naast de analyses die beschreven zijn in paragraaf 6.4 geen aanvullende analyses op organische microverontreinigingen noodzakelijk zijn. Om er toch zeker van te zijn dat er geen onaanvaardbare gehalten nog onbekende organische microverontreinigingen zoals bijvoorbeeld geneesmiddelen voorkomen is een brede screening uitgevoerd.

6.5.2 ANALYSERESULTATEN ZONDER VOORZUIVERING

De analyses zijn uitgevoerd met LC/MS (Orbitrap) en GCMS (voor toelichting, zie ook Bijlage 4).

De analyseresultaten van KWR zijn opgenomen in Bijlage 2. De analyseresultaten zijn samengevat in Tabel 6.6.

TABEL 6.6 ANALYSERESULTATEN BREDE SCREENING ORGANISCHE COMPONENTEN (LCMS EN GCMS) IN NIET OPGESCHOONDE MONSTERS (ENKELVOUDIGE BEMONSTERINGEN PER LOCATIE). AAN DE LINKERKANT DE ANALYSERESULTATEN (PER KG DROGE STOF, GEDROOGD BIJ 40°C). AAN DE RECHTERKANT DE GEHALTEN OMGEREKEND PER KG P₂O₅

	Analyseresultaten								Omrekening naar fosfaatgehalte			
	Waternet*		Echten*		Leuven*		Land van Cuijk **		Waternet	Echten	Leuven	Land van Cuijk
drooggewicht bij 40oC % (KWR)		87,5		100		79,7		94				
Totaal organisch koolstof % Cds (VITO)***		3,69		0,30		0,32		0,30				
P205 totaal (ongedroogd) (LUFA)g/kg		200		171		249		290				
Orbitrap LC/MS analyse (KWR)	aantal stoffen	mg/kg ds 40°C	aantal stoffen	mg/kg ds 40°C	aantal stoffen	mg/kg ds 40°C	aantal stoffen	mg/kg ds 40°C	mg/kg P ₂ O ₅	mg/kg P ₂ O ₅	mg/kg P ₂ O ₅	mg/kg P ₂ O ₅
stikstofverbindingen	4	0,24-0,85	1	0,05	2	0,02-0,06	1	0,01	1,05-3,7	0,3	0,06-0,19	0,03
N0 verbindingen	1	0,44	0		3	0,02-0,03			1,9		0,06-0,09	
zuurstofverbindingen	3	0,22-1,3	7	0,02-0,24	1	0,04	12	0,03-0,13	1,0-5,7	0,12-1,4	0,1	0,1-0,45
onbekende stikstof of zuurstofverbinding							1	0,06				0,17
onbekende verbindingen	3	0,2	3	0,03-0,05	15	0,02-0,08			0,9	0,18-0,29	0,06-0,25	
metoprolol		0,04							0,2			
tris-2-chloorisopropylfosfaat				0,03						0,2		
GC/MS analyse (KWR)	aantal stoffen	mg/kg ds 40°C	aantal stoffen	mg/kg ds 40°C	aantal stoffen	mg/kg ds 40°C	aantal stoffen	mg/kg ds 40°C	mg/kg P ₂ O ₅	mg/kg P ₂ O ₅	mg/kg P ₂ O ₅	mg/kg P ₂ O ₅
onbekende alifatische verbinding	1	0,18	6	1,2-4,3	3	0,34-0,47	24	0,1-8,0	0,8	7,0-25	1,09-1,5	0,3-30,7
onbekende mogelijk cyclische verbinding							3	1,6-1,8				5,5-6,2
onbekende verbinding			1	1,4						8,2		
onbekende stikstofverbinding			1	1,2						7,0		
onbekende alifatische amine			1	10,2						59,6		
E-1-fenyl-1-buteen						0,47					1,5	
cyclisch zwavel S6						1,6					5,1	
tetradecaanzuur						1,5					4,8	
fenantreen of anthraceen (PAK)						0,33					1,1	
cyclisch zwavel S7						0,81					2,6	
2-heptadecanon						1,9					6,1	
n-hexadezaanzuur				6,6		11				38,6	35,2	
cyclisch zwavel S8		0,73				2,9			3,2		9,3	
naftaleen D8								0,5				1,7
fluorantheen						0,72					2,3	
pyreen						0,49					1,6	
ethyl 9,12,15-octadecatrienoaat						0,82					2,6	
diisooctylftalaat		0,54				0,64			2,4		2,0	
cyclisch zwavel S8												
decanal				2,1						12,3		
1-chloordecaan				4,4						25,7		
tetradecaan (mogelijk)				8				9,6				33,1
pentadecaan				4,3								
p-tert-butyl-phenol of isomeer								1,5				5,2
mogelijk 3αα, 6αα, 9αα, 9ββ-perhydrophenalene								2,9				10
mogelijk 4,8-dimethyl-tridecane								2,6				9
decahydro-4,4,8,9,10-pentamethylnaphtalene								2,1				7,2
4-methyltetradecaan								2,8				9,7
anthraceen-D10								0,5				1,7

* Geanalyseerd in fase 2

** Geanalyseerd in fase 3

*** De gehalten organische stof zoals bepaald in het niet opgeschoonde monster maar waar wel de grove stukken organische stof reeds handmatig zijn verwijderd.

Geneesmiddelen

In het monster uit Amsterdam West is een gehalte metoprolol (bètablokker) aangetroffen van 0,4 mg/kg ds (40°C). Bij de monsters van de andere drie locaties zijn geen geneesmiddelen geïdentificeerd.

De geneesmiddelen die in het project ZORG⁹ zijn aangetroffen in influenten en effluenten van rwzi's zijn aangeleverd aan het laboratorium ter verificatie in hoeverre deze geneesmiddelen aanwezig kunnen zijn in de struvieten. Het betreft de volgende geneesmiddelen.

Metformine	Pipamperon	Dipyridamol
Metoprolol	Gemfibrozil	Lidocaïne
Gabapentine	Naproxen	Bezafibraat
Sotalol	Clozapine	Trimethoprim
Oxazepam	Diclofenac	Sulfamethoxazol
Carbamazepine	Levetiracetam	Azitromycine
Ketoprofen	Quetiapine	Ibuprofen

Het laboratorium geeft aan dat behalve de aanwezigheid van metoprolol in het monster uit Amsterdam West er geen aanwijzingen voor de aanwezigheid van één van de overige geneesmiddelen uit bovenstaande opsomming.

Overige componenten

- Amsterdam West. In het monster van Amsterdam West komen geen overige organische verbindingen voor in gehalten >1,3 mg/kg ds.
- Echten. In het monster van Echten zijn veel onbekende semivluchtige apolaire componenten (GCMS) aangetroffen in gehalten rond 1 mg/kg ds. Hogere gehalten tot 10 mg/kg ds komen voor van een onbekende amine, hexadecaanzuur, decanal, chloordecaan, teradecaan en pentadecaan.
- Leuven. In het monster van Leuven is, naast onbekende verbindingen en enkele PAK in een gehalte rond 1 mg/kg ds, hexadecaanzuur in een gehalte van 11 mg/kg ds aangetroffen.
- Land van Cuijk. In het monster van Land van Cuijk zijn veel onbekende zuurstofhoudende verbindingen (12 stuks, maximaal 0,13 mg/kg ds) en onbekende alifatische verbindingen (24 stuks, maximaal 8,9 mg/kg ds) aangetroffen. Verder valt het relatief hoge gehalte tetradecaan (ook een alifatische verbinding) op (9,6 mg/kg ds).

6.5.3 ANALYSERESULTATEN MET VOORZUIVERING

In fase 3 zijn de monsters uit Amsterdam West, Echten en Leuven opgeschoond, dat wil zeggen zoveel mogelijk ontdaan van verontreinigingen zoals pitjes en takjes, met het doel om zo zuiver mogelijke kristallen te analyseren. Voor de wijze van voorzuivering, zie Bijlage 5. Het monster uit Land van Cuijk is niet opgeschoond omdat dit visueel niet zo veel verontreinigingen bevatte, mede door de andere wijze van productieproces (uit rejectiewater).

TABEL 6.7 ANALYSERESULTATEN BREDE SCREENING ORGANISCHE COMPONENTEN (LCMS EN GCMS) IN OPGESCHOONDE MONSTERS (ENKELVOUDIGE BEMONSTERINGEN PER LOCATIE). AAN DE LINKERKANT DE ANALYSERESULTATEN (PER KG DROGE STOF, GEDROOGD BIJ 40 °C). AAN DE RECHTERKANT DE GEHALTEN OMGEREKENDE PER KG P_2O_5

	Analyseresultaten						Omrekening naar fosfaatgehalte		
	Amsterdam **		Echten**		Leuven**		Amsterdam	Echten	Leuven
P205 totaal (gedroogd bij 40°C) (VITO) g/kg	290,0		300		290				
Orbitrap LC/MS analyse (KWR)	aantal	mg/kg	aantal	mg/kg	aantal	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
	stoffen	ds 40°C	stoffen	ds 40°C	stoffen	ds 40°C	P_2O_5	P_2O_5	P_2O_5
obekende stikstofverbinding		0,02		0,04			0,07	0,10	
onbekende NO verbinding		0,02		0,02		0,02	0,07	0,07	0,07
tris-2-chloorisopropylfosfaat		0,02		0,02			0,07	0,07	
GC/MS analyse (KWR)	aantal	mg/kg	aantal	mg/kg	aantal	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
	stoffen	ds 40°C	stoffen	ds 40°C	stoffen	ds 40°C	P_2O_5	P_2O_5	P_2O_5
onbekende alifatische verbinding	1	0,1	1	0,2	3	0,1-0,33	0,3	0,7	0,3-1,1
cyclisch zwavel S6				0,46				1,5	
naftaleen-D8		0,5		0,5		0,49	1,7	1,7	1,7
p-tert-butyl-phenol of isomeer		1,05		1,23		1,26	3,6	4,1	4,2
anthraceen-D10		0,5		0,5		0,49	1,7	1,7	1,7

Geneesmiddelen

Het geneesmiddel metoprolol dat in het ongezuiverde monster van Amsterdam West is aangetroffen, is in de opgeschoonde monsters niet meer aangetroffen. Er zijn ook geen andere geneesmiddelen aangetroffen.

Overige componenten

Bij de monsters van alle drie locaties kan gesteld worden dat veel minder bekende en onbekende verbindingen zijn aangetroffen en dat de gehalten van de aangetroffen verbindingen veel lager zijn dan bij de ongezuiverde monsters. Het maximaal aangetroffen gehalte is p-tert-butyl-phenol of isomeer 1,26 mg/kg ds (40°C).

6.5.4 UITKOMSTEN ANALYSES OVERIGE ORGANISCHE MICROVERONTREINIGINGEN GERELATEERD AAN NORMEN MESTSTOFFENWETGEVING

Voor organische microverontreinigingen zijn maximale waarden vastgelegd via Artikel 17a, tweede lid, van het UBM. Deze zijn voor herwonnen fosfaten gelijk aan de waarden die gelden voor overige organische meststoffen (UBM, bijlage II tabel 4). Deze maximale waarden zijn gekoppeld aan het waardegevend bestanddeel dat de gift bepaalt. In het geval van struviet is fosfaat het waardegevend bestanddeel dat de gift bepaalt. Dit betekent dat analyseresultaten omgerekend moeten worden naar mg/kg P_2O_5 .

De maximale waarden van de stoffen waarop volgens de mestwetgeving geanalyseerd moet worden zijn weergegeven in Tabel 4.2. Met uitzondering van de PAK's zijn voor de stoffen die bij de brede screening zijn aangetroffen geen maximale waarden beschikbaar en in principe is het voor de mestwetgeving ook niet noodzakelijk op andere stoffen dan die zijn weergegeven in Tabel 4.2 te analyseren. Om toch iets te kunnen zeggen over de aangetroffen gehalten van de stoffen uit de brede screening worden de stoffen uit de brede screening hieronder gerelateerd aan normen van andere stoffen uit Tabel 4.2. Hiertoe zijn de analyseresultaten van de stoffen uit de brede screening eerst omgerekend naar een gehalte per kg P_2O_5 (rechter helft Tabel 6.6 en Tabel 6.7).

Geneesmiddelen

Het gehalte metoprolol in het ongezuiverde monster van Amsterdam West is ruim beneden de norm voor bestrijdingsmiddelen als HCH en de drins (stoffen met relatief lage maximale waarden). Verwacht wordt daarom dat de metoprolol niet leidt tot risico's voor het milieu. In de opgeschoonde monsters komt dit geneesmiddel niet meer voor.

PAK's

De omgerekende gehalten van de PAK die in de brede screening zijn aangetroffen (naftaleen, fenantreen, anthraceen, fluorantheen en pyreen) in zowel ongezuiverde als opgeschoonde monsters liggen ruim beneden de toegestane maximale waarden.

Bij de monsters die door het laboratorium van LUFA zijn geanalyseerd (zie Tabel 6.4) liggen de PAK-gehalten ook ruim beneden de toegestane maximale waarden.

Overige componenten

Er is een aantal overige geïdentificeerde en niet geïdentificeerde componenten uit de brede screening waarvoor geen directe toetsing mogelijk is omdat de stof niet bekend is of omdat er geen toetswaarden voor beschikbaar zijn.

Van de organische stoffen waarvoor in de mestwetgeving wel toetsingswaarden beschikbaar

zijn (Tabel 4.2) liggen de toetswaarden voor de organische componenten overwegend boven 7 mg/kgP₂O₅¹⁰. De gehalten van alle organische componenten uit de geanalyseerde opgeschoonde monsters liggen beneden deze toetswaarde van 7 mg/kgP₂O₅.

Het monster van Land van Cuijk (uit rejectiewater) bevatte veel minder visueel zichtbare verontreinigingen dan de monsters van de overige drie locaties; dit monster is niet opgeschoond. In dit niet opgeschoonde monster komen onbekende en bekende alifatische componenten voor in omgerekende gehalten tot > 25 mg/kg. P₂O₅ (40 °C).

Lokalisatie verontreinigingen

Niet opgeschoonde monsters

De niet opgeschoonde monsters van de locaties Amsterdam West, Echten en Leuven zijn ontstaan van de meest grove bestanddelen zoals takjes maar bevatten nog steeds veel visueel zichtbare verontreinigingen (zie ook foto's in paragraaf 5.2.3), zoals hout, zaden, plasticdeeltjes.

Het monster uit Land van Cuijk is visueel veel schoner. Het productieproces verschilt hier van de overige locaties (uit rejectiewater en niet uit uitgegist slib).

In deze niet opgeschoonde monsters van de locaties Echten, Leuven en Land van Cuijk komen omgerekende gehalten onbekende organische componenten voor van > 25 mg/kg ds (40 °C).

Opgeschoonde monsters

In de opgeschoonde monsters van de locaties Amsterdam West, Echten en Leuven zijn visueel zichtbare verontreinigingen grotendeels afwezig, al zijn bij enkele kristallen insluitsels zichtbaar.

Het aantal aanwezige organische microverontreinigingen en ook de gehalten zijn in de opgeschoonde monsters beduidend lager dan de gehalten in de niet opgeschoonde monsters.

In de opgeschoonde monsters is p-tert-butyl-phenol of isomeer de stof die voorkomt in het hoogste omgerekende gehalte, n.l. 4,2 mg/kg ds (40 °C).

6.5.5 CONCLUSIE OVERIGE ORGANISCHE MICROVERONTREINIGINGEN

Op grond van de uitgevoerde analyses kan worden geconcludeerd dat de meeste organische microverontreinigingen die in fase 2 in de niet opgeschoonde monsters uit Amsterdam West, Echten en Leuven (uit uitgegist slib) zijn aangetroffen zich in de visueel zichtbare verontreinigingen zoals takjes en zaden bevonden. De opgeschoonde van deze heterogeniteiten ontdane monsters bevatten veel minder organische componenten en de gehalten van de aanwezige componenten zijn veel lager. Opgemerkt wordt dat deze conclusie wel is gebaseerd op een beperkt aantal monsters.

6.6 PATHOGENEN

6.6.1 ANALYSERESULTATEN ANALYSES PATHOGENEN

De analyseresultaten van de pathogenenanalyses door KWR zijn opgenomen in Tabel 6.8. Er is voor gekozen indicatoren te meten om zo een beeld te krijgen van de overleving van pathogenen. Hierbij is *E. coli* een indicator voor bacteriën, F-specifieke fagen voor virussen, en sporen van sulfiet reducerende *Clostridium* (SSRC) voor sporenvormende bacteriën en protozoa/wormeieren.

10 met uitzondering van de toetswaarden voor dioxinen en furanen (PCDD/PCDF) en lindaan

TABEL 6.8 RESULTATEN ANALYSE VAN DE INDICATOREN VOOR PATHOGENEN IN DE ONDERZOCHE STRUVIETEN EN UITGEGIST SLIBBEN (ENKELVOUDIGE BEMONSTERINGEN PER LOCATIE) ZOALS GEMETEN DOOR KWR

Omschrijving	SLIB (*)			STRUVIET (*)			OPGESCHOOND STRUVIET (**)		
	E.coli	SSRC	F-specifie- ke fagen	E.coli	SSRC	F-specifie- ke fagen	E.coli	SSRC	F-specifie- ke fagen
	(kve/ml)	(kve/ml)	(kve/ml)	(kve/ml)	(kve/ml)	(kve/ml)	(kve/ml)	(kve/ml)	(kve/ml)
Echten	<33	42.000	<5	-	93	<2,6	-	49	-
Amsterdam West	34.000	110.000	335	-	2.500	<3,1	-	4,5	-
Leuven#	3.400	120.000	<5	-	13.000	<3,3	-	860	-
Land van Cuijk	-	-	-	-	1.600	>600	-	-	-

kve= kolonievormende eenheden;

monsters in Echten, Amsterdam en Leuven genomen op 13-10-2014, in Land van Cuijk op 22-4-15.

** monsters genomen op 6-5-2015

testopstelling: geogoste mengsel slib + struviet wordt met 300% water verdund

E. coli: indicator voor niet-sporenvormende bacteriën

SSRC: Sporen van Sulfiet Reducerende Clostridia: indicator voor sporenvormende bacteriën, protozoa en-wormeieren

F-specifieke fagen: indicator voor virussen

NB: 1 ml struviet ≈ 1 gram nat struviet

Er is gekozen om alle indicatoren in slib te bepalen, zodat een goed beeld van het uitgangsmateriaal wordt verkregen. Het bleek lastig deze analyses in slib uit te voeren, omdat hierin teveel verontreinigingen zaten. Vooral voor de analyse van *E. coli* en bacteriofagen bleek dit het geval. In niet opgeschoonde ruwe struvietmonsters zijn alleen SSRC en bacteriofagen bepaald, omdat het waarschijnlijk is dat bacteriën het struvietproces niet overleven. Naar aanleiding van de analyseresultaten van de niet opgeschoonde monsters van Echten, Amsterdam West en Leuven (Land van Cuijk was toen nog niet betrokken bij het onderzoek) is in een volgende fase in opgeschoonde struviet alleen SSRC bepaald, omdat deze hoog bleken in het niet opgeschoonde struviet.

Op elke locatie is per monster één maal gemeten, waardoor het lastig is om goed onderbouwde uitspraken te doen.

6.6.2 BESPREKING ANALYSERESULTATEN PATHOGENEN

In afvalwater zitten vele micro-organismen (bacteriën, protozoa, eieren en virussen; voor achtergronden over de aanwezigheid van deze pathogenen in afvalwater, zie hoofdstuk 4.4). Een rioolwaterzuiveringsinstallatie is niet gedimensioneerd op het verwijderen van micro-organismen en heeft hiervoor lage zuiveringsrendementen. De verwijdering van deze micro-organismen komt voornamelijk door bezinking en hechting aan zwevend stof. Met andere woorden deze zullen zich verzamelen in zuiveringsslib. In het algemeen zullen de grotere en zwaardere micro-organismen (sporen, wormeieren en protozoa) zich daar relatief meer ophopen dan de kleinere pathogenen, zoals virussen. Daarnaast overleven protozoa, sporen en wormeieren lang in water en/of slib, waardoor de concentratie van deze micro-organismen in zuiveringsslib relatief hoog is.

RESULTATEN E.COLI

Slib

Zoals verwacht komen in het uitgegiste zuiveringsslib (input van de struvietreactor) hoge concentraties *E. coli* voor (zie Tabel 6.8).

Het beeld is wisselend per locatie. De gevonden concentraties in Amsterdam West en Leuven zijn vergelijkbaar met wat er wordt aangetroffen in ongezuiverd afvalwater (zie hoofdstuk 4.4). In Echten zijn geen concentraties *E. coli* boven de detectiegrens aangetroffen.

RESULTATEN SSRC

Slib

Hoge concentraties van sporen van *Clostridium* (SSRC) worden op alle drie locaties (Echten, Amsterdam West en Leuven) aangetroffen in het uitgegiste zuiveringsslib.

Niet opgeschoonde struvietmonsters

Ook worden in de struvietmonsters van alle vier de locaties nog relatief hoge concentraties sporen van *Clostridium* (SSRC) aangetroffen. Alleen in Echten is de waarde relatief laag, maar nog steeds 93 SSRC per milliliter.

Opgeschoonde struvietmonsters

Om te onderzoeken of de in het struviet gevonden indicatoren voor protozoa daadwerkelijk in het struvietkristal zitten of in de vervuiling eromheen zijn struvieten van drie locaties opgeschoond en is opnieuw de aanwezigheid van SSRC bepaald. Op alle drie de locaties zijn in de opgeschoonde struvietmonsters nog sporen van *Clostridium* (SSRC) aangetroffen. De gevonden waarden zijn wel duidelijk lager dan de waarden gevonden in de vervuilde struvieten, maar wel aantoonbaar aanwezig (4,5 tot 860 per ml).

Dit geeft aan dat pathogenen die een overlevingsvorm maken (sporen, protozoa, eieren) het struvietproces kunnen overleven en waarschijnlijk in het kristal ingebouwd worden. Deze resultaten geven ook aan dat er in de heterogeniteiten rondom de kristallen relatief veel van deze pathogenen aanwezig kunnen zijn.

Toetsing SSRC analyses

SSRC (Sporen van Sulfiet Reducerende Clostridia) is een indicator voor protozoa en een positieve uitslag wijst erop dat deze in het monster aanwezig kunnen zijn. Daarnaast is *Clostridium* zelf ook een ziekteverwekker. Er zijn geen normen voor deze indicator, omdat deze een scala van mogelijke pathogenen vertegenwoordigen. Voor *Cryptosporidium* en *Giardia* (protozoa waarvoor SSRC mogelijk een indicator is) is er een maximaal toelaatbaar gehalte in drinkwater bepaald (zie Tabel 6.9). Hierbij wordt er vanuit gegaan dat een infectierisico van 1 infectie op 10.000 personen per jaar acceptabel is (volgens de drinkwaterwet). Dit is de basis van het in Tabel 6.9 gepresenteerde maximaal toelaatbare gehalte. Bij deze bepaling gaat men uit van een chronische blootstelling (dus iedere dag drinkt men water).

TABEL 6.9

MAXIMAAL TOELAATBARE GEHALTE (MTG) VAN CRYPTOSPORIDIUM EN GIARDIA IN DRINKWATER (VERSTEEGH ET AL., 1999)¹¹

Cryptosporidium (n/l)	Giardia (n/l)
2,2. 10 ⁻⁵	5,5. 10 ⁻⁶

NB: Aantallen per liter drinkwater; n = aantal

Incidentele infectie met *Cryptosporidium* is onderzocht door Du Pont et al in 1995¹². Hierbij werden vrijwilligers blootgesteld en daarna gevolgd of zij een infectie kregen en of er ook ziekteverschijnselen waren (zie Figuur 6.1 a). Op basis hiervan is door Teunis en Havelaar

11 Versteegh, JFM, Reinhold, WFE, Leenen, EJTM, Wetsteyn, FJ, Van Apeldoorn, ME, 1999. Waterleidingbesluit 2000. Voorstel voor implementatie van de EG-Drinkwaterrichtlijn; onderdeel kwaliteitseisen. Rapport 734301018. RIVM, Bilthoven.

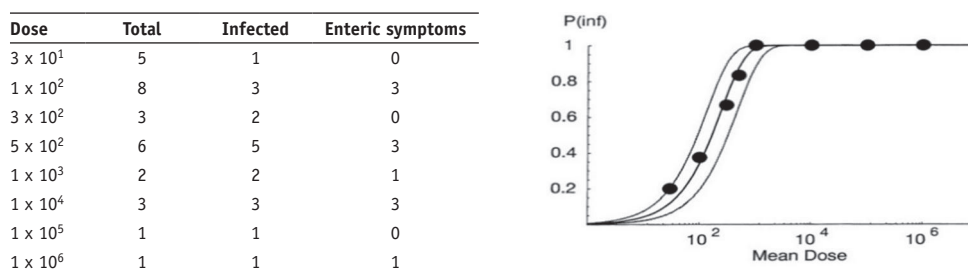
12 Du Pont HL, Chappell CL, Sterling CR, Okhuysen PC, Rose JB, Jakubowski W. The infectivity of *Cryptosporidium parvum* in healthy volunteers. The new England Journal of Medicine 1995; 332(13): 855-859.

in 1999¹³ een dosis-respons relatie berekend (zie Figuur 6.1 b). Hieruit blijkt dat een gemiddelde dosis van 100 cellen er een infectierisico van 20% is (P_{inf} , kans op infectie), bij een dosis van ongeveer 1000 cellen is de kans op een infectie 100%.

Een infectie is niet hetzelfde als ziek worden. Een vuistregel is dat bij gezonde mensen ongeveer een tien maal hogere dosis nodig is voordat infectie leidt tot ziekte. Goede hygiëne maatregelen op zuiveringen (o.a. mondkapje en handen wassen) voorkomt ziekte.

FIGUUR 6.1

DOSIS-RESPONSRELATIE VAN *CRYPTOSPORIDIUM PARVUM*. A) DATA VAN EXPERIMENT VAN DU PONT ET AL (1995) EN B) DE DAARUIT VOLGENDE DOSIS-RESPONSURVE (TEUNIS & HAVELAAR, 1999).



De gevonden waarden van SSRC (indicator voor protozoa zoals *Cryptosporidium*) in het uitgegist slib geven aan dat bij inslikken van 1 ml (=1 g) uitgegist zuiveringsslib een grote kans op een infectie is. In Tabel 4.3 is aangegeven wat de gezondheidsklachten kunnen zijn bij inname.

In het niet opgeschoonde struviet is de infectiekans bij blootstelling via inslikken van 1 ml bij de bepaalde monsters in Amsterdam West, Leuven en Land van Cuijk nog steeds hoog. De gevonden aantallen in het struvietmonster van Echten zijn beduidend lager en zouden bij blootstelling door inslikken van 1 ml een infectiekans van ongeveer 20% opleveren.

Het opschonen van het struviet geeft een duidelijke verlaging van de aantallen SSRC, waardoor de kans op een infectie wordt verlaagd. De gevonden waarden in het opgeschoonde struvietmonster uit Leuven leveren nog steeds een infectiekans door inslikken van 1 ml opgeschoond struviet en ook het monster van Echten bevat nog aantallen met een geringe infectiekans bij inslikken.

Om een infectie op te lopen met pathogenen is blootstelling aan de pathogeen nodig. Als er geen inname van het struviet plaats vindt tijdens het verwerken en produceren van struviet op de rwzi en tijdens toepassing van struviet dan is er ook geen gezondheidsrisico. Inname kan plaatsvinden direct, bijvoorbeeld door de lucht tijdens het productieproces of tijdens verstrooiing maar aannemelijker is door hand-mond gedrag met handen die in aanraking zijn gekomen met struviet.

In 2000 is er door de RIWA in samenwerking met RIZA² onderzoek gedaan naar de aanwezigheid van pathogene protozoa (*Cryptosporidium* en *Giardia*) in mest.

In mest komen ook SSRC voor, (*Cryptosporidium* en *Giardia*) (zie paragraaf 4.5). Afhankelijk van de diersoort varieert de aanwezigheid sterk. Mest van vleeskalveren jonger dan een half jaar bevat $5 \cdot 10^2$ - $5 \cdot 10^4$ *Cryptosporidium*/g. Dit zijn de hoogste gevonden waarden in mest. Tijdens het indikken sterft ca. 80%. Driekwart van de kalvermest wordt op het land gebracht.

Voor gebruik van mest zijn in Nederland geen eisen aan pathogenen gesteld.

13 Teunis PFM & AH Havelaar. *Cryptosporidium* in drinking water: Evaluation of the ILSI/RSI quantitative risk assessment framework. RIVM-report 284550006, july 1999.

Normen voor de aanwezigheid van *Clostridium perfringens* in meststoffen zijn onder meer gegeven in de EG verordening dierlijke bijproducten en in de Franse norm voor gecomposteerd zuiveringsslib (NFU 44-095). *Clostridium perfringens* is verwant aan sulfiet reducerende *Clostridium* (SSRC), maar bij de analyse van *C. perfringens* worden alleen de actieve cellen bepaald (en dus niet de sporen meegenomen). In struviet verwachten we dat juist de sporen kunnen overleven en dat daarna de *Clostridium* weer actief wordt. Daarmee zijn de actieve cellen van *Clostridium perfringens* geen goede indicator om normen voor overleving in struviet af te leiden. De Franse NFU stelt een norm van 1.000 cellen per gram dierlijk bijproduct/mest voor *C. perfringens* bij alle teelten en 100 cellen per gram bij toepassing in de groenteteelt.

De Franse NFU norm voor gecomposteerd zuiveringsslib bevat daarnaast nog een norm voor wormeieren. Omdat dit evenals SSRC ook een grotere (overlevings)vorm is zouden deze als een vergelijkbare indicator kunnen worden gezien. Voor de wormeieren geldt dat deze niet aanwezig mogen zijn in 25 gram bij toepassing voor de groenteteelt, en niet aanwezig in 1 gram bij overige teelten.

RESULTATEN F-SPECIFIEKE FAGEN

Slib

De indicator voor de aanwezigheid van virussen (F-specifieke fagen) wordt alleen in het slib in Amsterdam West aangetroffen (in Land van Cuijk niet gemeten).

Niet opgeschoonde struviet

Deze indicatoren voor virussen worden niet aangetroffen in drie van de onderzochte niet opgeschoonde struvieten, maar wel in het struviet van het Land van Cuijk (>600 per ml).

Bacteriofagen worden niet verwacht in het struviet omdat ze zeer kwetsbaar zijn en vergisting de bacteriofagen moet afdoden. Ook een langere verblijftijd overleven ze niet.

Er is slechts eenmaal een monster genomen van het Land van Cuijk, dus is het niet mogelijk te bepalen of deze waarneming eenmalig is of structureel.

Bacteriofagen zijn een indicator voor virussen en worden vaak gebruikt als bedrijfstechnische parameter: is het proces goed gelopen. In het waterleidingbesluit is deze indicator opgenomen en ze mogen *niet* aanwezig zijn in het uiteindelijke drinkwater.

Er is geen norm voor bacteriofagen die een gezondheidsrisico aangeven. Bacteriofagen zijn een indicator voor virussen en virussen zijn over het algemeen hoog virulent (een tot enkele virussen nodig om een infectie veroorzaken). Daarom wordt vaak aangegeven in waterwetgeving dat specifieke virussen niet aanwezig mogen zijn (bijvoorbeeld voor drinkwater niet aanwezig in 1000 liter, en voor zwemwater werd in het verleden niet aanwezig in 10 liter water).

6.6.3 SAMENVATTING RESULTATEN PATHOGENEN

Onderstaande samenvatting van de resultaten zijn gebaseerd op eenmalige bemonsteringen.

Uitgegist slib

De resultaten per locatie laten duidelijk zien dat het slib, het uitgangsmateriaal voor de productie van struviet, verontreinigd is met pathogenen en dan voornamelijk met protozoa, sporen en wormeieren (SSRC) en in mindere mate met bacteriën en virussen.

Opvallend zijn de lagere concentraties indicatoren in het zuiveringsslib in Echten. Het is onduidelijk waardoor dit wordt veroorzaakt. Een mogelijke oorzaak is het feit dat in Echten eerst een thermofiele vergisting plaats vindt met een mesofiele navergisting, terwijl op de andere locaties alleen een mesofiele vergisting plaats vindt. Thermofiele vergisting heeft door een hogere temperatuur een betere afdodende werking dan een mesofiele vergisting.

Struviet

Uit de analyses wordt duidelijk dat pathogenen die een overlevingsvorm (sporen, protozoa, eieren) maken (vastgesteld door meting van SSRC), tijdens de struvietproductie kunnen overleven. Door deze overlevingsvormen zullen deze pathogenen in het struviet niet snel meer afsterven. Over het algemeen zijn deze pathogenen minder infectieus dan bacteriën en virussen, maar zijn de gevonden concentraties wel hoog genoeg om bij inname infecties te kunnen veroorzaken. Ook na opschonen van struviet zijn deze indicatoren nog aanwezig, maar in beduidend lagere aantallen.

In één van de vier niet opgeschoonde struvietmonsters zijn bacteriofagen (een indicator voor virussen) aangetroffen. Omdat door één meting niet kan worden vastgesteld of het een eenmalige of structurele waarneming is kan het risico niet worden ingeschat. Er zijn maar één tot enkele virussen nodig om een infectie veroorzaken.

In de toelichting op wetgeving kan gelezen worden dat uit voorzorg herwonnen fosfaten uit rioolzuiveringsslib behandeld moeten worden volgens een procedé dat tot gevolg heeft dat het grootste gedeelte van de in het rioolzuiveringsslib aanwezige pathogene organismen afsterft. Het opschonen van struviet is een mogelijke behandeling om de aanwezige pathogenen te reduceren.

Om een infectie op te lopen met pathogenen is blootstelling aan de pathogeen nodig. Als er geen inname van het struviet is tijdens het verwerken en produceren van struviet op de rwzi en tijdens toepassing van struviet dan is er ook geen gezondheidsrisico.

SSRC is een indicator voor pathogenen die zeer lang in het milieu kunnen overleven (sommige meer dan een jaar) en dus moet ook de blootstelling (inname) tijdens struvietproductie en tijdens en na struviet toepassing (bijvoorbeeld het bewerken van land na enkele maanden) of via besmetting van het gewas mee worden genomen. De meeste pathogenen zijn *niet* in staat een gewas binnen te dringen en dus is het risico het hoogst bij toepassen op een gewas dat voor consumptie of diervoeder wordt gebruikt (o.a. sla of gras). Deze indicatoren staan voor humane en animale pathogenen, dus ook grazend vee kan geïnfecteerd raken met deze pathogenen.

6.6.4 BEHANDELEN VAN STRUVIET

Behandelen struviet door opschonen

De resultaten van de opgeschoonde struvieten ten opzichte van de niet opgeschoonde struvieten geven aan dat ook opschonen van de struvietkristallen al een reductie van de aanwezige pathogenen met zich meebrengt.

Behandelen struviet door verhitting

Behandeling kan worden uitgevoerd door een product bij minstens 70°C gedurende minstens 60 minuten te verhitten. Dit is de methode die is voorgeschreven voor de hygiëniseren van

dierlijke mest. Voor de behandeling van struviet is dit problematisch, omdat bij temperaturen boven de 40 à 50°C struviet desintegreert omdat er vervluchtiging van kristalwater en ammoniak plaats vindt. Het resterende magnesiumfosfaat-product is een als herwonnen fosfaat toegelaten meststof. Doordat het slecht oplosbaar is (slechter nog dan struviet) zal de landbouwkundige waarde echter laag zijn. Een bewerking om de oplosbaarheid te verhogen is dan gewenst.

Overige strategieën

Behalve opschoning en verhitting zijn de volgende behandelingsstrategieën mogelijk om de hoeveelheid pathogenen te verlagen.

- Zuiveringsslib voorafgaande aan gisting.
Behandelen van zuiveringsslib voorafgaande aan/tijdens het vergistingsproces door:
 - thermofiele (of hoger) vergisting/pasteuriseren: Optimalisatie van deze vergisting voor SSRC (en dus pathogenen die een overlevingsvorm maken) is dan nodig. Hierbij kunnen twee routes gekozen worden:
 - Vergisting bij hogere temperaturen dan 55°C (hoe hoger de temperatuur hoe meer afsterving plaatsvindt), kan extremofiele gisting genoemd worden. Een vergisting bij een hogere temperatuur dan thermofiel (dus hoger dan 55°C) is in Nederland op een huishoudelijke afvalwaterzuivering nog niet toegepast. Het lijkt ook een instabiel proces, omdat de vergistingsbacteriën het moeilijk hebben bij deze temperaturen.
 - Vergisting bij 55°C (thermofiel) maar gedurende een langere periode. Thermofiele vergisting wordt toegepast om de droge stofafbraak te verhogen en ook om de verblijftijden in de vergisting te verkorten; het verlengen van de verblijftijden ten behoeve van een eventuele hygiëniserende werking dus het doel waarvoor thermofiele vergisting vaak juist wordt toegepast, n.l. het verkorten van de verblijftijd, tegen.
 - Hoge druk toepassen, zodat celwanden en/of wanden van de overlevingsstructuren klappen. Dit kan bijvoorbeeld met een thermische drukhydrolyse (TDH) gedaan worden. Dit wordt vaak toegepast op secundair slib om een hoger rendement in de vergisting te halen. Voor het klappen van celwanden is een druk van hoger dan 6 bar nodig en zeer waarschijnlijk nog hoger voor overlevingsvormen van pathogenen (dat is niet bekend). Hoge druk kan ook op uitgestort slib worden toegepast als hygiëniserend.
- Zuiveringsslib of rejectiewater na gisting
 - Behandelen van het uitgestort slib of rejectiewater voordat het het struvietproductieproces ingaat. Het voordeel van hygiëniserende van uitgestort slib is dat eerst de vergisting optimaal kan plaatsvinden en er geen rekening gehouden hoeft te worden met het effect van de hygiëniserende op de vergistingsbacteriën. Dit kan op meerdere manieren door:
 - Het een paar maanden (ideaaliter zes maanden) te bewaren onder anaerobe condities. Echter, de overlevingsvormen van pathogenen kunnen deze lange tijd aan. Dit heeft wel een groot effect op de aanwezige bacteriën en virussen (die vaak al in de vergisting zelf zijn gedood). Het is waarschijnlijk niet effectief genoeg om alle pathogenen te doden.
 - Pasteurisatie/hoge temperatuur. In uitgestort slib kan door een kortdurende verhoging van de temperatuur naar een temperatuur van 70 °C gedurende een half uur of een hogere temperatuur gedurende kortere tijd veel pathogenen inactiveren en doden. Het slib moet dan echter weer op een 'normale' temperatuur gebracht worden, voordat het naar de struvietreactor gepompt wordt.

- Een extra desinfectiestap met bv UV, ozon of chloor. Vanwege de hoge concentratie van micro-organismen, slibdeeltjes en andere verontreinigingen zullen hoge doses en contacttijden nodig zijn. Deze methoden zijn wel in staat de aanwezigheid van pathogenen tot 0 te reduceren.

Alle deze methoden hebben effect op de ontwaterbaarheid van het slib.

- Stuviet.
 - Behandelen van struviet anders dan temperatuurverhoging, bijvoorbeeld door:
 - droog te bewaren gedurende enkele maanden, voordat het toegepast wordt. Een bewaarstap onder relatief warme, anaerobe omstandigheden (net onder 40 graden Celsius) van enkele maanden kan helpen. Omdat de pathogenen die nog aanwezig zijn overlevingsvormen maken en jaren kunnen overleven kan de effectiviteit van deze methode niet gegarandeerd worden;
 - het struviet bloot te stellen aan hoge druk (> 10 bar) om celwanden van micro-organismen en hun overlevingsvormen te laten klappen. Echter, dit zal ook effect (desintegratie en ontwatering) hebben op het eindproduct.

6.6.5 CONCLUSIE PATHOGENEN

Er zijn slechts enkele monsters onderzocht, waardoor de conclusies niet voldoende hard te maken zijn. Hiervoor is meer onderzoek noodzakelijk.

Aanwezigheid pathogenen

In het struviet is SSRC aangetroffen. Dit is een indicator voor protozoa, sporen van bacteriën en wormeieren en deze kunnen in vergelijkbare aantallen aanwezig zijn. Deze SSRC is aangetroffen in ruwe niet opgeschoonde struvietmonsters inclusief heterogeniteiten (93-13.000 SSRC/g), maar ook in mindere mate in opgeschoond struviet (zonder heterogeniteiten) (5-860 SSRC/g). Een groot deel van de SSRC lijkt zich te bevinden in de heterogeniteiten om de struvietkristallen, maar insluiting van pathogenen in het kristal blijkt ook mogelijk.

Het struviet geproduceerd van zuiveringsslib dat een thermofiele en mesofiele vergisting heeft ondergaan heeft minder pathogenen (SSRC) in het eindproduct dan het struviet uit zuiveringsslib dat alleen een mesofiele vergisting heeft ondergaan.

Vergelijking pathogenen in struviet met pathogenen in dierlijke mest

In dierlijke mest van vleeskalveren, legkippen, varkens en schapen is *Cryptosporidium* (een protozoon waarvoor SSRC een indicator is) aangetroffen. Er zijn geen gegevens over aantallen SSRC in mest bekend. Het gehalte *Cryptosporidium* in de mest van positieve koppels vleeskalveren jonger dan 6 weken is bepaald en bedraagt 500 – 50.000 *Cryptosporidium*/g. Mest van jongvee heeft daarbij hogere aantallen *Cryptosporidium* dan mest van oudere vleeskalveren. Er is ook mest waar geen *Cryptosporidium* is aangetroffen. Dit gemiddelde is dus een overschatting van de aantallen in mest.

De gehalten voor SSRC (er is geen *Cryptosporidium* bepaald) in het niet-opgeschoonde struviet zijn globaal overeenkomstig met de gehalten *Cryptosporidium* (dus niet SSRC) in positieve monsters kalvermest. Het gehalte SSRC in de opgeschoonde struvietmonsters is lager dan het gehalte *Cryptosporidium* in de positieve mest van vleeskalveren.

Er is geen norm voor pathogenen in mest of struviet. In de EG-verordening dierlijke bijproducten en in de Franse norm voor gecomposteerd zuiveringsslib (NFU 44-095) zijn normen

opgenomen voor (indicatoren) van pathogenen. Hierin is een onderscheid gemaakt tussen toepassing voor de groenteteelt (strengere norm) en overige teelten.

Voor het gebruik van struviet in teelten is een vergelijkbare normstelling wenselijk: een strengere norm voor gebruik bij teelten waar direct contact met struviet mogelijk is (bijvoorbeeld groenteteelten) en een soepelere norm voor andere teelten. Ook is het handig om hygiëne maatregelen voor te schrijven voor het gebruik van struviet (persoonlijke beschermingsmiddelen, zoals mondkapjes en dergelijke).

7

CONCLUSIES EN AANBEVELINGEN

7.1 INLEIDING EN DOEL ONDERZOEK

Bij steeds meer rwzi's wordt struviet ($\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), een fosforhoudend product, geproduceerd. Het nuttig toepassen van fosforhoudende producten uit de communale afvalwaterketen past in de 'grondstoffendoelstellingen' van de waterschappen. Een mogelijke toepassing van struviet is het gebruik als fosfaathoudende meststof.

Met ingang van 27 februari 2015 is struviet als 'herwonnen fosfaat' onder voorwaarden toegelaten als meststof¹⁴.

De maximaal toelaatbare gehalten aan zware metalen en arseen voor herwonnen fosfaten zijn gelijk aan die voor overige (an)organische meststoffen¹⁵ en de maximaal toelaatbare gehalten aan organische microverontreinigingen zijn gelijk aan die voor de overige organische meststoffen¹⁶.

Wat betreft pathogenen zijn er geen harde normen of eisen opgenomen in de wetgeving. Wel dienen herwonnen fosfaten uit rioolzuiveringsslib behandeld te worden langs biologische, chemische of thermische weg, door langdurige opslag of volgens enig ander geschikt procedé, dat tot gevolg heeft dat het grootste deel van de in het zuiveringsslib aanwezige pathogene organismen afsterft met het oog op het minimaliseren van de risico's voor de volksgezondheid en het milieu¹⁷. Deze verplichte behandelingsstap is uit voorzorg in de wet opgenomen en kan mogelijk ook weer komen te vervallen.

Het doel van onderhavig onderzoek is om na te gaan:

- in hoeverre struviet herwonnen uit de communale afvalwaterketen voldoet aan de eisen conform de mestwetgeving;
- of er overige organische microverontreinigingen, zoals bijvoorbeeld geneesmiddelen, in struviet voorkomen; dit onderdeel van het onderzoek is ingegeven vanuit maatschappelijke verantwoording;
- of er in struviet pathogenen voorkomen die bij gebruik als meststof een risico voor de gezondheid van mens en/of dier kunnen vormen.

7.2 ANALYSES VAN STRUVIETMONSTERS

Alle conclusies die in het navolgende worden getrokken ten aanzien van de analyseresultaten zijn gebaseerd op analyses van enkelvoudige monsters per locatie. Om de conclusies meer hard te kunnen maken zijn aanvullende analyses noodzakelijk.

14 wijziging UBM (uitvoeringsbesluit meststoffenwet), gepubliceerd in Staatsblad 543, 15 december 2014, in werking getreden per 27 februari 2015

15 UBM artikel 17a, eerste lid

16 UBM artikel 17a, tweede lid

17 URM (uitvoeringsregeling meststoffenwet), artikel 6a

7.2.1 MONSTERS EN ANALYSEPAKKET

Er zijn struvietmonsters geanalyseerd van de locaties:

- rwzi Echten, Waterschap Reest en Wieden (AIRPREX, uit uitgestig zuiveringsslib);
- rwzi Amsterdam West, Waternet (AIRPREX, uit uitgestig zuiveringsslib);
- rwzi Leuven, Aquafin (NURESYS, uit uitgestig zuiveringsslib);
- rwzi Land van Cuijk, Waterschap Aa en Maas (NURESYS, uit rejectiewater).

Op de struvietmonsters zijn de volgende analyses uitgevoerd:

- bepalingen conform de mestwetgeving:
 - landbouwkundige waarden;
 - bepalingen zware metalen en arseen en bepaling organische microverontreinigingen;
- brede screening overige organische microverontreinigingen;
- bepaling pathogenen (SSRC en F-specifieke fagen).

7.2.2 ANALYSES CONFORM MESTSTOFFENWETGEVING

De analyses conform de meststoffenwetgeving zijn bepaald aan ruwe monsters zoals ze zijn aangeleverd door de waterschappen.

Visuele beoordeling

De niet opgeschoonde struvietmonsters van de locaties Amsterdam West, Echten en Leuven bevatten veel heterogeniteiten zoals zaadjes, plastic, houtstukjes, kauwgum etc. In deze vorm zullen de producten lastig uit te rijden zijn met gangbare landbouwmachines die zijn ingesteld op homogene korrels of poeder. Een nabewerking (e.g. opstromen, drogen, zeven, homogeniseren, korrelen of vermalen) is wenselijk om tegemoet te komen aan de praktijkwensen.

Landbouwkundige waarden

De droge stofgehalten die gemeten zijn bij 40°C (een temperatuur waarbij struviet niet desintegreert) verschillen tussen de locaties van ca. 79,7% tot ca. 100%.

Bij de meststofcategorie 'herwonnen fosfaten' zijn geen minimale waarden voorgeschreven voor de gehalten aan waardegevend bestanddelen. Wel is bij de omschrijving voor struviet opgenomen dat het struviet hoofdzakelijk uit magnesiumammoniumfosfaat dient te bestaan. Het begrip 'hoofdzakelijk' is niet geconcretiseerd.

In zuivere vorm bevat struviet 16% MgO, 5,7% N en 28,9% P₂O₅ in een vaste verhouding 6-2-10. De hier onderzochte niet opgeschoonde struvietmonsters bevatten op droge stof basis 9,9-18% MgO, 2,0-5,5% N en 17,1-30% P₂O₅. De hieruit berekende gehalten aan zuiver magnesiumammoniumfosfaat in de struvietmonsters lopen uiteen van 35% bij Leuven, 37% voor Amsterdam-West, 53% bij Echten tot 97% bij Land van Cuijk. Aanbevolen wordt om bij de productie te sturen op de zuiverheid van het eindproduct.

Zware metalen, arseen en organische microverontreinigingen

De gehalten zware metalen, arseen en organische microverontreinigingen in de struvieten liggen ver onder de maximaal toelaatbare gehalten. De struvieten voldoen ruimschoots aan de wettelijke norm voor zware metalen, arseen en organische microverontreinigingen.

7.2.3 OVERIGE ORGANISCHE MICROVERONTREINIGINGEN

Naast de analyse op organische microverontreinigingen conform de meststoffenwetgeving is op de struvietmonsters tevens een brede screening uitgevoerd op nog onbekende organische microverontreinigingen.

Ruwe struvietmonsters

Allereerst zijn van alle vier locaties ruwe monsters geanalyseerd. Van de geneesmiddelen is in één monster metoprolol (bètablokker) aangetroffen in een laag, toelaatbaar gehalte. Andere geneesmiddelen die in in- en effluenten van rwzi's zijn aangetoond, zijn in de struvietmonsters niet geïdentificeerd.

In drie van de vier struvietmonsters (Echten, Leuven en Land van Cuijk) zijn gehalten > 10 mg/kg droge stof (40°C) van geïdentificeerde en niet geïdentificeerde organische microverontreinigingen aangetroffen. Het kon niet met zekerheid gesteld worden in hoeverre deze risico's met zich meebrengen. Er zijn immers geen toetswaarden.

De monsters uit met name Echten en Leuven bevatten veel heterogeniteiten. Het was derhalve ook niet zeker in hoeverre deze verontreinigingen zich bevinden in de struvietkristallen of in de zichtbare verontreinigingen die ook aanwezig zijn in de monsters.

Opgeschoonde struvietmonsters

Om na te gaan in hoeverre de overige organische microverontreinigingen zich in het struviet of in de heterogeniteiten bevinden zijn monsters van Amsterdam West, Echten en Leuven eerst opgeschoond door opstroming en handpicking en op die manier ontdaan van de heterogeniteiten. In deze opgeschoonde monsters kwamen veel minder organische componenten voor en de gehalten waren beduidend lager (overwegend < 1 mg/kg ds (40°C)). De gehalten zijn lager dan de maximale waarden voor gangbare organische microverontreinigingen waarvoor in de meststoffenwetgeving wel toetsingswaarden bekend zijn.

7.2.4 PATHOGENEN*SSRC*

In alle struvietmonsters is SSRC aangetroffen. Dit is een indicator voor protozoa, sporen van bacteriën en wormeieren. Deze verschillende componenten, die allen met SSRC gedetecteerd kunnen worden, kunnen in vergelijkbare aantallen aanwezig zijn. SSRC is aangetroffen in het ruwe struviet inclusief heterogeniteiten, maar ook in mindere mate in opgeschoond struviet (zonder heterogeniteiten). Een groot deel van de SSRC lijkt zich te bevinden in de heterogeniteiten om de struvietkristallen, maar insluiting van pathogenen in het kristal is ook niet uitgesloten.

Risico's ten gevolge van SSRC in vergelijking met dierlijke mest

De aantallen SSRC in de opgeschoonde monsters zijn voldoende om bij inname van 1 g infecties (maagdarmklachten, diarree) te kunnen veroorzaken, direct of na enkele maanden. Het niet opgeschoonde struviet heeft echter hogere aantallen SSRC en is daarbij dus risicovoller.

Mest van vleeskalveren jonger dan een half jaar bevat 500 – 50.000 *Cryptosporidium*/g. Deze mest wordt grotendeels onbewerkt op het land gebracht. Voor gebruik van dierlijke mest zijn in Nederland geen eisen aan pathogenen gesteld. De risico's ten gevolge van toepassing van dierlijke mest worden in de mestwetgeving niet ter discussie gesteld.

De gehalten SSRC in de niet opgeschoonde monsters zijn vergelijkbaar met de gehalten *Cryptosporidium* (een protozoon waarvoor SSRC een indicator is) in dierlijke mest. Dit betekent dat de risico's voor infectie bij toepassing van niet opgeschoonde struviet als meststof ongeveer overeenkomt met de risico's bij de geoorloofde toepassing van kalvermest. De opgeschoonde monsters hebben lagere waarden SSRC en zijn daarbij minder risicovol dan kalvermest.

Bacteriofagen

In één van de vier niet opgeschoonde struvietmonsters zijn *bacteriofagen* (een indicator voor virussen) aangetroffen. Omdat door één meting niet kan worden vastgesteld of het een eenmalige of structurele waarneming is kan het risico niet worden ingeschat. Er zijn maar één tot enkele virussen nodig om een infectie te veroorzaken.

Behandelingsmogelijkheden

De wetgever heeft ervoor gekozen de risico's ten gevolge van de aanwezigheid van humane pathogenen in herwonnen fosfaten te reduceren door het voorschrijven van een behandelingsstap voor herwonnen fosfaten geproduceerd uit rioolzuiveringsslib. Met deze behandelingsstap moet het grootste deel van de in het struviet aanwezige humane pathogenen worden afgedood/verwijderd. Er is echter geen norm gesteld voor aantallen of concentraties die als acceptabel worden gezien en derhalve is ook nog niet vastgesteld of een behandelingsstap noodzakelijk is. Immers de concentraties komen globaal overeen met of zijn lager dan die van dierlijke mest en daar is een behandelingsstap niet noodzakelijk.

Indien toch een behandeling van struviet wenselijk is zijn verschillende procedés denkbaar. Het struviet kan verhit worden, bijvoorbeeld bij 70°C gedurende 60 minuten, gelijk aan de hygiënisering van dierlijke mest. Dit is echter problematisch omdat struviet bij temperaturen boven de 40 à 50 °C ammonium en kristalwater ontwijken. Dit betekent een desintegratie van struviet.

Een andere mogelijkheid is om het medium waaruit het struviet wordt gewonnen te behandelen, bijvoorbeeld door thermofiele gisting of een thermische drukhydrolyse toe te passen; hierdoor zullen de pathogenen vergaand verwijderd worden en in een nageschakelde struvietreactor niet meer in het struvietproduct terecht komen. Een pasteurisatiestap van het uitgestoste slib of het rejectiewater is een andere mogelijkheid.

Daarnaast brengt een opschoning van het struviet, dat wil zeggen het verwijderen van de heterogeniteiten bijvoorbeeld door opstroming, al een zekere reductie van pathogenen met zich mee.

Bij het opschonen van de monsters is het grootste deel van de SSRC verwijderd. De aantallen SSRC die in de opgeschoonde monsters zijn aangetroffen zijn veel lager dan de aantallen die voorkomen in het uitgangsmateriaal zuiveringsslib en in de ruwe monsters en ook lager dan de aantallen *Cryptosporidium* in dierlijke mest.

7.3 ALGHELE CONCLUSIE

De conclusies zijn gebaseerd op analyses van enkelvoudige monsters per locatie.

De struvietmonsters voldoen wat betreft verontreinigingen (zware metalen, arseen en organische microverontreinigingen) conform de mestwetgeving aan de gestelde eisen.

Bij de analyses op overige organische microverontreinigingen is gebleken dat de heterogeniteiten onbekende niet geïdentificeerde verontreinigingen bevatten waarvan de risico's niet kunnen worden ingeschat door ontbrekende toetsingswaarden. Bij opgeschoonde monsters die ontdaan zijn van de heterogeniteiten is het aantal niet geïdentificeerde verontreinigingen veel minder en de gehalten hiervan zijn gereduceerd tot acceptabele gehalten (vergeleken met normen voor wel geïdentificeerde organische microverontreinigingen).

Voor de mestwetgeving is het niet noodzakelijk te analyseren op overige organische microverontreinigingen.

Om erkend te worden als herwonnen fosfaatmeststof dient struviet hoofdzakelijk uit magnesiumammoniumfosfaat te bestaan. Een invulling van het begrip 'hoofdzakelijk' is niet gegeven. In zuivere vorm bevat struviet 16% MgO, 5,7% N en 28,9% P₂O₅ in een vaste verhouding 6-2-10. De hier onderzochte ruwe niet opgeschoonde struvietmonsters bevatten op droge stof basis 9,9-18% MgO, 2,0-5,5% N en 17,1-30% P₂O₅. De hieruit berekende gehalten aan zuiver magnesiumammoniumfosfaat in de struvietmonsters lopen uiteen van 35% bij Leuven, 37% voor Amsterdam-West, 53% bij Echten tot 97% bij Land van Cuijk. Aanbevolen wordt om bij de productie te sturen op de zuiverheid van het eindproduct.

De in de niet opgeschoonde en de opgeschoonde monsters gevonden aantallen SSRC (indicator voor protozoa, sporen van bacteriën en wormeieren) zijn bij inname van 1 g voldoende om infecties (darmklachten, diarree) te kunnen veroorzaken, direct of na enkele maanden. De gehalten in de opgeschoonde monsters zijn veel lager dan in de niet opgeschoonde monsters.

De gehalten SSRC in de opgeschoonde monsters zijn lager dan de gehalten *Cryptosporidium* (een protozoon waarvoor SSRC een indicator is) die in bijvoorbeeld de mest van vleeskalveren worden aangetroffen. Deze mest wordt grotendeels onbewerkt op het land gebracht. Voor de toepassing van mest zijn geen normen voor pathogenen gesteld. Risico's hangen af van de blootstelling aan (inname van) de pathogenen. Bij normale hygiënische gebruiksvoorschriften bij de toepassing van mest worden de risico's als aanvaardbaar beoordeeld. Als dezelfde gebruiksvoorschriften in acht worden genomen bij de toepassing van struviet zou dit eveneens leiden tot aanvaardbare risico's.

Op grond van één meting van bacteriofagen (virussen) in een struvietmonster kan niet worden vastgesteld of dit een incidenteel of structureel voorkomen is. Virussen zijn sterk infectueus.

7.4 AANBEVELINGEN

7.4.1 AANBEVELINGEN WAT BETREFT SAMENSTELLING

Om toe te kunnen passen als meststof dienen struvieten die in rwzi's geproduceerd worden opgeschoond te worden (bijvoorbeeld door opstromen of wassen, dus scheiden van kristallen en heterogeniteiten) teneinde ze te ontdoen van ongewenste heterogeniteiten. Dit dient dan een dubbel doel (bruikbaarheid/strooibaarheid en kwaliteit (de onbekende organische microverontreinigingen bevinden zich voornamelijk in de heterogeniteiten; voor de verontreinigingen uit de mestwetgeving is opschonen niet nodig).

7.4.2 AANBEVELINGEN WAT BETREFT PATHOGENEN

Bacteriofagen

Wat betreft de bacteriofagen die in één monster van het struviet van Land van Cuijk zijn aangetroffen wordt aanbevolen nog enkele monsters op deze pathogenen te analyseren om vast te stellen of het een incidentele of structurele aanwezigheid betreft.

Ook ter aanzien van de pathogenen wordt aanbevolen om op te schonen. Opgeschoonde

monsters bevatten beduidend lagere gehalten pathogenen dan ruwe niet opgeschoonde monsters.

Toepassingsstrategieën ten aanzien van SSRC

Om de risico's ten gevolge van de aanwezigheid van SSRC te reduceren zijn enkele strategieën mogelijk voor de wetgever, afhankelijk van de toepassing.

Informatievoorziening aan de gebruiker en/of het voorschrijven van gebruiksvoorschriften (bij voorbeeld gebruik van handschoenen en mondkapje, tegengaan van verwaaiing enz.) is bij de toepassing van struviet voldoende omdat in dat geval geen of weinig blootstelling van de mens mogelijk is.

Indien er wel blootstelling is (bijvoorbeeld gebruik bij voedingsmiddelen en/of grasland voor vee of via oogstproducten voor humane consumptie) dan zijn er de volgende opties:

- Het opstellen van een richtwaarde voor deze indicatoren in struviet (ook in relatie tot dierlijke mest).
Aangezien er geen getallen van SSRC in mest beschikbaar zijn is het niet mogelijk daarmee te vergelijken. Wel is bekend dat *Cryptosporidium* in sommige mestsoorten voorkomt en de gehalten sterk variëren. De gemiddelde waarden van *Cryptosporidium* in mest zouden voorlopig als uitgangspunt voor eventuele normstelling gebruikt kunnen worden. Dan zou een redelijke norm voor gebruik van struviet bij algemene teelten ergens rond 1.000 tot 2.000 SSRC/gram struviet zijn. Aanbevolen wordt voor de normstelling voor teelten waar direct contact (aanraken en inslikken) mogelijk is aanvullende analyses op specifieke pathogenen die door SSRC gedetecteerd worden uit te voeren.
- Het beperken van de toepassing van struviet naar gewas.
- Het voorschrijven van een behandelingsstap (voor mogelijke behandelingsstappen, zie 6.6.4).

De resultaten van de opgeschoonde struvieten ten opzichte van de niet opgeschoonde struvieten geven aan dat ook opschonen van de struvieten al een zekere reductie van de aanwezige pathogenen met zich meebrengt.

Analyse van meer monsters

Wanneer op grond van de resultaten van onderhavig onderzoek wordt beoordeeld dat hygiëniseringsstappen van struviet, anders dan opschonen, noodzakelijk zijn, dan wordt aanbevolen per locatie meer monsters, die genomen worden in een tijdreeks, te analyseren. Er zijn te weinig monsters geanalyseerd om hier beleid op te baseren.

Droge stofbepaling

De bepaling van het droge stofgehalte dient te gebeuren bij maximaal 40°C om desintegratie van struviet te voorkomen. Voor droging bij deze temperatuur bestaat geen protocol. Aanbevolen wordt hiervoor een protocol op te stellen waarbij bijvoorbeeld het droge stofgehalte wordt vastgesteld na minimaal drie wegingen met gelijk gewicht.

Zuiverheid monsters

Op basis van analyses van Mg, N en P is geconcludeerd dat de monsters voor 35% tot 97% uit zuiver struviet bestaan. Aanbevolen wordt om bij de productie van struviet te sturen op de zuiverheid van het eindproduct.

BIJLAGE 1

ANALYSERESULTATEN LANDBOUWKUNDIGE WAARDEN (LUFA NORD-WEST)

Institut für Düngemittel und Saatgut



Finkenborner Weg 1a
31787 Hameln
Telefon: (0 51 51) 98 71-0
Telefax: (0 51 51) 98 71-11



Email: ifd@lufa-nord-west.de
<http://www.lufa-nord-west.de>
Bank: Landesparkasse Oldenburg
BLZ: 280 501 00 - Kto.: 660 886

Institut für Düngemittel und Saatgut



Finkenborner Weg 1a
31787 Hameln
Telefon: (0 51 51) 98 71-0
Telefax: (0 51 51) 98 71-11



Email: ifd@lufa-nord-west.de
<http://www.lufa-nord-west.de>
Bank: Landesparkasse Oldenburg
BLZ: 280 501 00 - Kto.: 660 886

LUFA Postfach 10 06 55 31756 Hameln

Analytical Report

stowa
Stationsplein 89 (4e etage)
60 NL - 3818 LE Amersfoort

Order-No. 542173
Lab.-No. DD 1406553
Page 1 of 3

Hameln, 12/16/2014-we
information: Dr. Paradies-Severin
telephone: 05151/9871-53

Identification: Struvite
(according to the sender's statement)
Type/Quantity: projectnumber 432.617, contractcode DXQ
Date of receipt: 689 g incl. package
Start of analysis: 10/22/2014 Package: plastic vessel
End of analysis: 10/22/2014
12/16/2014

Date of production:
of consignment:
of sampling:
Sampler: sampling by client

Parameter	Declaration	Result in original	Result in dry matter
dry matter	%	58,3	
method: DIN 38414, S 2			
total nitrogen	%	1,86	3,19
method: VDLUFA II, 3.5.2.7			
P2O5 (mineral acid soluble)	%	20,0	34,2
method: ISO 11885, E 22			
magnesium (MgO)	%	10,6	18,1
method: ISO 11885, E 22			
copper	mg/kg	18,1	31,0
method: ISO 11885, E 22			
zinc	mg/kg	63,0	108
method: ISO 11885, E 22			

Conversion: 1 % = 10.000 mg/kg

"<..." = value is less than the adjoining lower limit of the operating range
#6 = not subject to quality control requirements
The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without
Authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.

LUFA Nord-West: Ein Unternehmen der Landwirtschaftskammer Niedersachsen · Sitz: 26121 Oldenburg · Jägerstraße 23-27 · UST-Ident. Nr. DE 245 610 284

Lab.-No. DD 1406553 of 12/16/2014 Page 2 of 3

Parameter	Declaration	Result in Original	Result in dry matter
organic matter (loss on ignition)	%	13,6	23,3
method: calculative			
P2O5 neutral ammonium citrate & water soluble	%	19,6	33,6
method: ISO 11885, E 22			
P2O5 (water soluble)		6,74	11,6
method: ISO 11885, E 22			
calcium as CaO	%	0,95	1,63
method: ISO 11885, E 22			
ash	%	44,7	76,7
method: VDLUFA II, 10.1; #6			
TOC	%	4,40	7,55
method: VDLUFA II.1, 10.2			

Conversion: 1 % = 10.000 mg/kg

"<..." = value is less than the adjoining lower limit of the operating range
#6 = not subject to quality control requirements
The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without
Authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.

LUFA Nord-West: Ein Unternehmen der Landwirtschaftskammer Niedersachsen · Sitz: 26121 Oldenburg · Jägerstraße 23-27 · UST-Ident. Nr. DE 245 610 284

Institut für Düngemittel und Saatgut



Finkenbörner Weg 1a
31787 Hameln
Telefon: (0 51 51) 98 71-0
Telefax: (0 51 51) 98 71-11



Email: ifd@lufa-nord-west.de
http://www.lufa-nord-west.de
Bank: Landessparkasse Odenburg
BLZ: 280 501 00 - Kto.: 660 886

Akreditierungsstelle
D-PL-14165-01-00

Lab.-No. DD 1406553 of 12/16/2014 Page 3 of 3

Heavy metals (DuVo Anlage 2, Tab. 14)		Result in original	Result in dry matter
arsenic	mg/kg		0,99
method: ISO 17294-2, E 29			
lead	mg/kg		27
method: ISO 17294-2, E 29			
cadmium	mg/kg		< 0,17
method: ISO 17294-2, E 29			
chromium	mg/kg		16,0
method: ISO 11885, E 22			
nickel	mg/kg		16,0
method: ISO 11885, E 22			
mercury	mg/kg		0,09
method: DIN EN 1483, E 12			

Remarks: dry matter 40°C = 87,63 %

L. Paradies-Severin
Dr. Inge Paradies-Severin
(laboratory manager)

Conversion: 1 % = 10.000 mg/kg

"< ..." = value is less than the adjoining lower limit of the operating range

#6 = not subject to quality control requirements

The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.

Institut für Düngemittel und Saatgut



Finkenbörner Weg 1a
31787 Hameln
Telefon: (0 51 51) 98 71-0
Telefax: (0 51 51) 98 71-11



Email: ifd@lufa-nord-west.de
http://www.lufa-nord-west.de
Bank: Landessparkasse Odenburg
BLZ: 280 501 00 - Kto.: 660 886

Akreditierungsstelle
D-PL-14165-01-00

LUFA · Postfach 10 06 55 · 31756 Hameln

Analytical Report

stowa
Stationsplein 89 (4e etage)
03818 LE Amersfoort
NIEDERLANDE

Order-No. 536386
Lab.-No. DD 1406553
Page 1 of 4

Hameln, 11/07/2014-we (reprint)
information: Dr. Paradies-Severin
telephone no.: 00495151/9871-53

Identification: Struvite
(according to the sender's statement)

Type/Quantity: 689 g incl. Verp.

Date of receipt: 10/22/2014

Package: plastic vessel

Start of analysis: 10/22/2014

End of analysis: 11/07/2014

Date

of production:

of consignment:

of sampling:

Sampling report-No.:

Sampler: sampling by client

Results in ~~original material~~ dry matter

dry matter	58.3	%
Method: DIN EN 12880, S 2a		
hydrocarbon C10-C40	112	mg/kg
Method: DIN ISO 16703		
HCB	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
alpha-HCH	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
beta-HCH	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
gamma-HCH	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
delta-HCH	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
heptachlor	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
cis-heptachlorepoxyde	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
trans-heptachlor epoxide	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
aldrin	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		

"< ..." = value is less than the adjoining lower limit of the operating range

The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.

Lab.-No. DD 1406553 of 11/07/2014 (reprint)

Page 2 of 4

Identification: Struvite

Results in ~~original material~~ dry matter

dieldrin	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
endrin	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
endrin aldehyd	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
oxy-Chlordan	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
trans-chlordane	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
cis-Chlordan	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
alpha-Endosulfan	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
beta-Endosulfan	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
Endosulfan sulfate	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
Op-DDE	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
pp-DDE	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
Op-DDD	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
pp-DDD	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
Op-DDT	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
pp-DDT	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
2,3,7,8-TCDD	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,7,8-PeCDD	< 0.200 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	< 0.250 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	< 0.500 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,7,8-HxCDD	< 0.500 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	< 0.500 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	2.88 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
OCDD	28.1 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	

"< ..." = value is less than the adjoining lower limit of the operating range

The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.

Lab.-No. DD 1406553 of 11/07/2014 (reprint)

Page 3 of 4

Identification: Struvite

Results in ~~original material~~ dry matter

2,3,7,8-TCDF	< 0.200 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,7,8-PeCDF	< 0.250 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
2,3,4,7,8-PeCDF	< 0.250 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,4,7,8-HxCDF	< 0.500 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	< 0.500 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	< 0.500 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
2,3,4,6,7,8-HxCDF	< 0.500 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	< 2.00 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	< 2.00 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
OCDF	< 10.0 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
WHO-PCDD/F-TEQ upper bound	0.980 ng/kg
Method: calculated WHO 2005	
PCB 28	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
PCB 52	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
PCB 101	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
PCB 138	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
PCB 153	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
PCB 180	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
Naphthalin	0.100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3	
Acenaphthylen	< 0.0500 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3	
Acenaphthen	0.140 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3	
Fluoren	0.160 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3	
Phenanthren	1.88 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3	

"< ..." = value is less than the adjoining lower limit of the operating range

The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.

LEUVEN:

Institut für Düngemittel und Saatgut



Finkenborner Weg 1a
31757 Hameln
Telefon: (0 51 51) 98 71-0
Telefax: (0 51 51) 98 71-11
Email: fd@lufa-nord-west.de
<http://www.lufa-nord-west.de>
Bank: Landessparkasse Odenburg
BLZ: 280 501 00 - Kto.: 660 886
DPR: 14185-01-00



LUFA Postfach 10 06 55 31756 Hameln

Lab.-No. DD 1406553 of 11/07/2014 (reprint) Page 4 of 4

Analytical Report

Identification: Struvite

Results in ~~Struvite~~ dry matter

Anthracen	0.290	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Fluoranthren	3.03	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Pyren	2.18	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Benz (a) anthracen	1.37	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Chrysen	0.990	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Benz (b) fluoranthren	1.37	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Benz (k) fluoranthren	0.510	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Benz (a) pyren	0.910	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Dibenz (a,h) anthracen	0.160	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Benz (ghi) perylen	0.550	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Indeno(1,2,3) pyren	0.600	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
PAK (Sum)	14.2	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		

Dr. Inge Paradies-Severin, laboratory manager

"< ... " = value is less than the adjoining lower limit of the operating range

The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.

Order-No. 542696
Lab.-No. DD 1406307
Page 1 of 3

Hameln, 12/18/2014-we
information: Dr. Paradies-Severin
telephone: 05151/9871-53

Identification: Struvite Leuven (BE)
(according to the sender's statement) projectnumber 432.617, contractcode DXQ
Type/Quantity: 703 g incl. package
Date of receipt: 10/17/2014 Package: plastic vessel
Start of analysis: 10/17/2014
End of analysis: 12/18/2014

Date of production: Sampler: sampling by client
of consignment:
of sampling:

Parameter	Declaration	Result in original	Result in dry matter
dry matter	%	52,1	
method: DIN 38414, S 2			
total nitrogen	%	1,82	3,49
method: VDLUFA II, 3.5.2.7			
P2O5 (mineral acid soluble)	%	24,9	47,7
method: ISO 11885, E 22			
magnesium (MgO)	%	13,1	25,2
method: ISO 11885, E 22			
copper	mg/kg	3,65	7,00
method: ISO 11885, E 22			
zinc	mg/kg	21,4	41,0
method: ISO 11885, E 22			

Conversion: 1 % = 10.000 mg/kg

"< ... " = value is less than the adjoining lower limit of the operating range
*6 = not subject to quality control requirements
The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without
Authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.



Finkenborner Weg 1a
31787 Hameln
Telefon: (0 51 51) 98 71-0
Telefax: (0 51 51) 98 71-11
Email: fd@lufa-nord-west.de
<http://www.lufa-nord-west.de>
Bank: Landessparkasse Oldenburg
BLZ: 260 501 00 - Kto.: 660 886
DAKKS
Deutsche
Akkreditierungsstelle
D-PL-34185-01-00

Lab.-No. DD 1406307 of 12/18/2014 Page 2 of 3

Parameter	Declaration	Result in Original	Result in dry matter
organic matter (loss on ignition)	%	9,41	18,1
method: calculative			
P2O5 neutral ammonium citrate & water soluble	%	25,1	48,1
method: ISO 11885, E 22			
P2O5 (water soluble)		10,8	20,7
method: ISO 11885, E 22			
calcium as CaO	%	0,23	0,44
method: ISO 11885, E 22			
ash	%	42,7	81,9
method: VDLUFA II, 10.1; #6			
TOC	%	0,42	0,81
method: VDLUFA II.1, 10.2			

24

Conversion: 1 % = 10.000 mg/kg

< „...“ = value is less than the adjoining lower limit of the operating range
#6 = not subject to quality control requirements
The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without Authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.



Finkenborner Weg 1a
31787 Hameln
Telefon: (0 51 51) 98 71-0
Telefax: (0 51 51) 98 71-11
Email: fd@lufa-nord-west.de
<http://www.lufa-nord-west.de>
Bank: Landessparkasse Oldenburg
BLZ: 260 501 00 - Kto.: 660 886
DAKKS
Deutsche
Akkreditierungsstelle
D-PL-34185-01-00

Lab.-No. DD 1406307 of 12/18/2014 Page 3 of 3

Heavy metals (DuVO Anlage 2, Tab. 1.4)	Result in original	Result in dry matter
arsenic	mg/kg	0,31
method: ISO 17294-2, E 29		
lead	mg/kg	2,5
method: ISO 17294-2, E 29		
cadmium	mg/kg	< 0,10
method: ISO 17294-2, E 29		
chromium	mg/kg	10,0
method: ISO 11885, E 22		
nickel	mg/kg	< 2,0
method: ISO 11885, E 22		
mercury	mg/kg	0,47
method: DIN EN 1483, E 12		

Remarks: dry matter 40°C = 90,81 %

I. Paradies-Severin
Dr. Inge Paradies-Severin
(laboratory manager)

Conversion: 1 % = 10.000 mg/kg

< „...“ = value is less than the adjoining lower limit of the operating range
#6 = not subject to quality control requirements
The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without Authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.

Institut für Düngemittel und Saatgut



Finkenbörner Weg 1a
31787 Hameln
Telefon: (0 51 51) 98 71-0
Telefax: (0 51 51) 98 71-11

Email: ifd@lufa-nord-west.de
http://www.lufa-nord-west.de
Bank: Landessparkasse Oldenburg
BLZ: 250 501 00 - Kto.: 690 886

(DAKS)
Deutsche
Akkreditierungsstelle
D-PL-24185-01-00

LUFA - Postfach 10 06 55 - 31756 Hameln

Analytical Report

STOWA
Stationsplein 89 (4e etage)
03818 LE Amersfoort
NIEDERLANDE

Order-No. 536343
Lab.-No. DD 1406307
Page 1 of 4

Hameln, 11/07/2014-we (reprint)
Information: Dr. Paradies-Severin
telephone no.: 00495151/9871-53

Identification: Struvite Leuven (BE)
Projectnumber 432.617, cotractcode DXQ
(according to the sender's statement)

Type/Quantity: 703 g incl. Verp.

Date of receipt: 10/17/2014 Package: plastic vessel

Start of analysis: 10/17/2014
End of analysis : 11/07/2014

Date of production :
of consignment :
of sampling :
Sampling report-No.:
Sampler: sampling by client

Results in ~~original material~~ dry matter

dry matter	52.1	%
Method: DIN EN 12880, S 2a		
hydrocarbon C10-C40	< 100	mg/kg
Method: DIN ISO 16703		
HCB	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
alpha-HCH	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
beta-HCH	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
gamma-HCH	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
delta-HCH	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
heptachlor	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
cis-heptachlorepoxyde	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
trans-heptachlor epoxide	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		

"< ..." = value is less than the adjoining lower limit of the operating range

The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.



Institut für Düngemittel und Saatgut

Finkenbörner Weg 1a
31787 Hameln
Telefon: (0 51 51) 98 71-0
Telefax: (0 51 51) 98 71-11

Email: ifd@lufa-nord-west.de
http://www.lufa-nord-west.de
Bank: Landessparkasse Oldenburg
BLZ: 250 501 00 - Kto.: 690 886

(DAKS)
Deutsche
Akkreditierungsstelle
D-PL-24185-01-00

Lab.-No. DD 1406307 of 11/07/2014 (reprint) Page 2 of 4

Identification: Struvite Leuven (BE)
Projectnumber 432.617, cotractcode DXQ

Results in ~~original material~~ dry matter

aldrin	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
dieldrin	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
endrin	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
endrin-aldehyd	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
Oxy-Chlordan	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
trans-Chlordane	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
cis-Chlordan	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
alpha-Endosulfan	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
beta-Endosulfan	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
Endosulfan sulfate	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
OP-DDE	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
pp-DDE	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
Op-DDD	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
pp-DDD	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
Op-DDT	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
pp-DDT	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
2,3,7,8-TCDD	< 0.200	ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,7,8-PeCDD	< 0.250	ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,4,7,8-HxCDD	< 0.500	ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,6,7,8-HxCDD	< 0.500	ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,7,8,9-HxCDD	< 0.500	ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	< 2.00	ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		

"< ..." = value is less than the adjoining lower limit of the operating range

The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.

Identification: Struvite Leuven (BE)
Projectnumber 432.617, contractcode DXQ

Results in ~~dry matter~~ dry matter

OCDD	< 10.0	ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
2,3,7,8-TCDF	< 0.200	ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,7,8-PeCDF	< 0.250	ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
2,3,7,8-PeCDF	< 0.250	ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,4,7,8-HxCDF	< 0.500	ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,6,7,8-HxCDF	< 0.500	ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,7,8,9-HxCDF	< 0.500	ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
2,3,4,6,7,8-HxCDF	< 0.500	ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	< 2.00	ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	< 2.00	ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
OCDF	< 10.0	ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
WHO-PCDD/F-TEQ upper bound	0.970	ng/kg
Method: calculated WHO 2005		
PCB 28	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
PCB 52	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
PCB 101	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
PCB 138	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
PCB 153	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
PCB 180	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2		
Naphthalin	< 0.0500	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Acenaphthylene	< 0.0500	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Acenaphthen	< 0.0500	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Fluoren	< 0.0500	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		

"< ..." = value is less than the adjoining lower limit of the operating range

The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.

Identification: Struvite Leuven (BE)
Projectnumber 432.617, contractcode DXQ

Results in ~~dry matter~~ dry matter

Phenanthren	< 0.0500	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Anthracen	< 0.0500	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Fluoranthren	< 0.0500	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Pyren	< 0.0500	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Benz(a)anthracen	< 0.0500	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Chrysen	< 0.0500	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Benz(b)fluoranthren	< 0.0500	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Benz(k)fluoranthren	< 0.0500	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Benz(a)pyren	< 0.0500	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Dibenz(a,h)anthracen	< 0.0500	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Benz(ghi)perylene	< 0.0500	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
Indeno(1,2,3-b)pyren	< 0.0500	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		
PAK (Sum)	< 0.0500	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3		

I. Paradies Severin
Dr. Inge Paradies-Severin, laboratory manager

"< ..." = value is less than the adjoining lower limit of the operating range

The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.

ECHTERN:

Institut für Düngemittel und Saatgut



Finkenborner Weg 1a
31787 Hameln
Telefon: (0 51 51) 98 71-0
Telefax: (0 51 51) 98 71-11
Email: ifd@lufa-nord-west.de
http://www.lufa-nord-west.de
Bank: Landesparkasse Odenburg
BLZ: 280 501 00 - NO. 600 886
D-PK-14165-01-00



LUFA Postfach 10 06 55 31756 Hameln

Analytical Report

stowa
Stationsplein 89 (4e etage)
NL – 3818 LE Amersfoort

Order-No. 542699
Lab.-No. DD 1406308
Page 1 of 3

Hameln,
information:
telephone: 12/18/2014-we
Dr. Paradies-Severin
05151/9871-53

Identification: Struvite Echten 13-10-14
(according to the sender's statement)
Type/Quantity: projectnumber 432.617, contractcode DXQ
1355 g incl. package
Date of receipt: 10/17/2014 Package: plastic vessel
Start of analysis: 10/17/2014
End of analysis: 12/18/2014

Date
of production:
of consignment:
of sampling:
Sampler: sampling by client

Parameter	Declaration	Result in original	Result in dry matter
dry matter	%	77,3	
method: DIN 38414, S 2			
total nitrogen	%	3,00	3,88
method: VDLUFA II, 3.5.2.7			
P2O5 (mineral acid soluble)	%	17,1	22,1
method: ISO 11885, E 22			
magnesium (MgO)	%	9,91	12,8
method: ISO 11885, E 22			
copper	mg/kg	7,00	9,06
method: ISO 11885, E 22			
zinc	mg/kg	21,0	27,2
method: ISO 11885, E 22			

Conversion: 1 % = 10.000 mg/kg

"<..." = value is less than the adjoining lower limit of the operating range
#6 = not subject to quality control requirements
The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without
Authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.



Institut für Düngemittel und Saatgut

Finkenborner Weg 1a
31787 Hameln
Telefon: (0 51 51) 98 71-0
Telefax: (0 51 51) 98 71-11
Email: ifd@lufa-nord-west.de
http://www.lufa-nord-west.de
Bank: Landesparkasse Odenburg
BLZ: 280 501 00 - NO. 600 886
D-PK-14165-01-00



Lab.-No. DD 1406308 of 12/18/2014 Page 2 of 3

Parameter	Declaration	Result in Original	Result in dry matter
organic matter (loss on ignition)	%	7,40	9,58
method: calculative			
P2O5 neutral ammonium citrate &	%	15,3	19,7
water soluble			
method: ISO 11885, E 22			
P2O5 (water soluble)		0,49	0,63
method: ISO 11885, E 22			
calcium as CaO	%	0,60	0,78
method: ISO 11885, E 22			
ash	%	69,9	90,4
method: VDLUFA II, 10.1; #6			
TOC	%	0,22	0,28
method: VDLUFA II.1, 10.2			

Conversion: 1 % = 10.000 mg/kg

"<..." = value is less than the adjoining lower limit of the operating range
#6 = not subject to quality control requirements
The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without
Authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.

Lab.-No. DD 1406308 of 12/18/2014 Page 3 of 3

Heavy metals (DVO Anlage 2, Tab. 1.4)		Result in original	Result in dry matter
arsenic method: ISO 17294-2, E 29	mg/kg		0,47
lead method: ISO 17294-2, E 29	mg/kg		3
cadmium method: ISO 17294-2, E 29	mg/kg		<0,13
chromium method: ISO 11885, E 22	mg/kg		20,7
nickel method: ISO 11885, E 22	mg/kg		10,4
mercury method: DIN EN 1483, E 12	mg/kg		0,04

Remarks: dry matter 40°C = 99,90 %

L. Paradies-Severin
Dr. Inge Paradies-Severin
(laboratory manager)

Conversion: 1 % = 10.000 mg/kg

< ... = value is less than the adjoining lower limit of the operating range
#6 = not subject to quality control requirements
The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without Authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.

LUFA · Postfach 10 06 55 · 31756 Hameln

Analytical Report

Stowa
Stationsplein 89 (4e etage)
03818 LE Amersfoort
NIEDERLANDE

Order-No. 536357
Lab.-No. DD 1406308
Page 1 of 4

Hameln, 11/07/2014-we (reprint)
information: Dr. Paradies-Severin
telephone no.: 00495151/9871-53

Identification: Struvite Echten 13-10-14
(according to the sender's statement)

Type/Quantity: 1355 g incl. Verp.

Date of receipt: 10/17/2014 Package: plastic vessel

Start of analysis: 10/17/2014
End of analysis : 11/07/2014

Date of production :
Of consignment :
Of sampling :
Sampling report-No. :
Sampler: sampling by client

Results in ~~original material~~ dry matter

dry matter	77.3	%
Method: DIN EN 12880, S 2a	< 100	mg/kg
hydrocarbon C10-C40	< 0.0100	mg/kg
Method: DIN ISO 16703	< 0.0100	mg/kg
HCB	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	< 0.0100	mg/kg
alpha-HCH	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	< 0.0100	mg/kg
beta-HCH	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	< 0.0100	mg/kg
gamma-HCH	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	< 0.0100	mg/kg
delta-HCH	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	< 0.0100	mg/kg
heptachlor	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	< 0.0100	mg/kg
cis-heptachlorepoxyde	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	< 0.0100	mg/kg
trans-heptachlor epoxide	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	< 0.0100	mg/kg
aldrin	< 0.0100	mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	< 0.0100	mg/kg

"< ..." = value is less than the adjoining lower limit of the operating range

The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.

Identification: Struvite Echten 13-10-14

Results in ~~original material~~ dry matter

dieldrin	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
endrin	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
endrin aldehyd	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
oxy-Chlordan	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
trans-chlordane	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
cis-Chlordan	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
alpha-Endosulfan	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
beta-Endosulfan	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
Endosulfan sulfate	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
Op-DDE	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
pp-DDE	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
Op-DDD	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
pp-DDD	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
Op-DDT	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
pp-DDT	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
2,3,7,8-TCDD	< 0.200 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,7,8-PeCDD	< 0.250 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	< 0.500 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	< 0.500 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	< 0.500 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	2.26 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
OCDD	16.6 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	

"< ..." = value is less than the adjoining lower limit of the operating range

The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.

Identification: Struvite Echten 13-10-14

Results in ~~original material~~ dry matter

2,3,7,8-TCDF	< 0.200 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,7,8-PeCDF	< 0.250 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
2,3,4,7,8-PeCDF	< 0.250 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,4,7,8-HxCDF	< 0.500 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	< 0.500 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	< 0.500 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
2,3,4,6,7,8-HxCDF	< 0.500 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	< 2.00 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	< 2.00 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
OCDF	< 10.0 ng/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
WHO-PCDD/F-TEQ upper bound	0.970 ng/kg
Method: calculated WHO 2005	
PCB 28	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
PCB 52	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
PCB 101	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
PCB 138	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
PCB 153	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
PCB 180	< 0.0100 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.2	
Naphthalin	< 0.0500 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3	
Acenaphthylen	< 0.0500 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3	
Acenaphthen	< 0.0500 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3	
Fluoren	< 0.0500 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3	
Phenanthren	< 0.0500 mg/kg
Method: VDLUFA VII, 3.3.3	

"< ..." = value is less than the adjoining lower limit of the operating range

The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.

Identification: Struvite Echten 13-10-14

Results in ~~mg/kg~~ dry matter

Anthracen	< 0.0500 mg/kg
Method: VOLUFA VII, 3.3.3	
Fluoranthren	0.0780 mg/kg
Method: VOLUFA VII, 3.3.3	
Pyren	< 0.0500 mg/kg
Method: VOLUFA VII, 3.3.3	
Benz (a) anthracen	< 0.0500 mg/kg
Method: VOLUFA VII, 3.3.3	
Chrysen	< 0.0500 mg/kg
Method: VOLUFA VII, 3.3.3	
Benz (b) fluoranthren	< 0.0500 mg/kg
Method: VOLUFA VII, 3.3.3	
Benz (k) fluoranthren	< 0.0500 mg/kg
Method: VOLUFA VII, 3.3.3	
Benz (a) pyren	< 0.0500 mg/kg
Method: VOLUFA VII, 3.3.3	
Dibenz (a,h) anthracen	< 0.0500 mg/kg
Method: VOLUFA VII, 3.3.3	
Benz (ghi) perylen	< 0.0500 mg/kg
Method: VOLUFA VII, 3.3.3	
Indeno (1,2,3) pyren	< 0.0500 mg/kg
Method: VOLUFA VII, 3.3.3	
PAK (Sum)	0.0780 mg/kg
Method: VOLUFA VII, 3.3.3	

Dr. Inge Paradies-Severin, laboratory manager

< ... = value is less than the adjoining lower limit of the operating range

The results refer to the present material of the sample. It is not allowed to copy parts of this analytical report (or to pass parts of it to someone) without authorization of the LUFA Nord-West, Hameln.

Prüfbericht

Waterschap AA en Maas
Bart Verberkt
Postbus 50495201 GA s-Hertogenbosch
NIEDERLANDEAuftrag-Nr. 559370
Labor-Nr. DD 1501809
Seite 1 von 6Hameln, 11.06.2015-we
Auskunft: Dr. Paradies-Severin
Telefon : 05151/9871-53Bezeichnung: Struvite from the WWT Land van Cuijk
(nach Angabe des Einsenders)

Type/Menge: 938 g incl. Verp.

Eingangsdatum: 07.05.2015

Beginn der Prüfung: 07.05.2015
Ende der Prüfung : 11.06.2015Datum
der Herstellung :
der Lieferung :
der Probenahme :

Ort der Probenahme:

Hersteller/Lieferant:

Durchschrift an:

Partie-Nr.:

Verpackung: Polygefaß

Probenahmebericht-Nr.:

Probenehmer: Pn d. Auftraggeber

Parameter	Deklaration	Befund im Original	Befund in Trockenmasse
Trockensubstanz	40°C	94,4	
Method: DIN EN 12880, S 2a			
Gesamt-Stickstoff	%	5,23	5,54
Method: VOLUFA II, 3.5.2.7			
P205 (mineralsäurelöslich)	%	29,0	30,7
Method: ISO 11885, E 22			
Magnesium (WGO)	%	17,0	18,0
Method: ISO 11885, E 22			
Kupfer	mg/kg	< 2,00	< 2,12
Method: ISO 11885, E 22			
Zink	mg/kg	2,83	3,00
Method: ISO 11885, E 22			
P205 neutralammoncitr. & wasserl.	%	27,0	28,6
Method: ISO 11885, E 22			

Umrechnung: 1 % = 10.000 mg/kg

< ... = Wert ist kleiner als die nebenstehende untere Grenze des Arbeitsbereichs

Die Untersuchungsergebnisse beziehen sich ausschließlich auf das uns vorliegende Probenmaterial. Dieser Prüfbericht darf nur vollständig ohne unsere schriftliche Genehmigung vervielfältigt bzw. weitergegeben werden.

Institut für Düngemittel und Saatgut



Finkenborner Weg 1a
31787 Hameln
Telefon: (0 51 51) 98 71-0
Telefax: (0 51 51) 98 71-11

E-Mail: fd@lufa-nord-west.de
<http://www.lufa-nord-west.de>
Bank: Landessparkasse Odenburg
BLZ: 280 501 00 - Kto.: 660 886

Deutsche
Zertifizierungsstelle
DIN EN ISO 9001

DAKKS

Labor-Nr. DD 1501809 vom 11.06.2015 Seite 2 von 6

Parameter	Deklaration	Befund im Original	Befund in Trockenmasse
P205 (wasserlöslich)	§	0,50	0,53
Methode: ISO 11885, E 22			
Calcium als CaO	§	0,14	0,15
Methode: ISO 11885, E 22			
Organische Substanz (C org.)	§	< 0,50	< 0,53
Methode: VDLUFA II, 1.10.2			

Umrechnung: 1 % = 10.000 mg/kg

"< ..." = Wert ist kleiner als die nebenstehende untere Grenze des Arbeitsbereichs

Die Untersuchungsergebnisse beziehen sich ausschließlich auf das uns vorliegende Problemmaterial. Dieser Prüfbericht darf nur vollständig ohne unsere schriftliche Genehmigung vervielfältigt bzw. weitergegeben werden.

Institut für Düngemittel und Saatgut



Finkenborner Weg 1a
31787 Hameln
Telefon: (0 51 51) 98 71-0
Telefax: (0 51 51) 98 71-11

E-Mail: fd@lufa-nord-west.de
<http://www.lufa-nord-west.de>
Bank: Landessparkasse Odenburg
BLZ: 280 501 00 - Kto.: 660 886

Deutsche
Zertifizierungsstelle
DIN EN ISO 9001

DAKKS

Labor-Nr. DD 1501809 vom 11.06.2015 Seite 3 von 6

Op basis van DS 40 °C

Schadstoffe (DüVO Anlage 2, Tab. 1.4)	Befund im Original	Befund in Trockenmasse
Arsen	mg/kg	< 0,11
Methode: ISO 17294-2, E 29		
Blei	mg/kg	< 1
Methode: ISO 17294-2, E 29		
Cadmium	mg/kg	< 0,11
Methode: ISO 17294-2, E 29		
Chrom	mg/kg	5,00
Methode: ISO 11885, E 22		
Nickel	mg/kg	3,00
Methode: ISO 11885, E 22		
Quecksilber	mg/kg	< 0,01
Methode: DIN EN 1483, E 12		
Kohlenwasserstoffe C10-C40	mg/kg	1062
Methode: DIN ISO 16703		
HC	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
alpha-HCH	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
beta-HCH	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
Gamma-HCH	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
delta-HCH	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
Heptachlor	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
cis-Heptachlorepoxyd	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
trans-Heptachlorepoxyd	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
Aldrin	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
Dieldrin	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
Endrin	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
Endrinalldehyd	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
Oxy-Chlordan	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
trans-Chlordan	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		

Umrechnung: 1 % = 10.000 mg/kg

"< ..." = Wert ist kleiner als die nebenstehende untere Grenze des Arbeitsbereichs

Die Untersuchungsergebnisse beziehen sich ausschließlich auf das uns vorliegende Problemmaterial. Dieser Prüfbericht darf nur vollständig ohne unsere schriftliche Genehmigung vervielfältigt bzw. weitergegeben werden.

Op basis van DS 40°C

Schadstoffe (DüVO Anlage 2, Tab. 1.4)	Befund im Original	Befund in Trockenmasse
is-Chlordan	mg/kg	< 0,011
ethode: VDLUFA VII, 3.3.2		
lpha-Endosulfan	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
beta-Endosulfan	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
Endosulfansulfat	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
Op-DDE	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
pp-DDE	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
Op-DDD	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
pp-DDD	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
Op-DDT	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
pp-DDT	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
Isodrin	mg/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
2,3,7,8-TCDD	ng/kg	< 0,212
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,7,8-PeCDD	ng/kg	< 0,265
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,4,7,8-HxCDD	ng/kg	< 0,530
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,6,7,8-HxCDD	ng/kg	< 0,530
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,7,8,9-HxCDD	ng/kg	< 0,530
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	ng/kg	4,19
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
OCDD	ng/kg	33,8
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
2,3,7,8-TCDF	ng/kg	< 0,212
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,7,8-PeCDF	ng/kg	< 0,265
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
2,3,4,7,8-PeCDF	ng/kg	< 0,265
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,4,7,8-HxCDF	ng/kg	< 0,530
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	ng/kg	< 0,530
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		

Unrechnung: 1 % = 10.000 mg/kg

"< ..." = Wert ist kleiner als die nebenstehende untere Grenze des Arbeitsbereichs

Die Untersuchungsergebnisse beziehen sich ausschließlich auf das uns vorliegende Probenmaterial. Dieser Prüfbericht darf nur vollständig ohne unsere schriftliche Genehmigung vervielfältigt bzw. weitergegeben werden.

Op basis van DS 40°C

Schadstoffe (DüVO Anlage 2, Tab. 1.4)	Befund im Original	Befund in Trockenmasse
1,2,3,6,7,8-HxCDF	ng/kg	< 0,530
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,7,8,9-HxCDF	ng/kg	< 0,530
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
2,3,4,6,7,8-HxCDF	ng/kg	< 0,530
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	ng/kg	< 2,12
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	ng/kg	< 2,12
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
OCDF	ng/kg	< 10,6
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
WHO-PCDD/F-TEQ incl. Best.grenze	ng/kg	1,05
Methode: berechnet WHO 2005		
PCB 118	ng/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
PCB 28	ng/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
PCB 52	ng/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
PCB 101	ng/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
PCB 138	ng/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
PCB 153	ng/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
PCB 180	ng/kg	< 0,011
Methode: VDLUFA VII, 3.3.2		
Naphthalin	ng/kg	< 0,053
Methode: VDLUFA VII, 3.3.3		
Acenaphthylen	ng/kg	< 0,053
Methode: VDLUFA VII, 3.3.3		
Acenaphthen	ng/kg	< 0,053
Methode: VDLUFA VII, 3.3.3		
Fluoren	ng/kg	< 0,053
Methode: VDLUFA VII, 3.3.3		
Phenanthren	ng/kg	< 0,053
Methode: VDLUFA VII, 3.3.3		
Anthracen	ng/kg	< 0,053
Methode: VDLUFA VII, 3.3.3		
Fluoranthren	ng/kg	< 0,053
Methode: VDLUFA VII, 3.3.3		
Pyren	ng/kg	< 0,053
Methode: VDLUFA VII, 3.3.3		

Unrechnung: 1 % = 10.000 mg/kg

"< ..." = Wert ist kleiner als die nebenstehende untere Grenze des Arbeitsbereichs

Die Untersuchungsergebnisse beziehen sich ausschließlich auf das uns vorliegende Probenmaterial. Dieser Prüfbericht darf nur vollständig ohne unsere schriftliche Genehmigung vervielfältigt bzw. weitergegeben werden.

Institut für Düngemittel und Saatgut



Finkenborner Weg 1a
31787 Hameln
Telefon: (0 51 51) 98 71-0
Telefax: (0 51 51) 98 71-11

Email: ifd@lufa-nord-west.de
http://www.lufa-nord-west.de
Bank: Landessparkasse Odenburg
BLZ: 280 501 00 - Kto.: 690 886



Akademie
Akkreditierungsstelle
D-PL-14165-01-00

Labor-Nr. DD 1501809 vom 11.06.2015 Seite 6 von 6

Op basis van DS 40°C

Schadstoffe (DüVO Anlage 2, Tab. 1.4)	Befund im Original	Befund in Trockenmasse
Benz(a)anthrazen Methode: VDLUFA VII, 3.3.3	mg/kg	< 0,053
Chrysen Methode: VDLUFA VII, 3.3.3	mg/kg	< 0,053
Benz(b)fluoranthren Methode: VDLUFA VII, 3.3.3	mg/kg	< 0,053
Benz(k)fluoranthren Methode: VDLUFA VII, 3.3.3	mg/kg	< 0,053
Benz(a)pyren Methode: VDLUFA VII, 3.3.3	mg/kg	< 0,053
Dibenz(a,h)anthracen Methode: VDLUFA VII, 3.3.3	mg/kg	< 0,053
Benz(ghi)perylen Methode: VDLUFA VII, 3.3.3	mg/kg	< 0,053
Indeno(1,2,3)pyren Methode: VDLUFA VII, 3.3.3	mg/kg	< 0,053
Summe PAK Methode: VDLUFA VII, 3.3.3	mg/kg	< 0,053

Bemerkungen:

Trockensubstanz 105°C

52,84 %

In Verfrachtung

Dr. Inge Paradies-Severin, Laborleiterin

Umrechnung: 1 % = 10.000 mg/kg

... " = Wert ist kleiner als die nebenstehende untere Grenze des Arbeitsbereichs

a Untersuchungsergebnisse beziehen sich ausschließlich auf das uns vorliegende Probenmaterial. Dieser Prüfbericht darf nur vollständig ohne unsere schriftliche Genehmigung vervielfältigt bzw. weitergegeben werden.

BIJLAGE 2

ANALYSERESULTATEN PATHOGENEN (KWR)

Groningenhaven 7
Postbus 1072
3430 BB Nieuwegein

T 030 606 95 11
F 030 606 11 65
I www.kwrwater.nl

Gronitmij Nederland B.V.
Afvalwatertechnologie
T.a.v. mevrouw ir. C.M. Morgenschweis

Projectnummer 400711
Onderwerp Aanvullende vragen struvietopwerking
Bijlage(n) 5
Informatie Erik Enke, 030-6069691
E-mail Erik.Enke@kwrwater.nl
Datum 16 januari 2015
Kenmerk 15010014EE

Geachte mevrouw Morgenschweis,

Ter aanvulling op de definitieve analyse rapporten stuur ik je hierbij een toelichting op welke manier wij de monsters hebben opgewerkt voor de Orbitrap analyse en de GC/MS analyse. Verder heb ik hier (<http://driv.ms/LAQET9>) een aantal foto's gezet (in origineel formaat totaal ~1.8mb) die wij hebben genomen nadat de monsters waren gedroogd. Hierop zijn duidelijk zaden, stukken hout en soms ook kleine stukken plastic waarneembaar.

Voorbewerking monsters afwijkend van huisvoorschrift:

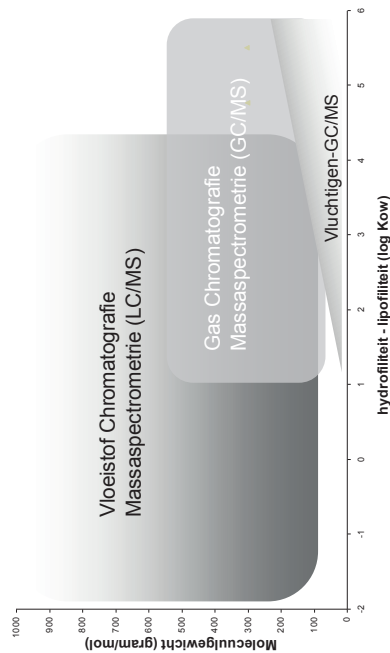
Van elk monster werd ca. 50 g monster op de analytische balans ingewogen en gedroogd gedurende 12 uur bij 40,0 graden Celcius.

Tabel 1: Drooggewicht struviet monsters

	Drooggewicht bij 40 °C (na 12 uur)
C-14 2533 Aquafin	79.7%
C-14 2534 AMS	87.5%
C-14 2535 Echten	100%

Vervolgens is er een hoeveelheid overgebracht naar een mortier en zijn vooraf grove zichtbare verontreinigingen verwijderd. Van elk fijnmalen monster is hierna ca 2 gram in triplo afgewogen en opgelost in 2,8 ml geconcentreerd zoutzuur. Dit is overgebracht in een maatsylinder van 2 liter door middel van ultrazuiver water. Het volume werd aangevuld tot 2 liter met ultrazuiver water en op een pH gebracht van 2,3. Hiervan werd 1 liter in bewerking genomen voor zowel de LC/MS analyse en de GC/MS-analyse. Vanaf hier is de opwerking en analyse uitgevoerd volgens huisvoorschrift LOA-600 resp. LOA-538. Voor de GC/MS-analyse werd geconcentreerd tot 1 ml i.p.v. 0.5 ml.

Gaschromatografie is een geschikte techniek om semivolatilite, thermostabiele, apolaire contaminanten in water te scheiden, terwijl LC-analyse-methoden geschikt zijn voor niet-vluchtige, thermisch instabiele en polaire verbindingen. GC en LC zijn daarmee complementaire technieken Zie figuur 1



Figuur 1: De beschrijving van de chemische ruimte met gaschromatografische (GC) en vloeistofchromatografische (LC) technieken.

De retentieindex (zie formule 1) zoals gebruikt in de rapportage maakt gebruik van twee interne standaarden die wij toevoegen aan het monster. Deze relatie geeft ook een indicatie over de Log Kow van de betreffende component.

Formule 1: Kreti index

$$K_{retI} = R_{tya} = R_{tFn} + \frac{(R_{tNb} - R_{tFn})}{(R_{tNb} - R_{tFn})} (R_{txa} - R_{tFn})$$

Waarin:

R_{ty} = Gecorrigeerde retentietijd van component a ten opzichte van de interne standaarden Fenuron en Neburon
R_{tx} = Gemeten retentietijd van component a.

R_{Nb} en R_{Fn} = Vastgestelde retentietijden van de interne standaarden.

Fenuron: 21.12 (min.) logKow 1.38

Neburon: 43.60 (min.) logKow 4.15

R_{Nb} en R_{Fn} = Gemeten retentietijden van de interne standaarden.

Met vriendelijke groet,

KWR Waterecycle Research Institute

Erik Enke
scientific researcher

Bijlagen:

1. Rapportage Pathogenen Analyse "1-LMB-pathogenen-grontmij.pdf"
2. Rapportage Totaal organische koolstof en Anorganisch koolstof "2-VITO-analyse-Struviet.pdf"
3. Analyse-rapport GCMS en Orbitrap analyse "3-LMC 14-0584.pdf"
4. Rapportage brede screening GCMS "4-1-LMC14-0584_Bijlage 1 Struviet brede scr GCMS.pdf"
5. Rapportage brede screening LCMS "5-2-LMC 14-0584_Bijlage 2 Struviet brede scr LCMS.pdf"



Groep 13691

1/2

KWR Watercycle Research (chem. analyse)

Nada Berg

Groningenhaven 7, Postbus 1072

NL-3430 BB NIEUWEGEIN

27 januari 2015

Gewijzigd Analyseverslag

Monstercode Klant : zie verder
Omschrijving : Struviet
Ontvangstdatum : 19 november 2014 Bemonsteringsdatum : 'Klant'
Monsternummer : 'Klant'
Bestelbon/Offerte nr. :

Vito Code	Code Klant
201406065	C-14 2533
201406066	C-14 2534
201406067	C-14 2535

Vito Code	Algemene testen		Koolstof	
	Droge stof	%	Totaal anorg. koolstof	% C ds
201406065	81.3	%	<0.1	% C ds
201406066	87.9	%	<0.1	% C ds
201406067	99.8	%	0.26	% C ds
Vito Code	Koolstof			
	Totaal org. koolstof	% C ds		
201406065	0.32	% C ds		
201406066	3.69	% C ds		
201406067	0.30	% C ds		

Opmerkingen :

Algemene testen
 201406065 : Reden wijziging: Gedroogd bij 40 °C in plaats van 105 °C.
 201406066 : Reden wijziging: Gedroogd bij 40 °C in plaats van 105 °C.
 201406067 : Reden wijziging: Gedroogd bij 40 °C in plaats van 105 °C.

Projectverantwoordelijke
 Kristof Tirez

Monster C-14 2533: Monster Leuven Aquafin
 Monster C-14 2534: Monster Amsterdam West Waternet
 Monster C-14 2535: Monster Echten Reest en Wieden

Groep
2/2

13691



Bijlage: Bepaling en Ontsluiting

(CMA en BAM methoden zijn terug te vinden op <http://www.vito.be> ; indien de methodeverwijzing een testcode met structuur MIM-AN+- of MIM-OR+- bevat, behoort de test tot het toepassingsgebied van de accreditatie overeenkomstig NBN EN ISO 17025, cfr. BELAC accreditatiecertificaat Nr. 045-TEST)

Algemene testen

Droge stof

Bepaling: Drogen bij 40 °C tot constant gewicht.

Koolstof

Totaal anorg. koolstof

Bepaling: Verschil tussen totaal koolstofgehalte en totaal organisch koolstofgehalte conform CMA

2/II/A.7

Koolstof

Totaal org. koolstof

Bepaling: Rechtstreekse meting na aanzuren van totaal organisch koolstofgehalte conform CMA

2/II/A.7

Het analyseverslag heeft enkel betrekking op het geanalyseerde monster. Het analyseverslag mag enkel in zijn geheel worden gereproduceerd, tenzij voorgaande schriftelijke toestemming van de betrokken projectverantwoordelijke(n) van VITO. Informatie over de meetonzekerheid van de resultaten, de data van uitvoering van de analyses en de toegepaste monsterconservering zal op verzoek ter beschikking gesteld worden door de betrokken projectverantwoordelijke(n) van VITO.



KWR, CWG (Chemische Waterkwaliteit en Gezondheid)
De heer E. Enke
Postbus 1072
3430 BB NIEUWEGEIN

Analyserapport

Groningenhaven 7
Postbus 1072
3430 BB Nieuwegein
T 030 60 69 511
F 030 60 61 165
I www.kwrwater.nl

Opdrachtnummer 400 711 / 001/001 Struviet analyses (STOWA)
Bijlagen 2
Informatie 030 60 69 522
E-mail Piet.Speksnijder@kwrwater.nl
Datum 16-12-2014
Oms kenmerk LMC 14-0584

Geachte heer Enke,

Op 01-10-2014 heeft u ons de opdracht gegeven om een aantal monsters te analyseren.

De resultaten van deze analyses zijn vermeld op de volgende bladzijden. Deze resultaten hebben uitsluitend betrekking op de monsters, zoals deze door u ter analyse werden aangeboden.

Wij vertrouwen erop u hiermee van dienst te zijn geweest.

Met vriendelijke groet,
KWR Waterycle Research Institute
i.o.

Dr. A. Kolkman
Scientific Researcher Analytical Chemistry
Teamleider Laboratorium voor Materialenonderzoek en Chemische analyse (LMC)

Watercycle Research Institute

Handelsregister Regio
Utrecht, 27279653
KWR Waterycle Research Institute is de
handelsnaam van KWR Water B.V.

Odrachtgever:
Odrachtnummer:
Oms kenmerk:
Datum opdracht:
Analysedatum:

KWR, CWG (Chemische Waterkwaliteit en Gezondheid)
400 711 / 001/001 Struviet analyses (STOWA)
LMC 14-0584
01-10-2014
22-10-2014

Gebruikte methodes

Method ID	Code	Omschrijving
0	Scr.GCMS.LI.E.interpretatie	screening onbekende componenten na vloeistof/vloeistof extractie; LOA-411, eigen methode
1	Scr.LC/MS/MS SPE interpretatie	bepaling en bevestiging van diverse (onbekende) verbindingen (LC/MS/MS); LOA-600, eigen methode

Resultaten:

Codering opdrachtgever : zie tabel
Monstercodenummer(s) : C-14 2533, C-14 2534, C-14 2535

		Aquafln RWZI	A dam Watermet	EGHTEN FGH014
		grond, slib, slibhoudend water	13-10-2014	grond, slib, slibhoudend water
Componenten		Meth ID	13-10-2014	13-10-2014
aantal gerapporteerde componenten		- 0	C-14 2533	C-14 2534
aantal gerapporteerde componenten		- 1	*	*

Legenda: * = aangetoonde componenten, zie bijlagen.

GC/MS analyse

Laboratorium: KWR
Projectnr. 400711 001 001

Monsternr.: C-142534
A'dam Waternet 13-10-2014

Datum monsternr.: 13-10-2014
Analysedatum: 29-10-2014

Retentie-tijd (min.)	Rel. Rt	Identiteit verbinding	Finalis	Niveau identificatie	Piek- oppervlak	Concentra- tie in µg/l	Concentra- tie in mg/kg droge stof	Soort piek	CAS nr
16.46	0.46	naftaleen-d8		P	5.62E+08	0.50	0.50	I.S.	
24.37	0.68	onbekende alifatische verbinding	155	U	81842327	0.18	0.18	monster	
35.60	1.00	anthraceen-d10		P	2.25E+08	0.50	0.49	I.S.	
42.68	1.20	cyclisch zwavel S8	256	T	3.32E+08	0.74	0.73	monster	10544-50-0
53.02	1.49	diisooctylftalaat	279	U	2.44E+08	0.54	0.54	monster	-

Niveau identificatie: P=positief, T= bevestigd a.d.h.v. bibliotheek en Kovats index en U=onbekend
Concentraties vanaf 0,15 µg/g droge stof zijn gerapporteerd (10 hoogste pieken)

GC/MS analyse

Laboratorium: KWR
 Projectnr. 400711 001 001
 Monsternr.: C-142535
 ECHTEN FGH014
 Datum monsternamen: 13-10-2014
 Analysedatum: 29-10-2014

Retentie-tijd (min.)	Rel. Rt	Identiteit verbinding	Finalis	Niveau identificatie	Piek- oppervlak	Concentra- tie in µg/l	Concentra- tie in mg/kg droge stof	Soort piek	CAS nr
16.49	0.46	naftaleen-d8		P	4.64E+08	0.50	0.50	I.S.	
16.87	0.47	decanal	128	T	1.41E+09	2.1	2.1	monster	112-31-2
18.90	0.53	1-chloordecaan	105	T	2.92E+09	4.4	4.4	monster	1002-69-3
19.91	0.56	onbekende alifatische verbinding	184	U	4.52E+09	6.8	6.8	monster	
20.95	0.59	onbekende verbinding	154	U	9.18E+08	1.4	1.4	monster	
21.56	0.61	onbekende alifatische verbinding	182	U	7.79E+08	1.2	1.2	monster	
21.98	0.62	onbekende alifatische verbinding	155	U	8.87E+08	1.3	1.3	monster	
22.22	0.62	onbekende alifatische verbinding	179	U	1.08E+09	1.6	1.6	monster	
22.41	0.63	onbekende alifatische verbinding	212	U	2.87E+09	4.3	4.3	monster	
23.15	0.65	tetradecaan	198	T	5.31E+09	8.0	8.0	monster	629-59-4
25.11	0.71	onbekende alifatische verbinding	183	U	2.33E+09	3.5	3.5	monster	
26.29	0.74	pentadecaan	212	T	2.83E+09	4.3	4.3	monster	629-62-9
32.55	0.91	onbekende stikstofverbinding	58	U	8.20E+08	1.2	1.2	monster	
35.60	1.00	anthraceen-d10		P	3.31E+08	0.50	0.50	I.S.	
39.51	1.11	n-Hexadecaanzuur	256	T	4.38E+09	6.6	6.6	monster	57-10-3
43.46	1.22	onbekende alifatische amine	311	U	6.80E+09	10.3	10.2	monster	
43.97	1.23	alifatisch zuur	264	U	1.19E+09	1.8	1.8	monster	

Niveau identificatie: P=positief, T= bevestigd a.d.h.v. bibliotheek en Kovats index en U=onbekend
 Concentraties vanaf 1,2 µg/g droge stof zijn gerapporteerd (10 hoogste pieken)

LC/MS analyse

Stofnaam	+/- mode	gemeten massa	Rt (min)	Kreti	Meest waarschijnlijke brutoformule	CAS	Aquaflin RWZI		A'dam Watermet 13-10- 2014		ECHTEN FGH014		
							C-14 2533 13/10/2014		C-14 2534 13/10/2014		C-14 2535 13/10/2014		
							concentraties in mg/kg equivalente interne standaard droge stof	r.s.d. (%) n=3	concentraties in mg/kg equivalente interne standaard droge stof	r.s.d. (%) n=3	concentraties in mg/kg equivalente interne standaard droge stof	r.s.d. (%) n=3	
Stikstofverbindingen													
onbekende stikstofverbinding	+	200.2369	20.99	37.52	C13H29N		0.02	44	0.59	5.6			
mogelijk een alifatisch amine	+	242.2839	25.51	43.75	C16H35N				0.33	2.8			
onbekende stikstofverbinding	+	270.3152	24.64	42.55	C18H39N				0.24	1.9			
onbekende stikstofverbinding	+	304.2989	25.90	44.29	C21H37N		0.06	15	0.85	4.9	0.05	17	
NO-verbindingen													
onbekende NO-verbinding	+	348.2889	14.50	28.58	C22H37O2N		0.02	11					
onbekende NO-verbinding	+	230.2474	17.24	32.36	C14H31ON		0.03	50	0.44	4.7			
onbekende NO-verbinding	+	222.1847	20.51	36.86	C14H23ON		0.02	3.6					
Zuurstofverbindingen													
onbekende zuurstofverbinding	-	137.0245	6.05	16.96	C7H6O3				0.22	1.7	0.05	9.1	
08-pos-012, zuurstofverbinding	+	258.2784	21.12	37.70	C16H35ON								
onbekende zuurstofverbinding	-	315.1964	21.72	38.53	C20H28O3						0.03	6.0	
onbekende zuurstofverbinding	-	215.1655	23.52	41.01	C12H24O3						0.02	1.5	
onbekende zuurstofverbinding	+	285.2207	29.20	48.83	C20H28O				0.26	6.6	0.14	3.2	
onbekende zuurstofverbinding	+	283.2626	31.15	51.52	C18H34O2				1.3	7.0	0.05	12	
onbekende zuurstofverbinding	-	299.2592	31.21	51.59	C18H36O3		0.04	29			0.24	6.5	
onbekende zuurstofverbinding	+	285.2207	32.09	52.81	C20H28O						0.06	5.1	
Onbekende verbindingen													
onbekende verbinding	-	309.1190	5.85	16.69			0.03	35					
onbekende verbinding *	+	355.1592	6.48	17.54			0.04	7.4					
onbekende verbinding *	-	353.1461	6.52	17.61			0.07	3.0					
onbekende verbinding **	+	399.1854	7.08	18.37			0.04	12					
onbekende verbinding	+	415.2530	7.07	18.35					0.20	5.1			
onbekende verbinding **	-	397.1723	7.12	18.44			0.08	5.3					
onbekende verbinding	+	459.2795	7.52	18.97					0.20	2.6			

LC/MS analyse

Stofnaam	+/- mode	gemeten massa	Rt (min)	Kreti	Meest waarschijnlijke brutoformule	CAS	Aquaflin RWZI		A'dam Watermet 13-10- 2014		ECHTEN FGH014	
							C-14 2533	C-14 2534	C-14 2533	C-14 2534	C-14 2535	C-14 2536
							concentraties in mg/kg equivalente interne standaard droge stof	concentraties in mg/kg equivalente interne standaard droge stof	concentraties in mg/kg equivalente interne standaard droge stof	concentraties in mg/kg equivalente interne standaard droge stof	concentraties in mg/kg equivalente interne standaard droge stof	concentraties in mg/kg equivalente interne standaard droge stof
onbekende verbinding ***	+	443.2114	7.58	19.05			0.03	11				
onbekende verbinding ***	-	441.1987	7.64	19.15			0.08	7.8				
onbekende verbinding	+	503.3058	7.92	19.52					0.20	4.4		
onbekende verbinding #	+	487.2377	8.08	19.74			0.03	11				
onbekende verbinding #	-	485.2250	8.10	19.79			0.05	5.8				
onbekende verbinding ##	+	531.2638	8.47	20.28			0.02	12				
onbekende verbinding ##	-	529.2514	8.50	20.34			0.05	9.8				
onbekende verbinding	-	573.2776	8.88	20.86			0.05	12				
onbekende verbinding	-	617.3050	9.20	21.30			0.04	13				
onbekende verbinding	-	661.3307	9.49	21.70			0.03	13				
onbekende verbinding	-	343.2125	11.55	24.53							0.03	43
onbekende verbinding	-	329.2335	16.27	31.03							0.05	28
onbekende verbinding	-	187.1342	18.63	34.28							0.03	2.8
onbekende verbinding	-	449.2763	28.71	48.15			0.03	45				
Doelstoffen, concentratie in mg/kg droge stof												
Metoprolol	+	268.1907	9.15	21.22	C15H25NO3	37350-58-6			0.04	5.9	0.03	4.2
tris-2-chloorisopropylfosfaat	+	327.0081	21.42	38.12	C9H18O4PCl3	115-96-8						

*, **, ***, # en ##: waarschijnlijk dezelfde componenten

GC/MS analyse

Datum monsternamen: 13-10-2014
Analysedatum: 29-10-2014

Monsternr.: C-142533
Aqualin RWZI

Laboratorium: KWR
Projectnr. 400711 001 001

Retentie-tijd (min.)	Rel. Rt	Identiteit verbinding	Finalis	Niveau identificatie	Piek- oppervlak	Concentra- tie in µg/l	Concentra- tie in mg/kg droge stof	Soort piek	CAS nr
14.37	0.40	(E)-1-fenyl-1-buteen	132	T	5.58E+08	0.47	0.47	monster	1005-64-7
16.47	0.46	naftaleen-d8		P	6.16E+08	0.50	0.50	I.S.	
27.22	0.76	cyclisch zwavel S6	192	T	1.84E+09	1.56	1.6	monster	13798-23-7
34.09	0.96	tetradecaanzuur	228	T	1.75E+09	1.48	1.5	monster	544-63-8
35.43	1.00	fenanthreen of anthraceen	178	T	3.94E+08	0.33	0.33	monster	85-01-8 of 120-12-7
35.59	1.00	anthraceen-d10		P	5.90E+08	0.50	0.50	I.S.	
35.81	1.01	cyclisch zwavel S7	224	T	9.54E+08	0.81	0.81	monster	-
37.97	1.07	2-heptadecanon	254	T	2.29E+09	1.9	1.9	monster	2922-51-2
39.58	1.11	n-Hexadecaanzuur	256	T	1.33E+10	11	11	monster	57-10-3
42.74	1.20	cyclisch zwavel S8	256	T	3.44E+09	2.9	2.9	monster	10544-50-0
42.95	1.21	fluorantheen	202	T	8.51E+08	0.72	0.72	monster	206-44-0
43.87	1.23	onbekende alifatische verbinding	280	U	4.01E+08	0.34	0.34	monster	
43.99	1.24	onbekende alifatische verbinding	280	U	5.61E+08	0.47	0.47	monster	
44.07	1.24	onbekende alifatische verbinding	264	U	3.97E+08	0.34	0.34	monster	
44.33	1.25	pyreen	202	T	5.85E+08	0.50	0.49	monster	129-00-0
44.66	1.25	ethyl 9,12,15-octadecatrenoaat	306	T	9.73E+08	0.82	0.82	monster	-
52.99	1.49	diisooctylfataat	279	T	7.58E+08	0.64	0.64	monster	131-20-4

Niveau identificatie: P=positief, T= bevestigd a.d.h.v. bibliotheek en Kovats index en U=onbekend
Concentraties vanaf 0,3 µg/g droge stof zijn gerapporteerd (10 hoogste pieken)

GC/MS analyse

Laboratorium: KWR
 Projectnr. 400711 001 001
 Monsternr.: C-142534
 A dam Waternet 13-10-2014
 Datum monsternamen: 13-10-2014
 Analysedatum: 29-10-2014

Retentie-tijd (min.)	Rel. Rt	Identiteit verbinding	Finalis	Niveau identificatie	Piek- oppervlak	Concentra- tie in µg/l	Concentra- tie in mg/kg droge stof	Soort piek	CAS nr
16.46	0.46	naftaleen-d8		P	5.62E+08	0.50	0.50	I.S.	
24.37	0.68	onbekende alifatische verbinding	155	U	81842327	0.18	0.18	monster	
35.60	1.00	anthraceen-d10		P	2.25E+08	0.50	0.49	I.S.	
42.68	1.20	cyclisch zwavel S8	256	T	3.32E+08	0.74	0.73	monster	10544-50-0
53.02	1.49	diisooctylftalaat	279	U	2.44E+08	0.54	0.54	monster	-

Niveau identificatie: P=positief, T= bevestigd a.d.h.v. bibliotheek en Kovats index en U=onbekend
 Concentraties vanaf 0,15 µg/g droge stof zijn gerapporteerd (10 hoogste pieken)

Groep 000506
1 / 4

KWR

Nanda Berg
Groningenhaven 7, PB 1072
NL-3430 BB Nieuwegein

NEDERLAND

21 mei 2015

Analyseverslag

86

Omschrijving: Struviet
Ontvangstdatum: 12 mei 2015
Monsternummer: Klant
Bemonsteringsdatum: Klant

Vito Code Code Klant
450512-0264- G-14-2019-
450512-0265- G-14-2019-
150512-0263 : = Ruw21 Echten. 20.01.15
150512-0264 : = Struvet Amsterdam West uit container. 20.01.15
150512-0265 : = Struvet Leuven. 21.01.15
150512-0266 : = W's As en Maas Ruw21 Land van Cuyk 22.01.15

Koolstof
VITO Code Totaal anorg. koolstof
450512-0264- <0,1 m/m % C ds
450512-0265- <0,1 m/m % C ds
150512-0263 <0,1 m/m % C ds
150512-0264 <0,1 m/m % C ds
150512-0265 <0,1 m/m % C ds
150512-0266 <0,1 m/m % C ds
VITO Code Totaal organisch koolstof
450512-0264- 0,15- m/m % C ds
450512-0265- 0,49- m/m % C ds
150512-0263 0,19 m/m % C ds
150512-0264 <0,1 m/m % C ds
150512-0265 0,16 m/m % C ds
150512-0266 0,30 m/m % C ds

Opmerkingen :
Totaal organisch koolstof Koolstof

450512-0264- Alle stalen werden gedroogd bij 40°C.

Het analyseverslag heeft enkel betrekking op het geanalyseerde monster. Het analyseverslag mag enkel in zijn geheel worden gereproduceerd, tenzij voorafgaande schriftelijke toestemming van de betrokken projectverantwoordelijke(n) van VITO. Informatie over de meetonzekerheid van de resultaten, de analyseprocedure en de toegepaste monsterconservering zal op verzoek ter beschikking gesteld worden door de betrokken projectverantwoordelijke(n) van VITO.

Groep 000506
2 / 4

Bijlage : Bepaling en Ontsluiting

(CMA, BAM, WAC en BOC methoden zijn terug te vinden op <http://emis.vito.be/erkennde-laboratoria>; indien de methodeverwijzing een testcode met structuur MIM-AN-... of MIM-OR-... bevat, behoort de test tot het toepassingsgebied van de accreditatie overeenkomstig NBN EN ISO 17025, cfr. BELAC accreditatiecertificaat Nr. 045-TEST)

Totaal anorg. koolstof

VITO Code : 150512-0264

Bepaling : Berekening van het verschil tussen totaal koolstofgehalte en totaal organisch koolstofgehalte conform CMA/2/III/A.7.

Totaal organisch koolstof

VITO Code : 150512-0261

Bepaling : Rechtstreekse meting na aanzuren van totaal organisch koolstofgehalte conform CMA/2/III/A.7.

Totaal anorg. koolstof

VITO Code : 150512-0262

Bepaling : Berekening van het verschil tussen totaal koolstofgehalte en totaal organisch koolstofgehalte conform CMA/2/III/A.7.

Totaal organisch koolstof

VITO Code : 150512-0262

Bepaling : Rechtstreekse meting na aanzuren van totaal organisch koolstofgehalte conform CMA/2/III/A.7.

Totaal anorg. koolstof

VITO Code : 150512-0263

Bepaling : Berekening van het verschil tussen totaal koolstofgehalte en totaal organisch koolstofgehalte conform CMA/2/III/A.7.

Totaal organisch koolstof

VITO Code : 150512-0263

Bepaling : Rechtstreekse meting na aanzuren van totaal organisch koolstofgehalte conform CMA/2/III/A.7.

Totaal anorg. koolstof

VITO Code : 150512-0264

Bepaling : Berekening van het verschil tussen totaal koolstofgehalte en totaal organisch koolstofgehalte conform CMA/2/III/A.7.

Totaal organisch koolstof

VITO Code : 150512-0264

Bepaling : Rechtstreekse meting na aanzuren van totaal organisch koolstofgehalte conform CMA/2/III/A.7.

Totaal anorg. koolstof

VITO Code : 150512-0265

Bepaling : Berekening van het verschil tussen totaal koolstofgehalte en totaal organisch koolstofgehalte conform CMA/2/III/A.7.

Totaal organisch koolstof

VITO Code : 150512-0265

Bepaling : Rechtstreekse meting na aanzuren van totaal organisch koolstofgehalte conform CMA/2/III/A.7.

Totaal anorg. koolstof

VITO Code : 150512-0266

Bepaling : Berekening van het verschil tussen totaal koolstofgehalte en totaal organisch koolstofgehalte conform CMA/2/III/A.7.

Het analyseverslag heeft enkel betrekking op het geanalyseerde monster. Het analyseverslag mag enkel in zijn geheel worden gereproduceerd, tenzij voorafgaande schriftelijke toestemming van de betrokken projectverantwoordelijke(n) van VITO. Informatie over de meetonzekerheid van de resultaten, de analyseprocedure en de toegepaste monsterconservering zal op verzoek ter beschikking gesteld worden door de betrokken projectverantwoordelijke(n) van VITO.



000506

Groep
4 / 4

Projectverantwoordelijke

Kristof Tirez

Het analyseverslag heeft enkel betrekking op het geanalyseerde monster. Het analyseverslag mag enkel in zijn geheel worden gereproduceerd, tenzij voorgaande schriftelijke toestemming van de betrokken projectverantwoordelijke(n) van VITO. Informatie over de meetonzekerheid van de resultaten, de data van uitvoering van de analyses en de toegepaste monsterconservering zal op verzoek ter beschikking gesteld worden door de betrokken projectverantwoordelijke(n) van VITO.

Groep
1 / 3

000666

VITO

Mai Wevers
Boeretang 200
2400 MOL

04 september 2015

Gewijzigd Analyseverslag

88

Omschrijving: Struviet monster
Ontvangstdatum: 30 Juni 2015
Monsternummer: Klant
Bemonsteringsdatum: 20 april 2015

Vito Code

Code Klant

150630-0026 : C-15 0792 = Ru2I Echten * 20.0.15
150630-0027 : C-15 0793 = Struviet Amsterdam West uit container * 20.0.15
150630-0028 : C-15 0794 = Struviet Leuven * 21.0.15
150630-0029 : C-15 0795 = WS As en Maas Ru2I Land van Cuylk * 22.0.15

Elementen/Metalen

VITO Code	Totaal fosfor	
150630-0026	30	% P2O5
150630-0027	29	% P2O5
150630-0028	29	% P2O5
150630-0029	29	% P2O5

Opmerkingen :

Elementen/Metalen

Totaal fosfor	
150630-0026 :	Gedroogd bij 40°C.
150630-0027 :	Gedroogd bij 40°C.
150630-0028 :	Gedroogd bij 40°C.
150630-0029 :	Gedroogd bij 40°C.

Het analyseverslag heeft enkel betrekking op het geanalyseerde monster. Het analyseverslag mag enkel in zijn geheel worden gereproduceerd, tenzij voorafgaande schriftelijke toestemming van de betrokken projectverantwoordelijke(n) van VITO. Informatie over de meetonzekerheid van de resultaten, de data van uitvoering van de analyses en de toegepaste monsterconservering zal op verzoek ter beschikking gesteld worden door de betrokken projectverantwoordelijke(n) van VITO.

Groep
2 / 3

000666

Bijlage : Bepaling en Ontsluiting

(CMA, BAM, WAC en BOC methoden zijn terug te vinden op <http://emis.vito.be/erkende-laboratoria>; indien de methodeverwijzing een testcode met structuur MIM-AN-... of MIM-OR-... bevat, behoort de test tot het toepassingsgebied van de accreditatie overeenkomstig NBN EN ISO 17025, cfr. BELAC accreditatiecertificaat Nr. 045-TEST)

Elementen/Metalen

VITO Code : 150630-0026

Bepaling : ICP-AES conform CMA/2/IB.1.

Ontsluiting : Destructie in digestieblok met HCl/HNO3 (3/1) 2 uur op 105°C conform CMA/2/IV/6.

Elementen/Metalen

VITO Code : 150630-0027

Bepaling : ICP-AES conform CMA/2/IB.1.

Ontsluiting : Destructie in digestieblok met HCl/HNO3 (3/1) 2 uur op 105°C conform CMA/2/IV/6.

Elementen/Metalen

VITO Code : 150630-0028

Bepaling : ICP-AES conform CMA/2/IB.1.

Ontsluiting : Destructie in digestieblok met HCl/HNO3 (3/1) 2 uur op 105°C conform CMA/2/IV/6.

Elementen/Metalen

VITO Code : 150630-0029

Bepaling : ICP-AES conform CMA/2/IB.1.

Ontsluiting : Destructie in digestieblok met HCl/HNO3 (3/1) 2 uur op 105°C conform CMA/2/IV/6.

Het analyseverslag heeft enkel betrekking op het geanalyseerde monster. Het analyseverslag mag enkel in zijn geheel worden gereproduceerd, tenzij voorafgaande schriftelijke toestemming van de betrokken projectverantwoordelijke(n) van VITO. Informatie over de meetonzekerheid van de resultaten, de data van uitvoering van de analyses en de toegepaste monsterconservering zal op verzoek ter beschikking gesteld worden door de betrokken projectverantwoordelijke(n) van VITO.

Groep
3 / 3



Reden wijziging

De eenheid ontbrak.

Projectverantwoordelijke

Kristof Tirez

Het analyseverslag heeft enkel betrekking op het geanalyseerde monster. Het analyseverslag mag enkel in zijn geheel worden gereproduceerd, tenzij voorgaande schriftelijke toestemming van de betrokken projectverantwoordelijke(n) van VITO. Informatie over de meetonzekerheid van de resultaten, de data van uitvoering van de analyse en de toegepaste monsterconservering zal op verzoek ter beschikking gesteld worden door de betrokken projectverantwoordelijke(n) van VITO.

Bijlage IV LMC 15-163

LC/MS analyse

Stofnaam	+/- mode	gemeten massa	Rt (min)	Kreti	Meest waarschijnlijke brutoformule	CAS	RWZI Echten				Struviet Amsterdam West Uit container				Struviet Leuven 21/04/15				WS As en Maas RWZI Land van Culijk			
							C-15 0792				C-15 0793				C-15 0794				C-15 0795			
							2015-04-20				2015-04-20				2015-04-21				2015-04-22			
							concentraties in mg/kg	equivalente interne	r.s.d. (%) n=3	standaard droge stof	concentraties in mg/kg	equivalente interne	r.s.d. (%) n=3	standaard droge stof	concentraties in mg/kg	equivalente interne	r.s.d. (%) n=3	standaard droge stof	concentraties in mg/kg	equivalente interne	r.s.d. (%) n=3	standaard droge stof
Stikstofverbindingen																						
onbekende stikstofverbinding	+	304.2991	25.92	44.68	C21H37N		0.04		1.3%	0.02	0.02		3.0%					0.01				6.7%
NO-verbindingen																						
onbekende NO-verbinding	+	234.2059	12.53	26.25	C12H27O3N		0.02		2.3%	0.02	0.02		1.5%		0.02		1.4%					
Zuurstofverbindingen																						
onbekende zuurstofverbinding *	-	171.1029	11.89	25.44	C9H16O3													0.13				8.9%
onbekende zuurstofverbinding *	-	231.1241	12.82	26.73	C11H20O5													0.03				1.1%
onbekende zuurstofverbinding *	-	215.1289	14.11	28.51	C11H20O4													0.05				3.8%
onbekende zuurstofverbinding *	-	185.1187	14.34	28.83	C10H18O3													0.11				21.5%
onbekende zuurstofverbinding *	-	199.1344	17.16	32.73	C11H20O3													0.12				1.5%
onbekende zuurstofverbinding *	-	211.1343	17.82	33.64	C12H20O3													0.05				1.3%
onbekende zuurstofverbinding *	-	213.1498	19.88	36.48	C12H22O3													0.07				0.9%
onbekende zuurstofverbinding *	-	229.1812	23.38	41.32	C13H26O3													0.06				5.8%
onbekende zuurstofverbinding *	+	289.2729	32.21	53.34	C17H36O3													0.06				5.5%
onbekende zuurstofverbinding *	-	257.2128	32.49	53.91	C15H30O3													0.37				22.7%
onbekende zuurstofverbinding *	-	301.2386	33.15	54.82	C17H34O4													0.08				6.6%
onbekende zuurstofverbinding *	+	333.2991	33.17	54.66	C19H40O4													0.09				44.1%
Onbekende verbindingen																						
onbekende stikstof- of zuurstofverbinding *	+	377.3249	33.02	54.45	C19H38O3N6													0.05				3.3%
Doelstoffen, concentratie in mg/kg droge stof																						
tris(2-chloorisopropyl)-fosfaat	+	327.0081	21.04	37.96	C9H18O4PCl3	115-96-8	0.02		4.8%	0.02	0.02		3.5%									

* = het betreft meerdere ongescheiden pieken

GC/MS analyse

Bijlage V LMC 15-163

Laboratorium: KWR

Projectnr. 401062 001 002

Monsternr.: C-150792

RWZI Echten

Datum monsternamen: 20-04-2015

Analysedatum: 18-05-2015

Retentie-tijd (min.)	Rel. Rt	Identiteit verbinding	Finalis	Niveau identificatie	Piek- oppervlak	Concentra- tie in µg/l *	Concentra- tie in mg/kg droge stof *	Soort piek	CAS nr
9.45	0.27	onbekende alifatische verbinding	99	U	8.75E+07	0.20	0.20	monster	6776-19-8
16.59	0.47	naftaleen-D8	136	P	4.57E+08	0.50	0.50	IS	1146-65-2
19.97	0.57	p-tert-butyl-phenol of isomeer	150	T	5.41E+08	1.24	1.23	monster	98-54-4
35.30	1.00	anthraceen-D10	188	P	2.18E+08	0.50	0.50	IS	1719-06-8
41.96	1.19	cyclisch zwavel (S8)	256	T	1.99E+08	0.46	0.46	monster	10544-50-0

* = berekend met interne standaard anthraceen-d10

Niveau identificatie: P=positief, T= bevestigd a.d.h.v. bibliotheek en Kovats index en U=onbekend

Concentraties vanaf 0,1 mg/kg droge stof zijn gerapporteerd (hoogste pieken)

GC/MS analyse

Bijlage V LMC 15-163

Laboratorium: KWR

Projectnr. 401062 001 002

Monsternr.: C-150793

Struviet A'dam West uit container

Datum monstername: 20-04-2015

Analysedatum: 18-05-2015

Retentie-tijd (min.)	Rel. Rt	Identiteit verbinding	Finalis	Niveau identificatie	Piek- oppervlak	Concentra- tie in µg/l *	Concentra- tie in mg/kg droge stof *	Soort piek	CAS nr
16.58	0.47	naftaleen-D8	136	P	4.50E+08	0.50	0.50	IS	1146-65-2
19.97	0.57	p-tert-butyl-phenol of isomeer	150	T	4.65E+08	1.05	1.05	monster	98-54-4
20.26	0.57	onbekende alifatische verbinding	158	U	4.40E+07	0.10	0.10	monster	
35.29	1.00	anthraceen-D10	188	P	2.22E+08	0.50	0.50	IS	1719-06-8

* = berekend met interne standaard anthraceen-d10

Niveau identificatie: P=positief, T= bevestigd a.d.h.v. bibliotheek en Kovats index en U=onbekend

Concentraties vanaf 0,1 mg/kg droge stof zijn gerapporteerd (hoogste pieken)

GC/MS analyse

Bijlage V LMC 15-163

Laboratorium: KWR

Projectnr. 401062 001 002

Monsternr.: C-150794

Struviet Leuven 21/04/2015

Datum monstername: 21-04-2015

Analysedatum: 18-05-2015

Retentie-tijd (min.)	Rel. Rt	Identiteit verbinding	Finalis	Niveau identificatie	Piek- oppervlak	Concentra- tie in µg/l *	Concentra- tie in mg/kg droge stof *	Soort piek	CAS nr
9.44	0.27	onbekende alifatische verbinding	99	U	1.57E+08	0.34	0.33	monster	
16.58	0.47	naftaleen-D8	136	P	4.60E+08	0.50	0.49	IS	1146-65-2
19.97	0.57	p-tert-butyl-phenol of isomeer	150	T	5.94E+08	1.28	1.26	monster	98-54-4
20.27	0.57	onbekende alifatische verbinding	158	U	4.74E+07	0.10	0.10	monster	
20.54	0.58	onbekende alifatische verbinding	156	U	4.48E+07	0.10	0.10	monster	
35.31	1.00	anthraceen-D10	188	P	2.32E+08	0.50	0.49	IS	1719-06-8

* = berekend met interne standaard anthraceen-d10

Niveau identificatie: P=positief, T= bevestigd a.d.h.v. bibliotheek en Kovats index en U=onbekend

Concentraties vanaf 0,1 mg/kg droge stof zijn gerapporteerd (hoogste pieken)

GC/MS analyse

Bijlage V LMC 15-163

Laboratorium: KWR

Projectnr. 401062 001 002

Monsternr.: C-150795

WS As en Maas RWZI Land van Cuijk

Datum monsternamen: 22-04-2015

Analysedatum: 18-05-2015

Retentie-tijd (min.)	Rel. Rt	Identiteit verbinding	Finalis	Niveau identificatie	Piek- oppervlak	Concentra- tie in µg/l *	Concentra- tie in mg/kg droge stof *	Soort piek	CAS nr
16.58	0.47	naftaleen-D8	136	P	5.78E+08	0.50	0.5	I.S.	1146-65-2
19.10	0.54	onbekende alifatische verbinding	198	U	1.63E+09	2.8	2.8	monster	
19.83	0.56	onbekende mogelijk cyclische verbind	182	U	9.47E+08	1.6	1.6	monster	
19.97	0.57	p-tert-butyl-phenol of isomeer	150	T	8.96E+08	1.5	1.5	monster	98-54-4
20.00	0.57	onbekende alifatische verbinding	184	U	3.95E+09	6.8	6.8	monster	
20.37	0.58	onbekende alifatische verbinding	182	U	1.24E+09	2.1	2.1	monster	
20.54	0.58	onbekende alifatische verbinding	179	U	1.23E+09	2.1	2.1	monster	
20.61	0.58	onbekende alifatische verbinding	198	U	1.41E+09	2.4	2.4	monster	
21.62	0.61	onbekende alifatische verbinding	182	T	2.09E+09	3.6	3.6	monster	
21.64	0.61	onbekende alifatische verbinding	182	U	2.66E+09	4.6	4.6	monster	
21.76	0.62	onbekende alifatische verbinding	198	U	1.56E+09	2.7	2.7	monster	
21.92	0.62	onbekende alifatische verbinding	198	U	2.31E+09	4.0	4.0	monster	
22.08	0.63	onbekende alifatische verbinding	198	U	2.24E+09	3.9	3.9	monster	
22.32	0.63	onbekende alifatische verbinding	196	U	3.52E+09	6.1	6.1	monster	
22.41	0.63	mogelijk 3α, 6α, 9α, 9β- perhydrophenalene	178	T	1.68E+09	2.9	2.9	monster	40250-64-4
22.51	0.64	onbekende alifatische verbinding	212	U	4.49E+09	7.8	7.8	monster	
23.13	0.66	onbekende alifatische verbinding met	210	U	9.12E+08	1.6	1.6	monster	
23.19	0.66	onbekende mogelijk cyclische verbind	196	U	9.12E+08	1.6	1.6	monster	
23.26	0.66	mogelijk tetradecane	198	T	5.58E+09	9.6	9.6	monster	629-59-4
23.38	0.66	mogelijk 4,8-dimethyl-tridecane	196	T	1.52E+09	2.6	2.6	monster	55030-62-1
23.56	0.67	onbekende alifatische verbinding	196	U	1.89E+09	3.3	3.3	monster	
23.62	0.67	onbekende alifatische verbinding	194	U	1.07E+09	1.9	1.9	monster	
23.76	0.67	onbekende alifatische verbinding	196	U	3.03E+09	5.2	5.2	monster	
24.06	0.68	onbekende alifatische verbinding	192	U	2.18E+09	3.8	3.8	monster	

GC/MS analyse

24.31	0.69	onbekende alifatische verbinding	210	U	1.30E+09	2.3	2.3	monster	80655-44-3
24.41	0.69	onbekende mogelijk cyclische verbind	210	U	1.03E+09	1.8	1.8	monster	
24.57	0.70	decahydro-4,4,8,9,10-pentamethylnaphthalene	208	T	1.24E+09	2.1	2.1	monster	
24.81	0.70	onbekende alifatische verbinding	140	U	1.19E+09	2.0	2.0	monster	25117-24-2
24.92	0.71	onbekende alifatische verbinding	208	U	4.32E+09	7.5	7.5	monster	
25.09	0.71	4-methyltetradecaan	169	T	1.60E+09	2.8	2.8	monster	
25.22	0.71	onbekende alifatische verbinding	226	U	5.15E+09	8.9	8.9	monster	1719-06-8
25.48	0.72	onbekende alifatische verbinding	210	U	2.49E+09	4.3	4.3	monster	
26.37	0.75	onbekende alifatische verbinding	212	U	4.10E+09	7.1	7.1	monster	
26.63	0.75	onbekende alifatische verbinding	182	U	1.18E+09	2.0	2.0	monster	1719-06-8
35.30	1.00	anthraceen-D10	188	P	2.89E+08	0.50	0.5	I.S.	

Opmerkingen:

De alkanen die zijn aangetroffen in het monster lijken op een olie (verhoging basislijn "berg met pieken") waarbij het aantal koolstof-atomen tussen de 12 en 16 ligt.

* = berekend met interne standaard anthraceen-d10

Niveau identificatie: P=positief, T= bevestigd a.d.h.v. bibliotheek en Kovats index en U=onbekend

Concentraties vanaf 1,5 mg/kg droge stof zijn gerapporteerd (hoogste pieken)

BIJLAGE 3

BREDE SCREENING ORGANISCHE MICROVERONTREINIGINGEN, METHODE



KWR
T.a.v. de heer E. Emke
Postbus 1072
3430 BB NIEUWEGEIN

Opdrachtnummer 400711
R. Italiaander, (030) 606 95 67
E-mail ronald.italiaander@kwrwater.nl
Datum 20 oktober 2014
Kenmerk LMB 14-091

Geachte heer Emke,

Op 13 oktober 2014 hebben wij van u zes monsters ontvangen voor de bepalingen van *E. coli*, sulfiet reducerende clostridia en F-specifieke RNA-fagen in water.

De resultaten van deze analyses zijn vermeld op de volgende bladzijde. Deze resultaten hebben uitsluitend betrekking op de monsters, zoals die door u ter analyse werden aangeboden.

De factuur zal u separaat worden toegezonden. Wij vertrouwen erop u hiermee van dienst te zijn geweest.

Met vriendelijke groet,
KWR, Watercycle Research Institute

R. Italiaander

R. Italiaander
Teamleider Laboratorium voor Microbiologie

Analyserapport

Groningenhaven 7
Postbus 1072
3430 BB Nieuwegein

T 030 606 95 11
F 030 606 11 65
I www.kwrwater.nl



Opdrachtgever: KWR
Projectnummer: 400711; 14-091
datum en kenmerk opdracht: Grondmij
analyse datum/ -periode: 14 oktober 2014

Resultaten:

Monster	Omschrijving	monsternummer	Datum	Inzetten	Rapportage	
					<i>E. coli</i>	F-specifieke RNA fagen
Echten slib		13-10-2014	14-10-2014	*	< 3,3E+01	4,2E+04 <
Echten struviet		13-10-2014	14-10-2014	*	nvt	9,3E+01 <
Waternet Amsterdam slib		13-10-2014	14-10-2014	*	3,4E+04	1,1E+05
Waternet Amsterdam struviet		13-10-2014	14-10-2014	*	nvt	2,5E+03 <
Aquafin slib		13-10-2014	14-10-2014	*	3,4E+03	1,2E+05 <
Aquafin struviet		13-10-2014	14-10-2014	*	nvt	1,3E+04 <

Toelichting bij de resultaten:

* Het tijdstip van monsternummer is niet bekend waardoor niet met zekerheid is vast te stellen dat het monster binnen 24 uur in bewerking is genomen.

Van de slib monsters is het niet mogelijk om een groter volume in bewerking te nemen.

Als er een filtratie uitgevoerd moet worden (*E. coli*) ontstaat er een zwart plakkaat waardoor er geen micro-organismen meer waarneembaar zijn.

Bij de F-specifieke RNA-fagen bepaling is het ook niet mogelijk om meer volume in te zetten van de slib monsters, ook hier ontstaat een bruine laag op de plaat waardoor er geen plaques meer zichtbaar zijn.

Datum monsters: 13 oktober 2014
KWR monstercodenummers: M-143436 t/m M-143441

Nadere informatie over de achtergronden, een beschrijving van de uitvoering en de prestatiekenmerken van de analyses vindt u in onze brochure "Laboratoriumanalyses LMB". Deze brochure kunt u downloaden op www.kwrwater.nl onder "Laboratorium voor Microbiologie".

KWR

KWR
T.a.v. de heer E. Enke
Postbus 1072
3430 BB NIEUWEGEIN

Analyserapport

Groningenhaven 7
Postbus 1072
3430 BB Nieuwegein

T 030 606 95 11
F 030 606 11 65
I www.kwrwater.nl

Opdrachtnummer 401062
Informatie R. Italiaander, (030) 606 95 67
E-mail ronald.italiaander@kwrwater.nl
Datum 11 mei 2015
Kenmerk LMB 15-055

Geachte heer Enke,

Op 23 april 2015 hebben wij van u een monster ontvangen voor de bepalingen van Sulfiet reducerende Clostridia (SSRC) en F-specifieke RNA-fagen in water.

De resultaten van deze analyses zijn vermeld op de volgende bladzijde. Deze resultaten hebben uitsluitend betrekking op het monster, zoals die door u ter analyse werd aangeboden.

De factuur zal u separaat worden toegezonden. Wij vertrouwen erop u hiermee van dienst te zijn geweest.

Met vriendelijke groet,
KWR, Watercycle Research Institute

I.O



R. Italiaander
Teamleider Laboratorium voor Microbiologie

Watercycle Research Institute

Handelsregister Regio
Utrecht, 27279653

KWR

Opdrachtgever: KWR
Projectnummer: 401062; 15-055
datum en kenmerk opdracht: Struviet
analysestartdatum/-periode: 23 april 2015

Resultaten:

Struviet WS Aa & Maas RWZI Land v. Cuijk	Monster		Datum		Rapportage	
	monsternummer	monsternaming	monsternummer	monsternaming	SSRC	F-specifieke RNA fagen
	22-4-2015		23-4-2015		1,6E+03	kw/ 1 ml
						> 6,0E+02

Toelichting bij de resultaten:

* Het tijdstip van monsternamen is niet bekend waardoor niet met zekerheid is vast te stellen dat het monster binnen 24 uur in bewerking is genomen. Dit kan mogelijk invloed hebben op het resultaat.

Datum monster: 22-04-15
KWR monstercodenummer: M-151141

Nadere informatie over de achtergronden, een beschrijving van de uitvoering en de prestatiekenmerken van de analyses vindt u in onze brochure "Laboratoriumanalyses LMB". Deze brochure kunt u downloaden op www.kwrwater.nl onder "Laboratorium voor Microbiologie".

Dit rapport mag niet anders dan in zijn geheel worden gereproduceerd

Watercycle Research Institute



KWR
T.a.v. de heer E. Emke
Postbus 1072
3430 BB NIEUWEGEIN

Opdrachtnummer 401062
Informatie R. Italiaander, (030) 606 95 67
E-mail ronald.italiaander@kwrwater.nl
Datum 11 mei 2015
Kenmerk LMB 15-053

Geachte heer Emke,

Op 6 mei 2015 hebben wij van u drie monsters ontvangen voor de bepaling van Sulfiet reducerende Clostridia (SSRC) in water.

De resultaten van deze analyses zijn vermeld op de volgende bladzijde. Deze resultaten hebben uitsluitend betrekking op de monsters, zoals die door u ter analyse werden aangeboden.

De factuur zal u separaat worden toegezonden. Wij vertrouwen erop u hiermee van dienst te zijn geweest.

Met vriendelijke groet,
KWR, Watercycle Research Institute

1.0

R. Italiaander
Teamleider Laboratorium voor Microbiologie

...

Analyserapport

Groningenhaven 7
Postbus 1072
3430 BB Nieuwegein

T 030 606 95 11
F 030 606 11 65
I www.kwrwater.nl



Opdrachtgever: KWR
Projectnummer: 401062; 15-053
datum en kenmerk opdracht: Struviet
analyse datum/ -periode: 6 mei 2015

Resultaten:

Monster	Datum		Rapportage
	monsternaam	inzetten	
Echten (Hoogeveen) opgezuiverd KWR	onbekend	6-5-2015	kve/ 1 ml 4,9E+01
Leuven (Aartselaar) opgezuiverd KWR	onbekend	6-5-2015	8,6E+02
Amsterdam West opgezuiverd KWR	onbekend	6-5-2015	4,5E+00

Toelichting bij de resultaten:

Datum monsters: : onbekend
KWR monstercodenummers: M-151232 t/m M-151234

Nadere informatie over de achtergronden, een beschrijving van de uitvoering en de prestatiekenmerken van de analyses vindt u in onze brochure "Laboratoriumanalyses LMB". Deze brochure kunt u downloaden op www.kwrwater.nl onder "Laboratorium voor Microbiologie".

...

BIJLAGE 4

NON-TARGET BREDE SCREENING VAN STRUVIET

Dit stuk is aangeleverd door: Stefan Kools (KWR), Erik Emke (KWR)

1. AANLEIDING EN DOEL

Waterschappen en andere waterbeheerders richten zich steeds meer op het terugwinnen van stoffen uit de stromen van waterbehandeling. In toenemende mate richt de beheerder zich op de inzet van (nieuwe) technologische aanpassingen in de huidige bedrijfsvoering van waterbehandeling, zoals struvietreactoren voor het terugwinnen van fosfaat. Bij de winning van struviet wordt een kristal gevormd, dat ook andere stoffen zou kunnen bevatten. Kemacheevakul et al. (2012) tonen aan dat verschillende stoffen zich inderdaad kunnen ophopen in struviet. *Quote abstract: 'After the production of struvite, the results from synthetic and natural urine samples showed that only tetracycline, erythromycin, and norfloxacin remained in the struvite, and, especially, tetracycline remained in struvite with quite a high amount'.* Ronteltap et al. (2007) tonen aan dat de concentraties metalen vergelijkbaar zijn met andere meststoffen. Een brede screening naar bekende en onbekende stoffen kan derhalve een compleet beeld geven waarmee de discussie over verantwoorde toepassing van struviet en struvietproducten gevoerd kan worden. Het doel van deze aanpak is een duidelijk beeld verkrijgen van (eventuele) contaminatie van zuiver struviet. Dit wordt uitgevoerd door middel van een brede screening aanpak op organische en anorganische stoffen, met geavanceerde en bewezen chemisch-analytische technieken.

2. METHODE

2.1 AANLEVERING STRUVIET

Het laboratorium zou graag over een (1) kilo per monster willen beschikken, zodat voldoende materiaal aanwezig is voor de droogtebepaling, extractie en wellicht herhaalde screening. Hiervoor levert de opdrachtgever struviet in zo droog mogelijke vorm aan, voorzien van duidelijke monster identificatie, incl. locatie, naam monsternemer en datum.

2.2 DROGING

Eventuele droging van het struviet wordt uitgevoerd onder gematigde omstandigheden, vermijden van het kwijtraken van matig vluchtige verbindingen. Droging en monstervoorbewerking worden zo veel mogelijk uitgevoerd aansluitend bij de methode van VITO, Vlaanderen (Vito, 2014). Dat betekent dat drogen bij 40°C plaats zal vinden, om de integriteit van de kristallen te behouden.

Analyse van het TC (total carbon) conform het analyseprotocol van VITO kan worden uitbesteed, analyse van TOC in extracten kan wel bij KWR plaatsvinden (185 euro, analyse incl. blanco).

2.3 ORGANISCHE MICRO CONTAMINANTEN

Gebruik van hoge resolutie massaspectrometer gekoppeld aan een vloeistofchromatograaf (LCMS) Orbitrap en door middel van een screening met behulp van gaschromatografie brede screening (GCMS) is een onderzoeksapproach die inzicht geeft in 'onbekende' stoffen en is een andere manier dan doelstoffen analyse. Hoogenboom et al., 2009 heeft de methode van accurate massabepaling beschreven en de kracht van deze analyse methode heeft zich in de afgelopen jaren bewezen door het aantonen van apolair en polaire verbindingen, incl. drugs, geneesmiddelen, benzotriazolen en nanomaterialen.

Voor de LCMS accurate mass screening (Orbitrap) wordt het zuiver struviet opgelost (in triplo) onder zure condities in zuiver water. Vervolgens wordt het monster geconcentreerd door gebruik te maken van Solid Phase Extractie (SPE). Door het vergelijken van de resultaten van het monster met de blanco kunnen eventuele organische contaminanten in kaart worden gebracht. Van alle aanwezige contaminanten zullen wij rapporteren per monster:

- Tenminste van de 10 meest intense een waarschijnlijke brutoformule of naam geven. Indien wij een groot aantal contaminanten vinden zullen wij ons als eerste richten op de 10 meest intense contaminanten. Verder zullen wij binnen het kader van het project aan eventueel resterende componenten een identiteit mee te geven door gebruik te maken van onze interne stoffen/metabolieten bibliotheek. Het analyserapport geeft derhalve inzicht in een potentieel van minder bekende stoffen, zoals geneesmiddelen en metabolieten.
- Het gehalte zullen wij uitdrukken in equivalente interne standaard gehalte per gram
- Voor de resterende verbindingen presenteren we een globaal idee van de stoffen: tenminste een accurate massa, retentie tijd en equivalente interne standaard gehalte per gram

Voor de GCMS analyse wordt struviet opgelost onder zure condities in zuiver water en geëxtraheerd met ethylacetaat extractie (enkelvoud). Vervolgens worden de extracten gemeten door middel van GCMS brede screening. Van alle aanwezige contaminanten zullen wij rapporteren per monster:

- Tenminste van de 10 meest intense een waarschijnlijke brutoformule of naam geven , analoog aan de methode hierboven.
- Voor de resterende verbindingen een massa en bijbehorende maat voor het aantal koolstofatomen in een verbinding (kovats retentietijd index).

3. RAPPORTAGE

De analyse van struviet worden gerapporteerd onder de matrix product in mg/kg, mits deze standaard aanwezig is. Resultaten van de screening indien geen standaarden aanwezig zijn in equivalenten uitgedrukt.

REFERENTIES

Hogenboom A.C., Leerdam J.A. van, Voogt P. de (2009) Accurate mass screening and identification of emerging contaminants in environmental samples by liquid chromatography-hybrid linear ion trap orbitrap mass spectrometry. *Journal of Chromatography A*, 1216(2009)p.510-519.

Kemacheevakul P, Otani S, Matsuda T and Shimizu Y (2012) Occurrence of micro-organic pollutants on phosphorus recovery from urine. *Water Science & Technology* 66.10

Ronteltap M., Maurera M., Gujara, W (2007) The behaviour of pharmaceuticals and heavy metals during struvite precipitation in urine. *WATER RESEARCH* 41 (2007) 1859 – 1868

Vanhoof C, Tirez K. (2014) Analysemethode voor het bepalen van de zuiverheid van struviet. Rapportage VITO in opdracht van OVAM, Februari 2014

BIJLAGE 5

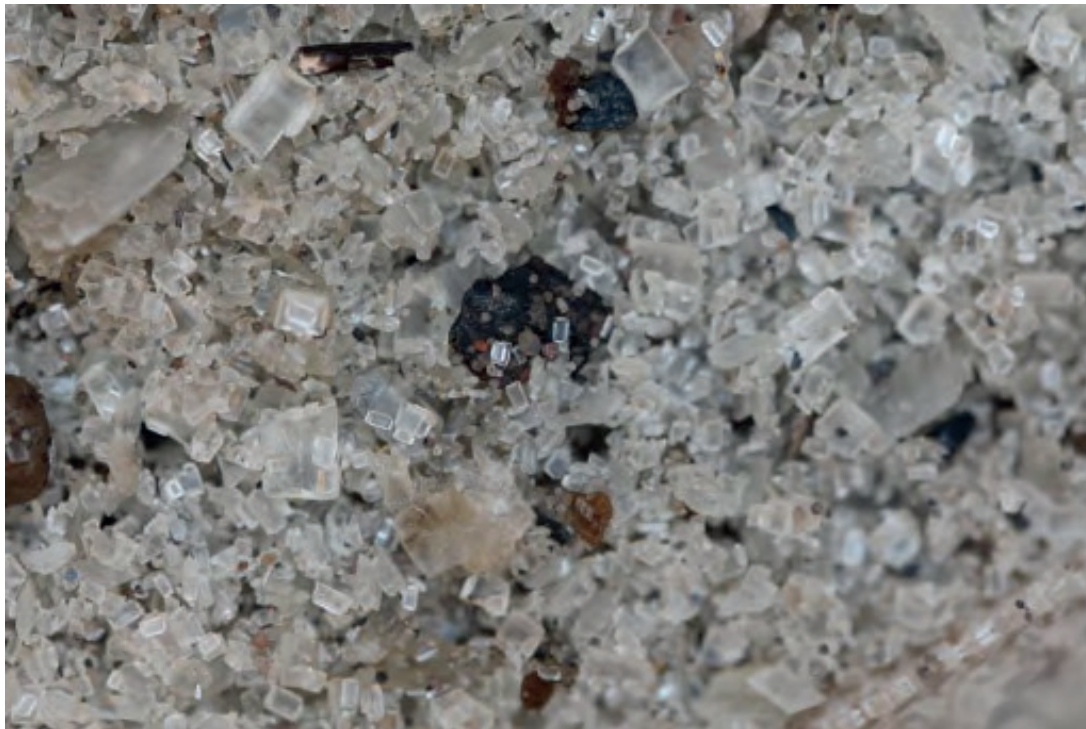
WERKWIJZE KWR BIJ VOORZUIVERING MONSTERS

Van elk struviet monster werd circa 500 gram in bewerking genomen. Door gebruik te maken van zuiver water werden de monsters doorgespoeld tot een schoon effluent werd verkregen. Door kortdurend de flow omhoog te brengen en weer op een constante lage flow te houden werd voldoende turbulentie verkregen om het monster homogeen te houden.



Figuur 1: Foto opstelling

Vervolgens werd onder stikstofdruk de gehele kolom met gewassen struviet verwijderd uit de glazen opstelling. Het monster werd vervolgens gedroogd bij 40 graden Celcius tot constant gewicht. Door de grote hoeveelheid bleek dat 12 uur droging niet voldoende was om tot een constant gewicht te komen. Uiteindelijk werden alle monsters gedurende 24 uur gedroogd.



Figuur 2: Het monster van Amsterdam-West na 12 uur droging

Vervolgens is het droge monster gezeefd door verschillende roestvast stalen zeven van verschillende diameters: 4, 2, 1, 0,5 en 0,2 mm. Het overgrote deel van de grotere vervuilingen kon met deze fractionering worden verwijderd. Alle fracties werden verzameld en de fractie kleiner dan 0,2 mm werd verder niet in bewerking genomen. Hierna is een grove scheiding van de deeltjes uitgevoerd.



Figuur 3: grove scheiding



Figuur 4: monster Amsterdam na voorscheiding



Figuur 5: monster Echten na voorscheiding



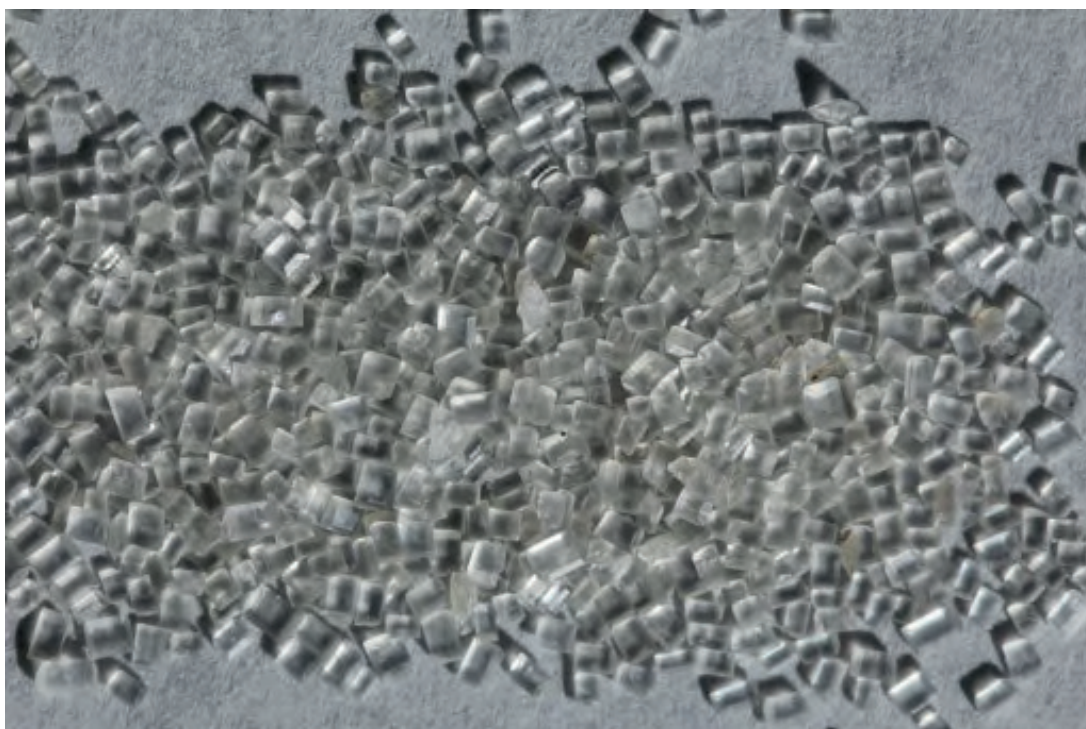
Figuur 6: monster Leuven na voorscheiding

Opvallend was dat er naast de optisch zuivere kristallen er ook insluitingen van onbekende herkomst waren waar te nemen. Voor met name Amsterdam was dit eenvoudiger waar te nemen doordat de algemene kristal structuur hoekiger en gladder is dan de andere monsters. Wanneer er een zichtbare insluiting werd waargenomen zijn deze kristallen verwijderd. Voor wat betreft de monsters van Echten en Leuven zijn de struviet kristallen meer afgerond en kleiner. Daardoor zijn de insluitingen ook moeilijker te herkennen en te verwijderen. Maar waar mogelijk zijn deze verwijderd.



Figuur 7: Insluiting struviet Amsterdam

Vervolgens werden de fracties voorbereid voor de analyse en zijn zuivere kristallen hoeveelheden van ca. 140 gram voor verdere analyse aangeboden.



Figuur 8: Struviet product Amsterdam

Verwijderde materialen. Om een indruk te geven van de materialen die aanwezig zijn in het ruwe struviet staan hieronder een aantal foto's:





Figuur 9: Struviet Amsterdam (2x)



Figuur 10 Struviet Leuven

BIJLAGE 6

WET- EN REGELGEVING NEDERLAND

Staatsblad van het Koninkrijk der Nederlanden



Jaargang 2014

543

Besluit van 15 december 2014, houdende wijziging van het Uitvoeringsbesluit Meststoffenwet ter uitvoering van het vijfde Actieprogramma Nitraatrichtlijn en in verband met herwonnen fosfaten en strorijke mest

Wij Willem-Alexander, bij de gratie Gods, Koning der Nederlanden,
Prins van Oranje-Nassau, enz. enz. enz.

Op de voordracht van Onze Minister van Economische Zaken, gedaan
mede namens de Staatssecretaris van Infrastructuur en Milieu van 14 juli
2014, nr. WJZ / 14115995;

Gelet op de artikelen 4, 11, derde en vierde lid, 15 en 33a, tweede lid,
onderdeel d, onder 1, van de Meststoffenwet;

De Afdeling advisering van de Raad van State gehoord (advies van
4 september 2014, nr. No. W15.14.0256/IV);

Gezien het nader rapport van de Staatssecretaris van Economische
Zaken, gedaan mede namens de Staatssecretaris van Infrastructuur en
Milieu, van 12 december 2014, nr. WJZ/14197442;

Hebben goedgevonden en verstaan:

ARTIKEL I

Het Uitvoeringsbesluit Meststoffenwet wordt als volgt gewijzigd:

A

Artikel 1, eerste lid, wordt als volgt gewijzigd:

1. In onderdeel j wordt de zinsnede «niet zijnde EG-meststoffen»
vervangen door: niet zijnde EG-meststoffen of herwonnen fosfaten.

2. In onderdeel l wordt de zinsnede «zuiveringsslib of compost»
vervangen door: zuiveringsslib, compost of herwonnen fosfaten.

3. Onder vervanging van de punt aan het slot van onderdeel z door een
puntkomma, wordt een onderdeel toegevoegd, luidende:

aa. *herwonnen fosfaten*:

1°. struviet, hoofdzakelijk bestaand uit magnesiumammoniumfosfaat,
dat is vrijgekomen bij de zuivering van industrieel proceswater of
huishoudelijk, stedelijk of industrieel afvalwater dan wel ander afvalwater
door precipitatie met opgelost magnesium, ammonium of kalium;

2°. magnesiumfosfaat, dat is vrijgekomen bij pasteurisatie of bij het drogen van struviet, of

3°. dicalciumfosfaat, hoofdzakelijk bestaand uit dicalciumfosfaat, dat is vrijgekomen bij de zuivering van huishoudelijk, stedelijk of industrieel afvalwater dan wel ander afvalwater door precipitatie met opgelost calcium.

B

Artikel 4, tweede lid, wordt als volgt gewijzigd:

1. In onderdeel d vervalt «en».
2. Onderdeel e wordt geletterd f.
3. Er wordt een onderdeel ingevoegd, luidende:
e. artikel 17a, indien het herwonnen fosfaten betreft, en

C

In artikel 5, eerste lid, wordt de zinsnede «zuiveringsslib en compost» vervangen door: zuiveringsslib, compost en herwonnen fosfaten.

D

Het opschrift van hoofdstuk III, paragraaf 4, komt te luiden:

Paragraaf 4. Eisen zuiveringsslib, compost en herwonnen fosfaten

E

Na artikel 17 wordt een artikel ingevoegd, luidende:

Artikel 17a

1. Herwonnen fosfaten overschrijden niet de in bijlage II, in tabel 1, opgenomen maximale waarden voor zware metalen, uitgedrukt in milligrammen per kilogram van het desbetreffende waardegevende bestanddeel.

2. Herwonnen fosfaten overschrijden niet de in bijlage II, in tabel 4, opgenomen maximale waarden voor organische microverontreinigingen, uitgedrukt in milligrammen per kilogram van het desbetreffende waardegevende bestanddeel.

3. Bij ministeriële regeling kan worden bepaald dat herwonnen fosfaten uit rioolzuiveringsslib behandeld worden volgens een procedé dat tot gevolg heeft dat het grootste deel van de in het rioolzuiveringsslib aanwezige pathogene organismen afsterft, met het oog op het minimaliseren van de risico's voor de volksgezondheid en het milieu.

NOTA VAN TOELICHTING

I. Algemeen

1. Inleiding

Dit besluit strekt tot wijziging van het Uitvoeringsbesluit Meststoffenwet (UBM). Deze wijziging houdt verband met de implementatie van voorgenomen beleid uit het vijfde actieprogramma Nitraatrichtlijn, de uitwerking van een amendement over storrijke mest, de introductie van een regeling voor het gebruik van herwonnen fosfaten als meststof, het uitbreiden van de normadressaat voor het opmaken van een vervoersbewijs dierlijke meststoffen en een vervoersbewijs zuiveringsslib, compost en overige organische meststoffen en de uitvoering van de Wet verantwoorde groei melkveehouderij. De wijzigingen zullen hieronder nader worden toegelicht.

2. Herwonnen fosfaten

2.1 Herwonnen fosfaten als meststof

Hergebruik van fosfaat wordt meer en meer een noodzaak. Beschikbare voorraden primair fosfaaterts zijn eindig. Dit heeft al geleid tot onrust op de wereldmarkt en geleid tot fors stijgende en fluctuerende prijzen van fosfaatgrondstoffen. Rijksoverheid en bedrijfsleven werken aan mogelijkheden om fosfaat uit afval- en reststoffen zo veel mogelijk te hergebruiken. Eén van de vormen die voor hergebruik in aanmerking komt, is struviet.

2.2 Struviet

Struviet in zuivere vorm is een magnesiumammoniumfosfaat dat gevormd wordt door neerslag van opgeloste fosfaat met magnesium en ammonium, bij een molverhouding van 1:1:1. Naast struviet kunnen andere neerslagen met fosfaat en andere stoffen aanwezig zijn. De fosfaathoudende reststroom die bij de zuivering van afvalwater of industrieel proceswater ontstaat, bevat afhankelijk van de kwaliteit van het afvalwater en de gehanteerde procestechnologie een variabel aandeel struviet dat belast is met een variabel aandeel nevenbestanddelen, waaronder soms ook contaminanten en micro-organismen. De fosfaathoudende reststroom is conform de Wet milieubeheer per definitie een afvalstof. Het begrip afvalwater is in een proces van wijziging door veranderende inzichten rond herwinning van grondstoffen.

Afhankelijk van de samenstelling hebben struvieten een landbouwkundig snelle tot trage werking als fosfaatmeststof. Het toepassen en verhandelen van de afvalstof struviet als meststof is mogelijk mits de stof vermeld wordt in bijlage Aa van de Uitvoeringsregeling Meststoffenwet (hierna: URM). Voor een struviet gemaakt van proceswater van een aardappelverwerkende industrie heeft opname in bijlage Aa reeds plaatsgevonden. Voor overige struvieten en struviethoudende afvalstoffen ontbreekt tot dusverre een mogelijkheid voor verhandeling als meststof.

De maatschappelijke noodzaak om fosfaat te herwinnen en te recyclen wordt door diverse nationale en internationale maatschappelijke organisaties benadrukt. Het ontbreken van een wettelijk instrument om struvieten regulier te kunnen gebruiken in de landbouw, wordt door het betrokken bedrijfsleven als knellend ervaren.

2.3 Onderzoek CDM

De Commissie van Deskundigen Meststoffenwet (hierna: CDM) heeft onderzoek gedaan naar de mogelijkheden om struviet onder voorwaarden toe te staan als meststof (WOT-rapport Opname struviet als categorie in de meststoffenwet, Ehlert, van Dijk en Oenema, 2013). Het advies is tot stand gekomen in dialoog met experts op het gebied van verwerking van stedelijk en huishoudelijk afvalwater en industrieel proceswater. De uitkomsten van deze studie zijn als volgt.

Op dit moment komt in Nederland circa 0,210 kiloton fosfor (P) per jaar in de vorm van struviet vrij. Verwacht wordt dat op termijn 2,5 kiloton P als struviet teruggewonnen kan worden. Ten opzichte van de hoeveelheid fosfor die in mest in Nederland aanwezig is, is deze hoeveelheid heel bescheiden; ten opzichte van het kunstmestgebruik is deze hoeveelheid aanzienlijk te noemen (circa 25%). Struviet zal concurreren met kunstmest-P. In het kader van de advisering door de CDM is niet onderzocht of er een markt voor struviet is als meststof of als grondstof voor de productie van meststoffen.

Struviet is één van de vormen waarin fosfaat door een precipitatieproces kan worden herwonnen. Andere vormen van precipitatie leiden tot producten als calciumfosfaten, magnesiumfosfaten, aluminiumfosfaten en ijzerfosfaten. Al deze fosfaatvormen worden samen met fosfaat van verbrandingsassen ook wel «herwonnen fosfaten» genoemd. Terugwinning van fosfaat door een precipitatieproces is geen doel op zich maar onderdeel van een integraal proces om tot verwaarding van inhoudstoffen te komen die aanwezig zijn in een afvalstroom.

Het mogelijk maken van verwaarding en toepassing van herwonnen fosfaten is een maatschappelijke noodzaak. Er zijn echter risico's verbonden aan herwonnen fosfaten. In de studie van de CDM zijn vijf opties geïdentificeerd voor regulering van herwonnen fosfaten in de Meststoffenwet. Op basis van een analyse van deze opties adviseert de CDM de risico's verbonden aan herwonnen fosfaten in beeld te brengen door een onderscheid te maken naar afvalstromen met mogelijke pathogenen en residuen van geneesmiddelen ten opzichte van afval- of proceswaterstromen die daarmee niet belast zijn. Onderscheid naar communale afvalwater (inclusief afvalstromen afkomstig van verwerking van dierlijke bijproducten en dierlijke mest) en naar afval- of proceswater van louter verwerking van plantaardige afval- of proceswaterstromen is wenselijk om beheersing van pathogenen via sanitatiestappen te kunnen onderscheiden.

Door de herkomst van het afvalwater kunnen pathogenen aanwezig zijn. Door anaerobe waterzuiveringsprocessen worden veel pathogenen voor mens, dier en gewas afgedood, maar niet alle. Bij struvietprecipitatie wordt een hoge pH ingesteld, die ook tot afdoding van veel micro-organismen leidt, maar niet van alle. Met name bij obligaat pathogene bacteriën en bij parasitaire nematoden wordt het proces van struvietprecipitatie voorlopig als onvoldoende afdodend beschouwd. Herwonnen fosfaten uit rioolzuiveringsslib kunnen daardoor voorlopig niet als algemeen risicovrij worden aangemerkt. Daarom wordt in artikel 17a, derde lid, voorzien in een delegatiebepaling die het mogelijk maakt bij ministeriële regeling een procedé voor te schrijven dat ervoor zorgt dat het grootste deel van de in het rioolzuiveringsslib aanwezige pathogene organismen afsterft. Op dit moment wordt onderzoek gedaan naar de noodzaak van het voorschrijven van zo'n procedé. Struvieten die bij verwerking van uitsluitend plantaardige reststromen vrijkomen, zullen dit risico op voor de mens pathogene micro-organismen niet hebben. De

plantpathogene micro-organismen worden veelal afgedood, hoewel hierop uitzonderingen zijn.

Herwonnen fosfaten zullen worden gebruikt als grondstof voor fosfaatmeststof of direct als fosfaatmeststof. Er wordt aangesloten bij de gangbare milieukundige eisen die voor meststoffen gelden. Dat zijn de maximale waarden voor zware metalen, genoemd in tabel 1 van bijlage II, van het UBM en de maximale waarden voor organische microverontreinigingen, genoemd in tabel 4 van bijlage II van het UBM.

Voor struvieten uit dierlijke mest geldt dat deze, in lijn met de definitie uit de Nitraatrichtlijn, blijven gelden als dierlijke mest. Dat betekent onder meer dat de toepassing van dergelijke struvieten met een stikstofcomponent beperkt wordt door de gebruiksnorm voor stikstof uit dierlijke mest.

7. Effecten bedrijfsleven en overheid

7.1 Regeldruk

In deze paragraaf wordt een inschatting gemaakt van de toekomstige regeldruk voortvloeiend uit deze wijziging van het UBM. De regeldruk bestaat uit administratieve lasten¹ en nalevingslasten². Tevens zullen kort de zogenaamde overige bedrijfseffecten worden beschreven. De administratieve lasten en de inhoudelijke nalevingskosten blijven als gevolg van dit besluit ongewijzigd. Voor de effecten van de uitvoering van de wijziging van Meststoffenwet inzake de verantwoorde groei melkveehouderij wordt verwezen naar de betreffende Memorie van Toelichting (Kamerstukken II 2013/14, 33 979, nr.3).

7.1.1 Herwonnen fosfaten

Aan het mogelijk maken van het gebruik van struviet als meststof zijn op basis van dit besluit geen administratieve lasten of nalevingskosten verbonden. Afhankelijk van de uitkomsten van lopend onderzoek zullen bij lagere regelgeving mogelijk eisen worden gesteld aan de behandeling van struvieten afkomstig uit rioolwaterzuiveringsslib. De toelating van herwonnen fosfaten als meststof heeft wel een (positief) bedrijfseffect: de afzet van een potentieel waardevol product wordt mogelijk.

7.2 Uitvoering en handhaving

7.2.1 Herwonnen fosfaten

Er wordt geen wijziging in uitvoerings- en handhavingslasten voorzien als gevolg van het toelaten van herwonnen fosfaten als meststof.

8. Uniforme openbare voorbereidingsprocedure

Op grond van artikel 43, eerste lid, onderdeel a, van de Meststoffenwet is afdeling 3.4 van de Algemene wet bestuursrecht van toepassing op het vaststellen van, onder meer, regels met betrekking tot verhandeling van meststoffen en fosfaatgebruiksnormen. Het ontwerp van dit besluit heeft daarom vanaf vrijdag 18 april 2014 gedurende zes weken ter inzage gelegen. Hiervan is mededeling gedaan in de Staatscourant. Zienswijzen konden in dezelfde periode worden ingediend via www.internetconsultatie.nl. Er zijn 27 zienswijzen ingediend.

Er zijn verschillende zienswijzen ingediend met betrekking tot herwonnen fosfaten. Een partij juicht in haar zienswijze deze wijziging toe. Daarnaast wordt er gepleit voor Europees beleid voor herwonnen fosfaten. De Europese Commissie heeft toegezegd om herwonnen fosfaten binnen de herziening van de Europese meststoffenverordening een plek te geven.

Verder is er een partij, die pleit voor behoud van de huidige systematiek om struviet via bijlage Aa van de URM beschikbaar te maken als meststof, omdat er in een generieke toelating niet wordt gekeken naar de beschikbaarheid van fosfaat, wat zou leiden tot een onzekere landbouwkundige werking. En wordt er gevraagd om een level playing field tussen de minerale meststoffen en de herwonnen fosfaten, op het terrein van REACH (Verordening (EG) nr. 1907/2006), maar ook in het gebruik van meststoffen in het algemeen.

De huidige systematiek van toelating van afvalstoffen als meststof op bijlage Aa van de URM wordt door het bedrijfsleven als zeer tijdrovend en omslachtig ervaren. Dat is juist de reden dat er gestreefd wordt naar een generieke erkenning. Het Rijk komt hiermee tegemoet aan de afspraken die gemaakt zijn in het kader van het Ketenakkoord Fosfaat. Verder worden op dit moment meststoffen ook niet getoetst op de beschikbaarheid van fosfaat voor de plant. Hiermee wijkt het voorstel niet af van de vigerende regelgeving. Als de herwonnen fosfaten als meststof op de markt gebracht worden dan geldt ook de REACH-regelgeving, net als bij alle andere chemische stoffen. Bij het gebruik kan echter verschil gemaakt worden tussen kunstmeststoffen en stoffen die secundair zijn, zoals nu vereist is in het Uitvoeringsbesluit van de Commissie van 16 mei 2014 tot verlening van een door Nederland gevraagde derogatie op grond van Richtlijn 91/676/EEG van de Raad inzake de bescherming van water tegen verontreiniging door nitraten uit agrarische bronnen (PbEU 2014, L148).

Verder wordt door verschillende partijen gevraagd hoe om te gaan met verontreinigingen in struviet gewonnen uit rioolzuiveringsslib. Er wordt door de Stichting Toegepast Onderzoek Waterbeheer (STOWA) nog onderzoek uitgevoerd over de verontreinigingen in struviet uit deze grondstofstroom. Op basis hiervan zal bezien worden of een extra borging, uitgewerkt in de URM, noodzakelijk is.

Tenslotte is er een partij die vindt dat de definitie voor struviet te beperkt is, omdat het ook gewonnen kan worden uit industrieel proceswater en niet alleen industrieel afvalwater. Struviet kan inderdaad gewonnen worden uit proceswater. Het product struviet dat geproduceerd wordt heeft nu de status van reststof. Via deze wijziging is het mogelijk om het als herwonnen fosfaat af te zetten. Dit is precies de wijziging die door deze partij gewenst wordt.

9. Inwerkingtreding

De beoogde datum van inwerkingtreding van een deel van deze wijzigingen van het UBM is 1 januari 2015. Deze datum sluit aan bij de vaste verandermomenten voor regelgeving, zoals opgenomen in aanwijzing 174 van de Aanwijzingen voor de regelgeving. De overige onderdelen zullen bij koninklijk besluit in werking treden.



Regeling van de Staatssecretaris van Economische Zaken van 14 december 2014, nr. WJZ/14168053, tot wijziging van de Uitvoeringsregeling Meststoffenwet en de Uitvoeringsregeling gebruik meststoffen verband met diverse aanpassingen

De Staatssecretaris van Economische Zaken,

Gelet op artikelen 12, derde lid, 21, 33c, eerste lid, van de Meststoffenwet, artikelen 17a, derde lid, 28, tweede lid, onderdeel b, en vierde lid, 54 en 70, tweede lid, van het Uitvoeringsbesluit Meststoffenwet en artikel 4, vierde lid, onderdeel c, van het Besluit gebruik meststoffen;

Besluit:

ARTIKEL I

De Uitvoeringsregeling Meststoffenwet wordt als volgt gewijzigd:

A

In artikel 1, eerste lid, wordt de definitie van 'mengvoeder' vervangen door:

mengvoeders: mengvoeders als bedoeld in artikel 3.1 van het Besluit diervoeders 2012.

B

Na artikel 6 wordt een artikel ingevoegd, luidende:

Artikel 6a

Herwonnen fosfaten uit rioolzuiveringsslib worden behandeld langs biologische, chemische of thermische weg, door langdurige opslag of volgens enig ander geschikt procedé, dat tot gevolg heeft dat het grootste deel van de in het zuiveringsslib aanwezige pathogene organismen afsterft.



TOELICHTING

§ 7. Herwonnen fosfaten uit rioolzuiveringsslib

Recent is er een nieuwe categorie meststoffen toegevoegd aan het Uitvoeringsbesluit Meststoffenwet, te weten de herwonnen fosfaten. Hierdoor is het mogelijk om uit industrieel afval- en proceswater en uit rioolzuiveringsslib een fosfaatmeststof te winnen. Door de herkomst van het afvalwater kunnen pathogenen aanwezig zijn. Door anaerobe waterzuiveringsprocessen worden veel pathogenen voor mens, dier en gewas afgedood, maar niet alle. Bij struvietprecipitatie wordt een hoge pH ingesteld, die ook tot afdoding van veel micro-organismen leidt, maar niet van alle. Met name bij obligaat pathogene bacteriën en bij parasitaire nematoden wordt het proces van struvietprecipitatie voorlopig als onvoldoende afdodend beschouwd. Herwonnen fosfaten uit rioolzuiveringsslib kunnen daardoor voorlopig niet als algemeen risicovrij worden aangemerkt. Daarom wordt in de URM een bepaling opgenomen, waardoor wordt gewaarborgd dat het grootste deel van de in het rioolzuiveringsslib aanwezige pathogene organismen afsterft. Deze bepaling wordt uit voorzorg opgenomen. Op dit moment wordt onderzoek uitgevoerd naar het overleven van deze pathogenen in struviet. Op basis van resultaten van dit onderzoek zal worden gezien of deze verplichting aanpassing behoeft. Struvieten die bij verwerking van uitsluitend plantaardige reststromen vrijkomen, zullen dit risico op voor de mens pathogene micro-organismen niet hebben.

BIJLAGE 7

EIGENSCHAPPEN VAN PATHOGENEN

Eigenschappen van bacteriën en protozoa die zouden kunnen voorkomen in dierlijke mest.

(Medema et al. 2000. Cryptosporidium en Giardia: voorkomen in rioolwater, mest en oppervlaktewater met zwem- en drinkwaterfunctie RIZA rapportnr. 2000.035)

	Grootte (µm)	Gram ^a	Mobiel	T °C	pH	Redox ^b	Transmissie ziekteverschijnselen	Infectedosis ^a cfu	Mest cfu/g	Ref
γ- Proteobacteriën -										
Enterobacteriaceae	Escherichia spp. (coli O157:H7)	1,1-1,5 bij 2,0-6,0	Neg	soms	10-45 Ken laag	5,5-8,0, kan laag	F(-O ₂)	(Laag) (ingestie) 10 ⁵ -10 ¹⁰	3-50000 varkens, runderen	(9, 26, 44, 62, 63, 66)
Enterobacteriaceae	Salmonella spp (typhimurium)	0,7-1,5 bij 2,0-5,0	Neg	ja	6-47 ^a	4-8	F(-O ₂)	Braken, diarree, koorts	4-20 (<50) CFU	(9, 27, 49, 62, 63, 66)
Enterobacteriaceae	Yersinia spp. (enterocolitica)	-	Neg	-	-2-43 ^a	4,2-9	F(-O ₂)	Braken, diarree, koorts	20-50000 o.a. varkens, rundvee, pluimvee	(9, 27, 49, 62, 63, 66)
γ- Proteobacteriën - rest-										
	Aeromonas spp. (hydrophila)	0,3-1,0 bij 1,0-3,5	Neg	ja	0 - 41		F(-O ₂)	Infecties in maag- darmkanaal, diarree	Vee	(49, 62, 63)
Vibrionales	Vibrio spp.	0,5-0,8 bij 1,4-2,6	Neg	ja	0 - 44	6,0-9,6	F(-O ₂)	Oraal-fecaal Cholera, diarree	Schaaldieren, knaagdieren	(49, 62, 63)
ε-proteobacteria										
	Campylobacter spp. (jejuni)	0,2-0,5 bij 0,5-5,0	Neg	ja	4-42°C	Gevoelig voor lage pH	µO ₂	50-500-800, <1000 bacteriën (66)	Vrijwel alle levende have	(9, 49, 62, 63)
β- Proteobacteriën										
	Burkholderia spp. (cepacia)	0,3-1,0 bij 1,0-5,0	Neg	ja	-	-	O ₂	-	-	(62)

Bijlage 7 : Eigenschappen van pathogenen (Vervolg 1)

		Grootte (µm)	Gram ^a	Mobiel	T °C	pH	Redox ^b	Transmissie ziekteverschijnselen	Infectie dosis ^c cfu	Mest Cfu/g	Ref
Lage G+C gram+											
Bacillus	<i>Listeria</i> spp. (monocytogenes)	0,4-0,5 bij 0,5-2,0	Pos	Ja	<0-45	5-9	O ₂ /FO ₂	Oraal-fecaal en via placenta. Griepachtig met diarree of erger in verzwakte slachtoffers	10 ³ -10 ⁵ < 10 ³	Alle levende have	(35, 49, 62, 63, 65)
	<i>Bacillus anthracis</i>	0,5-2,5 bij 1,2-10	Pos	Ja	-	-	O ₂ /FO ₂	Inhaleren of ingestie van sporen. Infecties van huid, longen en maagdarm	8000-50000 (bij inademend). Sporenvormend	Runderen. Ook varkens, geiten, schapen, paarden	(62)
	<i>Aerococcus</i> spp. (viridans)		Pos	Nee	-	-	µO ₂				(23, 25, 78)
Clostridiaceae	<i>Clostridium</i> spp.	0,3-2,0 bij 1,5-20					-O ₂	Maag kanaal	Sporenvormend!	-	(62)
	<i>C. botulinum</i>	0,5-2,0 bij 2-22	Pos	Ja	3,3-40	>4,6	-O ₂	Oraal/Fecaal Botulisme	Sporenvormend!	Rundvee	(49, 63)
	<i>C. perfringens</i>		Pos	Nee	6-50	5-8,3	-O ₂	Diarree	~10 ⁵ Sporenvormend! Zeer tolerant	Rundmest en gevogelte	(49, 63)
Thermoactinomycetae	<i>Thermoactinomyces</i> spp.	0,4-1,0	Pos	Nee	>50	-	O ₂	Allergie ademhalingsorganen	Endosporen	-	(62)
Staphylococcaceae	<i>Staphylococcus</i> spp. (aureus)	0,9-1,3	Pos	Nee	7-48	4,5-9,3	F-O ₂	Ademhalingsorganen en maag darmkanaal	1,0 µg toxine (=10 ⁶ cfu), 100-200 ng	Rundvee en andere dieren	(62)
Hoge G+C gram+											
Actinobacteriën	<i>Mycobacterium</i> spp. (paratuberculosis)	0,2-0,6 bij 1,0-10	Pos	Nee	-	-	O ₂	tuberculose	10 (bij inademend)	>10 ⁶	(35, 44, 62)
	<i>Propionibacterium</i> spp (acnes)	0,5-0,8 bij 1,0-5,0	Pos	Nee	-	-	-O ₂ /O ₂ , tolerant	acne	-	-	(62)

Bijlage 7 : Eigenschappen van pathogenen (Vervolg 2)

		Grootte (µm)	Gram ^a	Mobiel	T °C	pH	Redox ^b	Transmissie ziekteverschijnselen	Infectie dosis ^c cfu	Mest Cfu/g	Ref
Chlamydiae											
	<i>Chlamydia</i> spp.	0.2-1.5	Neg	Nee	-	-	-	Infecteer dammen, ademhalings- en geslachtsorganen	-	-	(62)
Spirochaetes											
	<i>Leptospira</i> spp.	0,1bij 6-24	Neg	Ja	-	-	O ₂	Ziekte van Weil, bloedingen, geelzucht	niet bekend, maar zeer laag, bijv. 3.	Alle levende have	(62, 63)
	<i>Treponema</i>	0,1-0,4 bij 5-20	Neg	Ja	-	-	-O ₂ /µO ₂		-	-	(7, 62)
Protozoa											
	<i>Cryptosporidium</i> spp. (parvum) ^f	7-10 bij 8-10	-	Ja	-	-	-	Infecties maag-darmkanaal en ademhalingsorganen, diarree	10-100 oocysten 132	Alle levende have	(35, 44, 49, 62)
	<i>Giardia</i> spp. (<i>lamblia</i>) ^f	5-9 bij 12-15 (trofozoet)	-	Ja	-	-	-O ₂	Infecties darm, diarree	10-100 cysten 1-10 (bij ingestie)	Zoogdieren en vogels	(35, 44, 49, 62)
Ciliaten											
	<i>Balantidium coli</i>	10-3000	-	-	-	-	-	dysenterie	niet bekend, maar zou erg laag kunnen zijn: 10-100	Varkens	(62)

^a Neg = gram-negatief, Pos = gram-positief^b O₂ = aëroob, F/O₂ = facultatief aëroob, µO₂ = microaërofiel; F(-O₂) = facultatief anaëroob; -O₂ = anaëroob^c Infectie dosis is zeer afhankelijk van de gastheer. In het algemeen gelden de laagst genoemde dosis voor zwakkere gastheren (kinderen, ouderen)^d dood bij >70°C^e snelle inactivatie mogelijk bij 71.8°C (18 seconde n) of 62.9°C (30 minuten)^f Giardia en Cryptosporidium hebben twee of meer levensstadia (zie tekst)