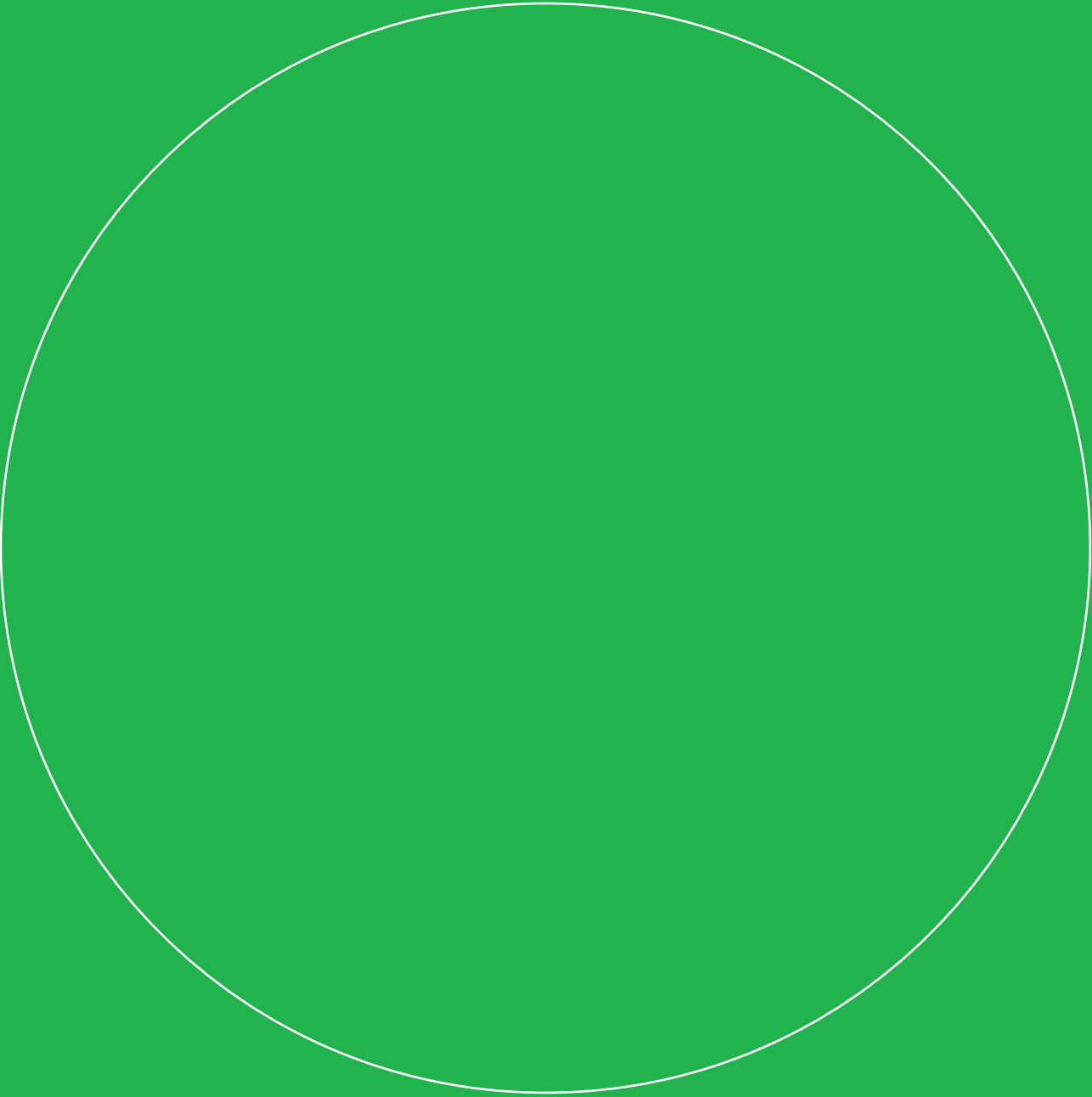




Ontzouten van co-producten uit de humane voeding voor gebruik als diervoeder

R.C. Vroon en J.A. Voogt

OPENBAAR



WAGENINGEN
UNIVERSITY & RESEARCH

Ontzouten van co-producten uit de humane voeding voor gebruik als diervoeder

Auteurs: R.C. Vroon en J.A. Voogt

Dit onderzoek is uitgevoerd door Wageningen Food & Biobased Research binnen de Publiek Private Samenwerking Circulaire bio-economie van de Topsector Agri&Food (TKI-AF-17027).

Wageningen Food & Biobased Research
Wageningen, juni 2023

Openbaar

Rapport 2430
DOI: 10.18174/632401

WFBR Project nummer: 4400002377

Versie: Definitief

Reviewer: M.A. Boon

Goedgekeurd door: J. Jetten

Uitgevoerd door: Wageningen Food & Biobased Research

Dit rapport is: Openbaar

Het is de opdrachtgever toegestaan dit rapport integraal openbaar te maken en ter inzage te geven aan derden. Zonder voorafgaande schriftelijke toestemming van Wageningen Food & Biobased Research is het niet toegestaan:

- a. dit door Wageningen Food & Biobased Research uitgebrachte rapport gedeeltelijk te publiceren of op andere wijze gedeeltelijk openbaar te maken;
- b. dit door Wageningen Food & Biobased Research uitgebrachte rapport, c.q. de naam van het rapport of Wageningen Food & Biobased Research, geheel of gedeeltelijk te doen gebruiken ten behoeve van het instellen van claims, voor het voeren van gerechtelijke procedures, voor reclame of antireclame en ten behoeve van werving in meer algemene zin;
- c. de naam van Wageningen Food & Biobased Research te gebruiken in andere zin dan als auteur van dit rapport.

Het onderzoek zoals beschreven in dit rapport is op objectieve wijze uitgevoerd door onderzoekers die onpartijdig zijn ten opzichte van de opdrachtgever(s) en sponsor(s). Dit rapport is gratis te downloaden op <https://doi.org/10.18174/632401> of op www.wur.nl/wfbr (onder WFBR publicaties).

© 2023 Wageningen Food & Biobased Research, instituut binnen de rechtspersoon Stichting Wageningen Research.

Postbus 17, 6700 AA Wageningen, T 0317 48 00 84, E info.wfbr@wur.nl, www.wur.nl/wfbr. Wageningen Food & Biobased Research is onderdeel van Wageningen University & Research.

Alle rechten voorbehouden. Niets uit deze uitgave mag worden veeleelvoudigd, opgeslagen in een geautomatiseerd gegevensbestand of openbaar gemaakt in enige vorm of op enige wijze, hetzij elektronisch, hetzij mechanisch, door fotokopieën, opnamen of enige andere manier, zonder voorafgaande schriftelijke toestemming van de uitgever. De uitgever aanvaardt geen aansprakelijkheid voor eventuele fouten of onvolkomenheden.

Inhoud

Samenvatting	5
1 Inleiding	6
1.1 Achtergrond	6
1.2 Doelstelling en onderzoeksvragen	6
1.3 Aanpak	7
2 S/L-scheiding op industriële schaal	8
2.1 Inleiding	8
2.2 Materiaal en methoden	8
2.2.1 Materialen	8
2.2.2 Analyse- en meetmethoden	8
2.2.3 Experimentele methoden	9
2.3 Resultaten fractionering van TGC en MWW	10
2.3.1 Karakterisering uitgangsmaterialen	10
2.3.2 S/L-scheiding versus deeltjesgrootte	10
2.3.3 Massabalans en samenstelling fracties	12
2.4 Resultaten fractionering van TGC (batch 2) en MWW-L	14
2.4.1 Karakterisering uitgangsmaterialen	14
2.4.2 S/L-scheiding versus deeltjesgrootte	15
2.4.3 Massabalans en samenstelling fracties	15
2.5 Samenstelling van vaste productfracties	18
2.6 Conclusies en aanbevelingen	18
3 Mineraalverwijdering met membranen	20
3.1 Inleiding	20
3.2 Materiaal en methoden	20
3.2.1 Materialen	20
3.2.2 Analyse- en meetmethoden	21
3.2.3 Experimentele methoden	21
3.3 Resultaten	22
3.3.1 Fractioneren van TGC	22
3.3.2 Fractioneren van MWW-L	23
3.3.3 Membraanselectie op basis van selectiviteit	24
3.4 Conclusies en aanbevelingen	25
4 Economische evaluatie van het proces	27
4.1 Inleiding	27
4.2 Methoden	27
4.3 Resultaten	28
4.3.1 Procesconcept en scenario's	28
4.3.2 Massabalansberekeningen	28
4.3.3 Investeringskosten en productiekosten	30
4.4 Conclusies en aanbevelingen	31
5 Conclusies en aanbevelingen	32
Literatuur	34
Annex 1 Verkennend onderzoek 2021	35
Annex 2 Data deeltjesgrootteverdeling	41

Annex 3	Membraanfiltratie	42
Annex 4	Methode techno-economische evaluatie	44
Annex 5	Inputdata SuperPro Designer	45
Annex 6	Massabalans procesconcept	46
Annex 7	Data kostenberekening	48

Samenvatting

Binnen het PPS project *Circulaire bio-economie* is onder meer gekeken naar het verhogen van de nutritionele waarde van co-producten uit de humane voeding voor gebruik als diervoeder middels het verwijderen van mineralen. Doelstelling van dit project was het verwijderen van een substantieel deel van de mineralen Na, K en P met een minimaal verlies aan organisch stof (inclusief eiwit), volgens een procesconcept bestaande uit twee opvolgende stappen: afscheiding van vaste delen (Solid/Liquid (S/L) scheiding) gevolgd door verdere ontzouting van de vloeistoffase en terugwinning van opgeloste organische droge stof hieruit middels membraanfiltratie. Processen en procescondities werden zo gekozen dat deze opschaalbaar zijn naar een industrieel proces. Behandelde co-producten zijn tarwegistconcentraat (TGC) en maisweekwater (MWW).

Binnen het project zijn vier activiteiten uitgevoerd:

- In de eerste twee activiteiten is de S/L-scheiding op industriële schaal geëvalueerd middels experimenteel onderzoek. Ook is nagegaan of een voorbehandeling van MWW met fytase resulteert in meer P in oplossing, zodat er uiteindelijk meer P verwijderd kan worden.
- In de derde activiteit is onderzocht hoe de mineralenverwijdering met ultrafiltratie (UF) of nanofiltratie (NF) op industriële schaal kan worden uitgevoerd.
- Op basis van de verkregen experimentele resultaten is een procesconcept ontwikkeld voor het ontzouten van co-producten, inclusief flowchart met bijbehorende massabalans. Voor een aantal scenario's is een globale schatting gemaakt van investeringskosten en productiekosten waarmee de economische haalbaarheid in een later stadium kan worden geëvalueerd.

S/L-scheiding van verschillende co-producten op industriële schaal (schotelcentrifuge) is succesvol gesimuleerd in een labschaal centrifuge met aangepaste procescondities. Uit TGC kan effectief een vaste fractie worden verkregen met een verlaagd gehalte aan mineralen. Met een extra wasstap van de vaste fractie kan het zoutgehalte verder worden verlaagd, echter ten koste van een lagere opbrengst aan organische stof. Niet-geconcentreerd (licht) maisweekwater (MWW-L) kan worden gescheiden in een heldere vloeistoffractie en een kleine vaste fractie met een sterk verlaagd gehalte aan mineralen. MWW in geconcentreerde (ingedampte) vorm dat in de praktijk doorgaans wordt gebruikt, is onder industriële condities onvoldoende effectief te scheiden. Een extra voorbehandeling van MWW met fytase heeft geresulteerd in een beperkte verlaging van het P-gehalte (10%) in de vaste fractie.

Membraanfiltratie is positief beoordeeld op toepasbaarheid als proces voor concentrering van organische stof en eiwit (hoge retentie) in combinatie met een verlaging van het mineralengehalte (lage retentie). Beide geteste membranen (UF en NF) zijn geschikt voor terugwinning van organische stof en eiwit en gelijktijdige verwijdering van zouten en fosfaat uit de vloeistoffractie van TGC. Voor MWW-L is nanofiltratie het meest geschikt voor verwijdering van zouten met uitzondering van fosfaat welke niet kan worden uitgespoeld zonder grote verliezen aan eiwit en organische stof.

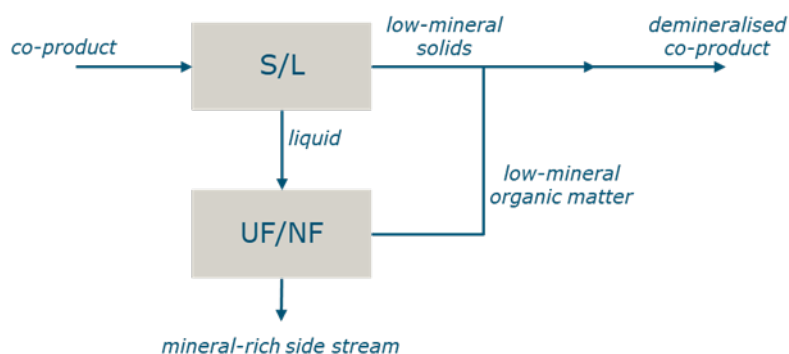
Voor drie scenario's (ontzouten van TGC, niet-geconcentreerde TGC (nc) en MWW-L) is een procesconcept ontwikkeld bestaande uit een S/L-scheiding (decanter) gevolgd door een gecombineerde concentrerings- en ontzoutingsstap (UF en NF). De massabalans over dit procesconcept laat zien dat het zoutgehalte in het ontzoute eindproduct van de drie co-producten is verlaagd, waarbij het grootste aandeel is verwijderd in de S/L-scheiding van de niet-geconcentreerde co-producten TGC (nc) en MWW-L. Het fosfaatgehalte is in beide TGC co-producten afgenomen na ontzouten. Voor MWW-L kan het fosfaatgehalte niet worden verlaagd met het geteste membraan.

Voor de drie scenario's is een globale schatting gemaakt van investeringskosten en productiekosten. Voor een economische evaluatie van het procesconcept moeten naast kosten ook de baten in kaart worden gebracht. De baten (opbrengst van zowel het ontzoutte product als mineraalrijke nevenfractie) zijn onder meer afhankelijk van de nutritionele waarde van de producten. Aanbevolen wordt om deze nutritionele waarde en potentiële opbrengsten nader vast te stellen zodat het procesconcept kan worden beoordeeld op economische haalbaarheid.

1 Inleiding

1.1 Achtergrond

Binnen het PPS project *Circulaire bio-economie* wordt onder meer gekeken naar het verhogen van de nutritionele waarde van co-producten uit de humane voeding voor gebruik als diervoeder middels het verwijderen van mineralen. In 2021 zijn in een eerste serie verkennende labexperimenten verschillende co-producten geëvalueerd t.a.v. verlaging van het zoutgehalte. Hiervoor is een procesconcept toegepast waarbij vaste delen worden afgescheiden gevolgd door verdere ontzouting van de vloeistoffractie (zie Figuur 1-1). In dit verkennende onderzoek is alleen de eerste stap (solid/liquid (S/L) scheiding) experimenteel getest. De resultaten zijn samengevat in Annex 1. Belangrijkste conclusie is dat voor de co-producten tarwegistconcentraat (TGC) en maisweekwater (MWW) deze scheiding kan resulteren in een vaste fractie (met 35-65% van de droge stof en organische stof) waaruit 70-90% van de mineralen zijn verwijderd. Dit betekent ook dat 35-65% van de droge stof en organische stof nog aanwezig is in de vloeistoffractie. Deze moet na afscheiding van mineralen weer zoveel mogelijk toegevoegd kunnen worden bij het vaste deel om te voorkomen dat er waardevolle nutriënten verloren gaan. Hiervoor lijken membraanprocessen (ultrafiltratie (UF) en nanofiltratie (NF)) het meest geschikt. Verlies aan voederwaarde is ongewenst en heeft een sterk negatief effect op de kosten-baten verhouding van het ontzouten. Dit rapport beschrijft het vervolgonderzoek waarin beide processtappen (S/L-scheiding en verwijdering van mineralen met een membraanproces) experimenteel zijn onderzocht.



Figuur 1-1 Procesconcept voor verlaging van zoutgehalte in co-producten door solid/liquid (s/L) scheiding en ultrafiltratie (UF) of nanofiltratie (NF).

1.2 Doelstelling en onderzoeksvragen

Doelstelling van dit project was het verwijderen van een substantieel deel van de mineralen Na, K en P met een minimaal verlies aan organisch stof (inclusief eiwitten), volgens het proces zoals geschetst in Figuur 1-1. Processen en procescondities werden zo gekozen dat deze opschaalbaar zijn naar een industrieel proces. De behandelde co-producten zijn tarwegistconcentraat (TGC, Alcomix) en maisweekwater (MWW).

De volgende onderzoeksvragen zijn gedefinieerd:

1. Hoe moet de S/L scheiding op industriële schaal uitgevoerd worden (apparatuur en instellingen)?
2. Komt door de voorbehandeling van MWW met fytase meer P in oplossing, zodat er uiteindelijk meer P verwijderd kan worden?
3. Hoe moet de mineralenverwijdering met membranen op industriële schaal uitgevoerd worden (apparatuur, membraan en condities)?
4. Wat zijn de investeringen en operationele kosten?
5. Wat is de nutritionele waarde van de eindproducten en welke opbrengst (baten) vertegenwoordigen deze?

De laatste onderzoeksvraag kon binnen het uitgevoerde project niet worden geadresseerd doordat niet voldoende productfractie kon worden geproduceerd voor een verdere karakterisatie.

1.3 Aanpak

Binnen het project zijn vier activiteiten uitgevoerd waarin de eerste vier onderzoeksvragen zijn geadresseerd. In de eerste activiteit is de S/L-scheiding op industriële schaal geëvalueerd middels experimenteel onderzoek. Ook is nagegaan of een voorbehandeling van MWW met fytase resulteert in meer P in oplossing, zodat er uiteindelijk meer P verwijderd kan worden. Beide activiteiten zijn beschreven in hoofdstuk 2. In de derde activiteit is onderzocht hoe de mineralenverwijdering met membranen op industriële schaal kan worden uitgevoerd. Hierbij zijn de toegepaste experimentele condities afgeleid van relevante praktijkcondities (hoofdstuk 3). Op basis van de verkregen experimentele resultaten is een procesconcept ontwikkeld voor het ontzouten van co-producten, inclusief flowchart met bijbehorende massabalans. Voor een aantal scenario's is een globale schatting gemaakt van investeringskosten en productiekosten waarmee de economische haalbaarheid in een later stadium kan worden geëvalueerd (hoofdstuk 4). Tot slot zijn in hoofdstuk 5 de belangrijkste conclusies en aanbevelingen gepresenteerd.

2 S/L-scheiding op industriële schaal

2.1 Inleiding

In dit onderdeel is onderzocht hoe de S/L-scheiding uitgevoerd onder industriële procescondities resulteert in een verlaagd zoutgehalte van de vaste fase. De volgende activiteiten zijn uitgevoerd:

- Productie van fracties (vast en vloeistof) van verschillende co-producten na enkel S/L-scheiding en in combinatie met een wasstap van de vaste fractie;
- Toegepaste procescondities (tijd en *relative centrifugal force* (RCF)) zijn gebaseerd op relevante praktijkcondities (uitgaande van een schotelcentrifuge);
- Fracties (vast en vloeistof) van behandelde co-producten zijn geanalyseerd op verschillende parameters waarmee de S/L-scheiding is geëvalueerd en de implicaties voor mineralenverwijdering uit de vloeistoffase met membranen inzichtelijk zijn gemaakt.

In aanvulling op bovenbeschreven activiteiten is een extra voorbehandeling van maisweekwater (MWW) onderzocht binnen dit project. In maisweekwater (MWW) is veel fosfaat vastgelegd in de vorm van fytate (~8% van DS volgens Hull en Montgomery [1995]) wat mogelijk kan worden vrijgemaakt door een enzymatische behandeling met fytase. In mais is van nature zeer weinig fytase aanwezig. Daarom is in dit onderzoek nagegaan of een verbeterde P-verwijdering gerealiseerd kan worden middels een fytase voorbehandeling waarbij is uitgegaan van een enkele batch monstermateriaal.

Er is gekeken of de voorbehandeling van MWW met fytase resulteert in meer P in oplossing, zodat er uiteindelijk meer P verwijderd kan worden. De volgende activiteiten zijn uitgevoerd:

- Enzymatische behandeling van MWW met fytase. Hierbij is gebruik gemaakt van de kennis aanwezig in het consortium met betrekking tot standaard (commercieel beschikbare) fytases welke als feed additief worden toegepast. De commercieel beschikbare fytases zijn werkzaam in een pH-gebied van 3 tot 5. MWW met een pH van 3,6-4,2 valt binnen deze range. De toegepaste enzymdosering en procescondities zijn afgeleid van praktische toepassing;
- Productie van fracties (vast en vloeistof) van voorbehandeld MWW na een enkele S/L-scheiding. Toegepaste procescondities (tijd en RCF) zijn gebaseerd op relevante praktijkcondities;
- Fracties (vast en vloeistof) van enzymatisch voorbehandeld MWW zijn geanalyseerd op verschillende parameters op basis waarvan de S/L-scheiding is geëvalueerd en verdere processtappen zijn ontwikkeld.

2.2 Materiaal en methoden

2.2.1 Materialen

De volgende co-producten zijn door Bonda ter beschikking gesteld aan WFBR:

- Tarwegistconcentraat type Alcomix (TGC) en maisweekwater (MWW), geleverd in mei 2022;
- Lichte (niet-geconcentreerde) variant van maisweekwater (MWW-L), geleverd in oktober 2022;
- Tarwegistconcentraat type Alcomix (TGC), extra batch geleverd in november 2022.

Maisweekwater is voorbehandeld met het enzym fytase (*6-phytase*) waarbij gebruik is gemaakt van Axta PHY 5000 L (Danisco).

2.2.2 Analyse- en meetmethoden

De volgende parameters zijn geanalyseerd in de verkregen fracties (waar relevant):

- Droge stof (DM)
- As (ash)
- Ruw eiwit (protein)
- NPN (non-protein nitrogen)

- Mineralen (K, Na, P, SO₄ en totaal S) en chloride
- Onopgeloste deeltjes (TSS)
- Deeltjesgrootteverdeling (PSD)
- Fosfor in MWW-fracties

Genoemde parameters (met uitzondering van mineralen, chloride en NPN) zijn door WFBR bepaald volgens onderstaande methoden. Mineralen, chloride en NPN zijn uitbesteed aan een extern laboratorium (NutriControl). Hierbij zijn de mineralen bepaald na destructie van het monster.

Drogestof- en asgehalte

Het drogestofgehalte is gravimetrisch bepaald na verhitting van het monster bij 105°C gedurende tenminste 16 uur. Voor het asgehalte is het gedroogde monster verhit tot 550°C gedurende 4 uur. Het gewicht van het monster is voor en na verhitting bepaald om het asgehalte te berekenen. Alle bepalingen zijn in duplo uitgevoerd.

Ruw eiwit (Kjeldahl stikstof)

Het gehalte ruw eiwit is in tweevoud bepaald met de Kjeldahl-methode, volgens het protocol beschreven door Bradstreet [1954]. Monsters zijn gemengd met een katalytische Kjeltab CK (VWR), bestaande uit 3,5 g K₂SO₄ en 0,4 g CuSO₄ × 5H₂O, 9 mL 97% H₂SO₄ en gedurende 50 min verwarmd op 420°C. Na afkoelen is 75 mL water toegevoegd. De monsters zijn vervolgens met stoom gedestilleerd met NaOH en het ammonium is opgevangen in boorzuur. Na titratie met HCl is de hoeveelheid eiwit berekend met een standaard conversiefactor van 6,25.

Onopgeloste deeltjes (TSS)

Het gehalte aan onopgeloste deeltjes (*total suspended solids*, TSS) is bepaald in vloeistofmonsters na S/L-scheiding. Hierbij zijn deze monsters extra gecentrifugeerd (Sorvall LYNX 6000 met F20-12x50 rotor bij 20.000 rpm (51.428 G) gedurende 20 min) en is vervolgens het drogestofgehalte in het verkregen supernatant bepaald. Het TSS-gehalte is berekend als het verschil in drogestofgehalte voor en na extra centrifugeren.

Deeltjesgrootteverdeling (PSD)

De deeltjesgrootteverdeling (*particle size distribution*, PSD) in de co-producten en vloeistoffase na S/L-scheiding is bepaald met laserdiffractie (Malvern Mastersizer 2000). Deze meting (op basis van statische lichtverstrooiing) resulteert in een volume-gewogen verdeling waarin de bijdrage van elk deeltje in de verdeling betrekking heeft op het volume van dat deeltje (equivalent aan massa als de dichtheid uniform is), d.w.z. de relatieve bijdrage zal evenredig zijn met de grootte. Deeltjesgrootte kan worden gemeten in een bereik van 0,02 tot 2000 µm.

2.2.3 Experimentele methoden

S/L-scheiding van TGC, MWW en MWW-L

TGC, MWW en MWW-L zijn zonder verdere voorbehandeling verwerkt volgens onderstaande procedure:

- S/L-scheiding middels centrifugatie met een Sorvall LYNX 6000 (F9-6x1000 rotor) bij 4400 rpm (4200 G) gedurende 20 min bij 10°C¹;
- Deel van het pellet (vaste fractie) wassen met water:
 - TGC: 0.6 g H₂O per g nat pellet of 1.9 g H₂O per g droog pellet
 - MWW: 0.7 g H₂O per g nat pellet of 1.4 g H₂O per g droog pellet
- Nogmaals S/L-scheiding middels centrifugatie volgens bovenstaande instellingen;
- Metingen en analyses op uitgangsmateriaal, pellet (vaste fractie) en supernatant (vloeistoffractie) zoals gespecificeerd in paragraaf 2.2.2.

Voorbehandeling van MWW met fytase gevolgd door S/L-scheiding

MWW is voorafgaand aan een S/L-scheiding voorbehandeld met fytase volgens onderstaande procedure:

¹ In het verkennende onderzoek uit 2021 is gecentrifugeerd met een Sorvall LYNX 6000 (F14-14x50 rotor) bij 15.000 G gedurende 20 min → met bovengenoemde instellingen (4200 G) zou 160 min gedraaid moeten worden voor een vergelijkbare S/L-scheiding.

- Incubatie van MWW met fytase (Astra PHY 5000 L; activiteit 5000 FTU/g), dosering 11.42 g fytase per kg MWW (5000 FTU fytase/g inositol fosfaat), 18 uur incubatie bij pH 4.3 (as is) en 37°C;
- S/L-scheiding middels centrifugatie met een Sorvall LYNX 6000 (F9-6x1000 rotor) bij 4400 rpm (4200 G) gedurende 20 min bij 10°C;
- Metingen en analyses op uitgangsmateriaal, pellet (vaste fractie) en supernatant (vloeistoffractie) zoals gespecificeerd in paragraaf 2.2.2.

2.3 Resultaten fractionering van TGC en MWW

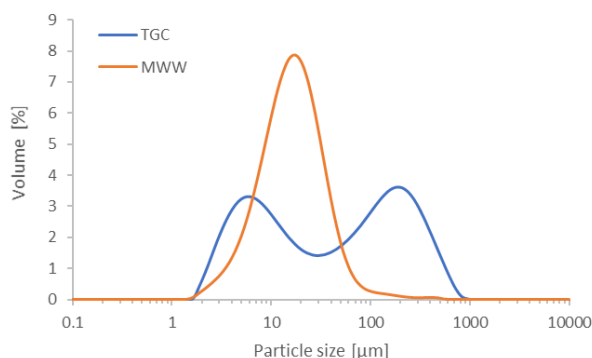
2.3.1 Karakterisering uitgangsmaterialen

De co-producten TGC en MWW zijn geanalyseerd op drogestofgehalte en samenstelling (Tabel 2-1). TGC heeft een opvallend hoog eiwitgehalte (afwijkend van het gangbare gehalte volgens Bonda); daarnaast bevat TGC relatief veel zwavel als gevolg van het gebruik van zwavelzuur in het productieproces waaruit TGC vrijkomt. MWW heeft in vergelijking met TGC een aanzienlijk hoger gehalte aan droge stof en as en bevat relatief veel fosfor.

Tabel 2-1 Samenstelling TGC en MWW.

	DM [g/100 g]	Protein, ash & mineral composition [g/100 g DM]						
		Protein	Ash	P	K	Na	Cl	S (tot)
TGC	22.4	37.9	8.1	0.76	1.6	0.94	0.63	1.8
MWW	45.0	40.3	17.8	2.8	5.0	0.84	0.53	0.98

De deeltjesgrootteverdeling van beide co-producten is in Figuur 2-1 weergegeven als grafiek en in tabelvorm. De tabel toont de gemiddelde grootte² en de breedte van de verdeling. TGC heeft een bimodale deeltjesgrootteverdeling; er zijn twee pieken zichtbaar. TGC bevat grotere en kleinere deeltjes wat resulteert in een grotere gemiddelde diameter en bredere verdeling (span). MWW bevat met name kleinere deeltjes in een smalle verdeling.



Sample	Average size			Distribution width			
	D[4,3] [µm]	D[3,2] [µm]	D50 [µm]	D10 [µm]	D50 [µm]	D90 [µm]	Span [-]
TGC	104	11	43	3.8	43	294	6.8
MWW	20	11	15	5.7	15	36	2.0

Figuur 2-1 Deeltjesgrootteverdeling van TGC en MWW.

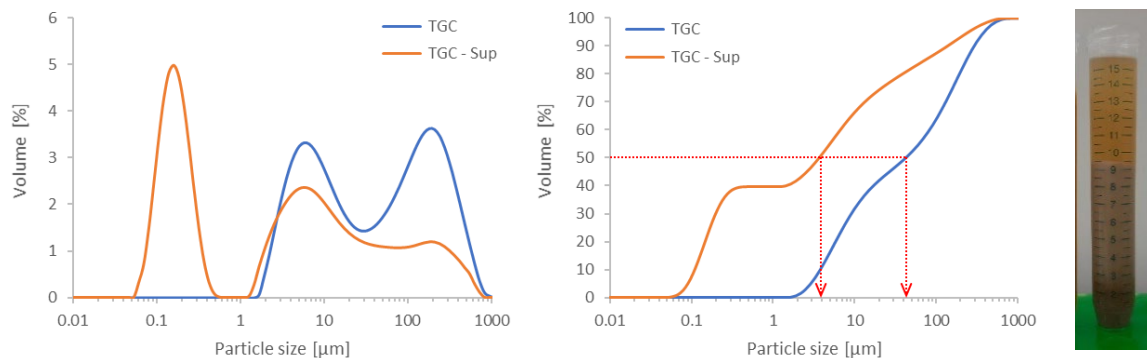
2.3.2 S/L-scheiding versus deeltjesgrootte

S/L-scheiding van TGC

Na S/L-scheiding van TGC is de deeltjesgrootteverdeling bepaald in het verkregen supernatant (Figuur 2-2 en data in Annex 2). Zoals op de foto zichtbaar geeft deze scheiding (uitgevoerd onder industriële procescondities) een redelijk helder supernatant. Het gehalte aan onopgeloste droge stof (TSS) in dit supernatant bedraagt 3,2 g/kg. De verwijdering van deeltjes laat een duidelijke verschuiving in de verdeling zien (zie grafieken in Figuur 2-2). Vooral kleinere deeltjes (D50: 4 µm) resteren in het supernatant welke

² De gemiddelde deeltjesgrootte kan worden uitgedrukt als D[4,3] (gemiddelde diameter op basis van deeltjes volume), D[3,2] (gemiddelde diameter op basis van deeltjesoppervlak) of D50 (mediane diameter op basis van deeltjesvolume). D[4,3] wordt sterk bepaald door de aanwezigheid van grotere deeltjes in de verdeling, terwijl de D[3,2] vooral gevoelig is voor de aanwezigheid van kleine deeltjes [Malvern, 2015].

moelijk zijn af te scheiden onder deze procescondities. De verschijning van een nieuwe piek met deeltjes kleiner dan 1 µm is het gevolg van de verwijdering van grotere deeltjes waardoor de relatieve bijdrage van kleine deeltjes in het totale deeltjesvolume toeneemt. Deze kleine deeltjes waren dus al aanwezig in het uitgangsmateriaal maar bleven 'onzichtbaar' vanwege hun beperkte bijdrage aan het totale deeltjesvolume.



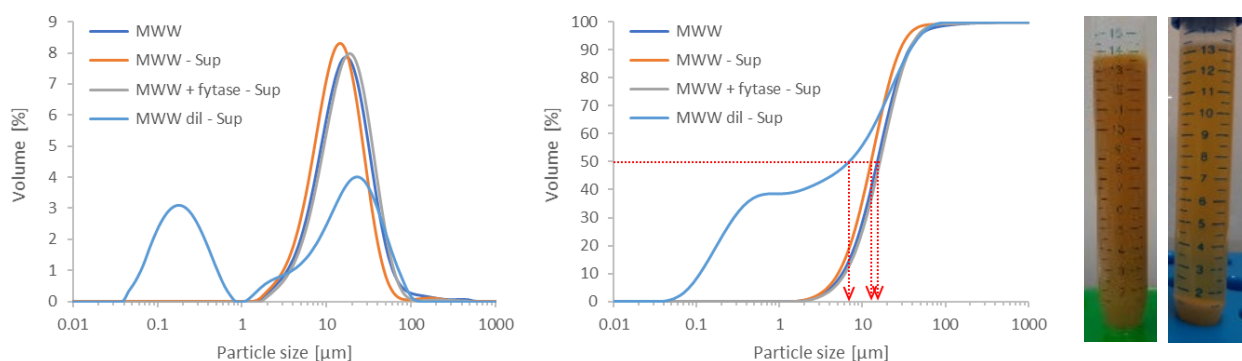
Figuur 2-2 Deeltjesgrootteverdeling in TGC en supernatant van TGC na S/L-scheiding. Foto rechts toont supernatant van TGC.

S/L-scheiding van MWW

Na S/L-scheiding van MWW is de deeltjesgrootteverdeling bepaald in het verkregen supernatant (Figuur 2-3 en data in Annex 2). Zoals op de linker foto zichtbaar resulteert deze scheiding (uitgevoerd onder industriële procescondities) in een troebel supernatant en slecht gecompacteerd pellet. Het TSS-gehalte in dit supernatant is met 25,1 g/kg aanzienlijk hoger in vergelijking met TGC. De beperkte deeltjesaf scheiding blijkt ook uit de nauwelijks verschoven deeltjesgrootteverdeling (D50: 15 → 13 µm) en wordt mogelijk veroorzaakt door de kleine deeltjesdiameter in het MWW in combinatie met een hoge viscositeit.

De voorbehandeling van MWW met fytase resulteert niet in een betere afscheiding van vaste deeltjes (aangeduid als *MWW + fytase - Sup* in grafieken in Figuur 2-3); de S/L-scheiding lijkt zelfs iets te zijn verslechterd ten opzichte van het onbehandelde MWW.

De S/L-scheiding kan wellicht worden verbeterd door te centrifugeren bij een lagere concentratie deeltjes en viscositeit. Dit is getest door voorafgaand aan de S/L-scheiding het MWW te verdunnen met water (1:1). Het resultaat is weergegeven in de grafieken (aangeduid met *MWW dil - Sup*) en rechter foto in Figuur 2-3. De foto toont een redelijk helder supernatant en vast pellet. Het TSS-gehalte van dit supernatant is niet bepaald. De verwijdering van deeltjes laat een duidelijke verschuiving in de verdeling zien (zie grafieken in Figuur 2-3). Vooral kleinere deeltjes (D50: 7 µm) resteren in het supernatant welke moeilijk zijn af te scheiden onder deze procescondities. Net als bij de S/L-scheiding van TGC verschijnt ook in deze verdeling een nieuwe piek van deeltjes kleiner dan 1 µm.

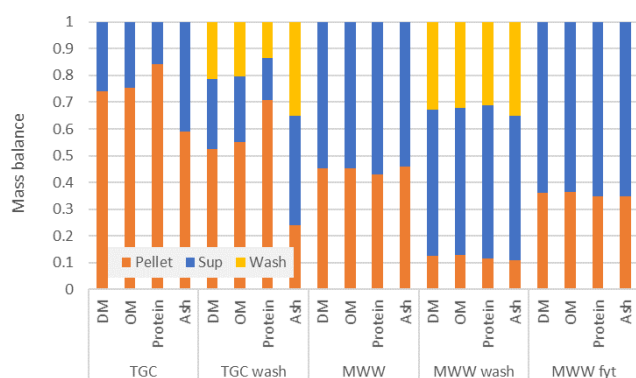


Figuur 2-3 Deeltjesgrootteverdeling in MWW en supernatant van MWW en verdunde MWW (*MWW dil*) na S/L-scheiding. Foto's rechts tonen supernatant van MWW en verdunde MWW.

2.3.3 Massabalans en samenstelling fracties

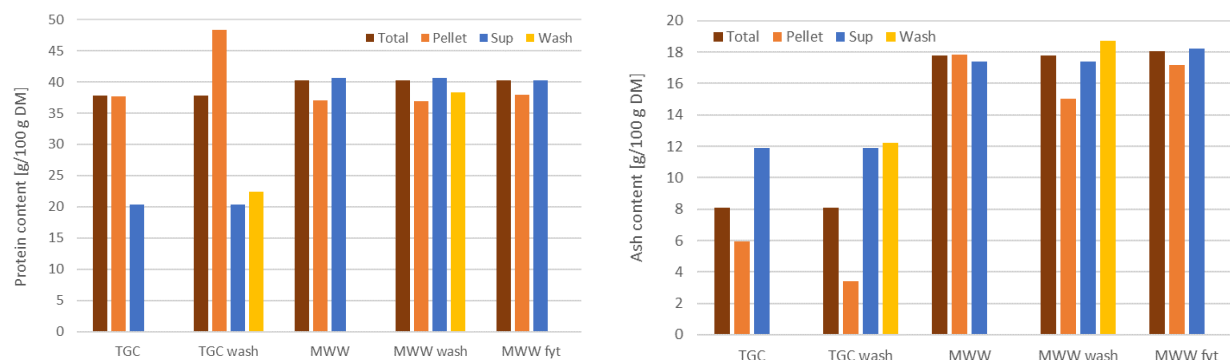
In Figuur 2-4 is de massabalans van droge stof, organische stof, eiwit en as over de verschillende fracties na S/L-scheiding grafisch weergegeven. De massabalans is op 100% gesteld uitgaande van de gemeten samenstelling van het startmateriaal. Voor TGC wordt een aanzienlijk deel (74-84%) van de droge stof, organische stof en eiwit afgescheiden met de vaste fractie (pellet). Het aandeel as in de vaste fractie is met 59% behoorlijk lager. Met een additionele wassing van het pellet (aangegeven als *TGC wash* in Figuur 2-4) kan dit aandeel nog aanzienlijk verder worden verlaagd tot 24%. Dit gaat wel gepaard met een extra uitspoeling van opgeloste droge stof, organische stof en eiwit, oftewel een verlaging van de productopbrengst.

Voor MWW wordt ongeveer de helft van alle inhoudsstoffen afgescheiden met de vaste fractie. De vloeistoffase (supernatant) bevat dus een aanzienlijk deel van deze inhoudsstoffen. Hierbij kan niet worden uitgesloten dat een deel aanwezig is als onopgelost materiaal (vanwege de matige S/L-scheiding zoals beschreven in paragraaf 2.3.2). Bij MWW is het effect van wassen nog aanzienlijk sterker, niet alleen voor as maar ook voor droge stof, organische stof en eiwit. Slechts 11-13% van alle inhoudsstoffen wordt afgescheiden met de gewassen vaste fractie, wat resulteert in een zeer beperkte productopbrengst. Voorbehandeling van MWW met fytase geeft een kleiner aandeel van inhoudsstoffen in de vaste fractie.



Figuur 2-4 Massabalans van droge stof (DM), organische stof (OM), eiwit en as over de verschillende fracties na S/L-scheiding van co-producten.

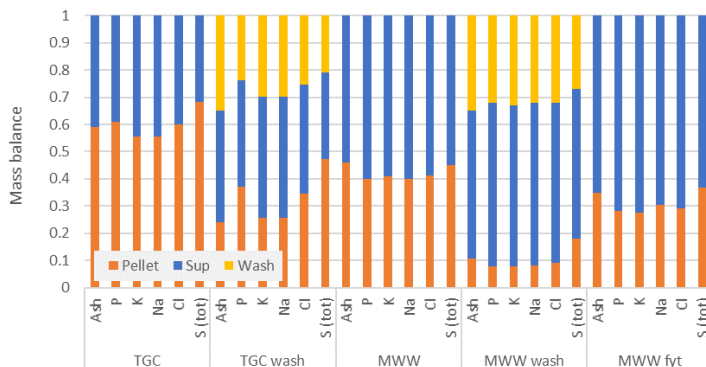
De samenstelling van de verkregen fracties (eiwitgehalte en asgehalte) is voor de verschillende co-producten weergegeven in Figuur 2-5. Voor de meeste co-producten neemt het eiwitgehalte in de productfractie (pellet) iets af; opvallend is het verhoogde eiwitgehalte in het TGC pellet na wassing. Blijkbaar wordt eiwit in TGC minder uitgespoeld in vergelijking met andere inhoudsstoffen, zoals ook blijkt uit Figuur 2-4. Het asgehalte in de vaste fractie van TGC is behoorlijk verlaagd, met name na wassing van het pellet. Bij MWW is dit effect aanzienlijk beperkter, mogelijk veroorzaakt door de slechte S/L-scheiding. Alleen een pellet wassing resulteert in beperkte verlaging van het asgehalte.



Figuur 2-5 Eiwitgehalte (links) en asgehalte (rechts) in de verschillende fracties na S/L-scheiding van co-producten.

In Figuur 2-6 is de massabalans van mineralen (P, K, Na en totaal S) en chloride over de verschillende fracties na S/L-scheiding grafisch weergegeven. Ter vergelijking is ook de massabalans van as weergegeven. De massabalansen zijn op 100% gesteld uitgaande van de gemeten samenstelling van het startmateriaal. Voor TGC is de verdeling van mineralen vergelijkbaar met die van as: 56-68% wordt afgescheiden met de vaste fractie (pellet). Met een wassing van het pellet kan dit aandeel aanzienlijk verder worden verlaagd, waarbij kalium en natrium makkelijker lijken uit te spoelen.

Ook voor MWW is de verdeling van mineralen en chloride over de fracties vergelijkbaar met die van as. Een wassing van het pellet leidt ook hier tot een sterke verlaging van het aandeel mineralen in de vaste fractie. Voorbehandeling van MWW met fytase geeft een iets lager aandeel as en mineralen in het pellet, waarbij geen duidelijke verschuiving van fosfor naar de vloeistoffase zichtbaar is. Dit duidt op een beperkte effectiviteit van de fytasebehandeling op de verdeling van fosfor tussen de fracties. De vorm waarin het fosfor in de vaste en vloeistoffase aanwezig is, is niet bepaald.



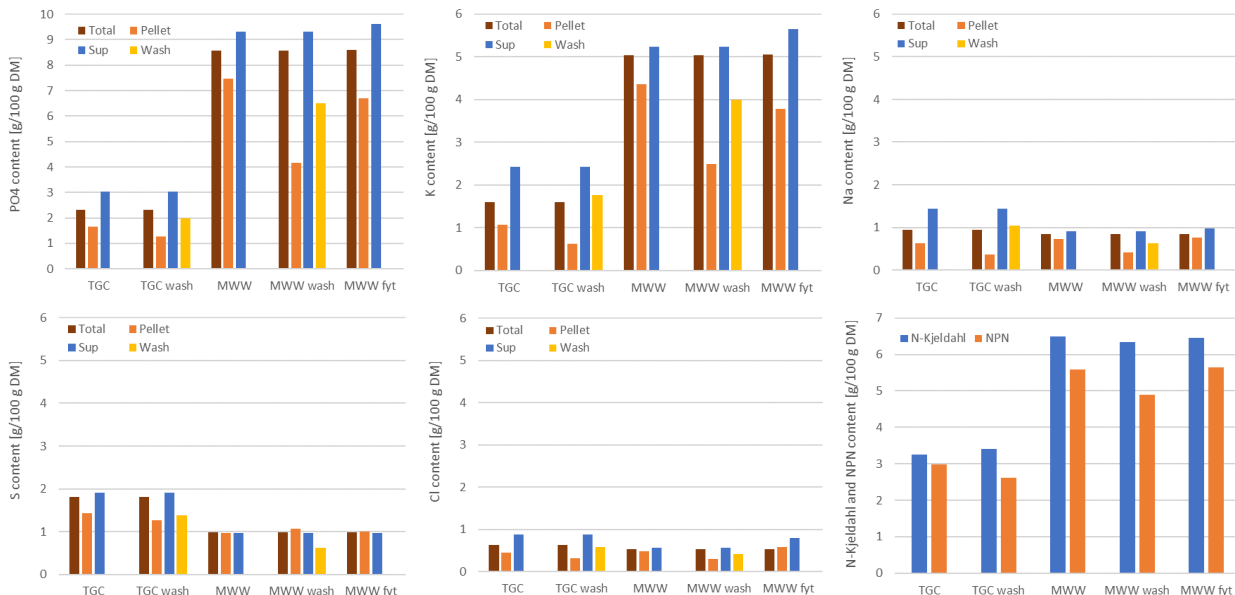
Figuur 2-6 Massabalans van mineralen en chloride over de verschillende fracties na S/L-scheiding van co-producten.

De samenstelling van de verkregen fracties (mineralen en chloride) is voor de verschillende co-producten weergegeven in Figuur 2-7. Opvallende verschillen in minerale samenstelling tussen de co-producten zijn met name zichtbaar voor fosfaat (als fytaat in MWW aanwezig), kalium en zwavel (gedoseerd als zwavelzuur in TGC productieproces). Het totaal aan mineralen ($\text{PO}_4 + \text{K} + \text{Na} + \text{SO}_4$) en chloride in het supernatant van de verschillende co-producten komt overeen met 83 tot 105% van het gemeten asgehalte.

Het gehalte mineralen en chloride in de vaste fractie van TGC is behoorlijk verlaagd, met name na wassing van het pellet. Ook bij MWW is dit effect van de S/L-scheiding op het gehalte mineralen duidelijk zichtbaar, hoewel de relatieve afname kleiner is in vergelijking met TGC. Opmerkelijk is dat het asgehalte in Figuur 2-5 niet is verlaagd in de vaste fractie van MWW. Het fosfaatgehalte in de vaste fractie laat een 10% afname zien na behandeling van MWW met fytase. Zoals al eerder gesteld is de effectiviteit van deze enzymatische behandeling op de verdeling van P tussen de fracties beperkt onder de toegepaste procescondities. Wellicht dat bij andere condities (dosering, tijd) meer fosfaat kan worden vrijgemaakt uit MWW.

In Figuur 2-7 is voor het supernatant van de verschillende co-producten ook het gehalte stikstof weergegeven, uitgedrukt als Kjeldahl stikstof en als NPN (non-protein nitrogen). Hieruit kan worden afgeleid dat het merendeel (77 tot 92%) van de aanwezige Kjeldahl stikstof uit NPN bestaat. Deze fractie bestaat mogelijk uit kleinere peptiden en aminozuren (welke bij de bepaling van NPN niet neerslaan met TCA).³

³ Van TGC zijn monsters uitgangsmateriaal en afgescheiden vaste fractie (pellet) geanalyseerd op aminozuren (resultaten niet opgenomen in dit rapport). Uit een massabalansberekening valt af te leiden dat het gevonden NPN-gehalte in het supernatant ongeveer voor 25-30% bestaat uit aminozuren.



Figuur 2-7 Gehalte mineralen (PO₄, K, Na en totaal S) en chloride in de verschillende fracties na S/L-scheiding van co-producten. Gehalte stikstof (N-Kjeldahl en NPN) in de supernatant fracties na S/L-scheiding van co-producten.

2.4 Resultaten fractionering van TGC (batch 2) en MWW-L

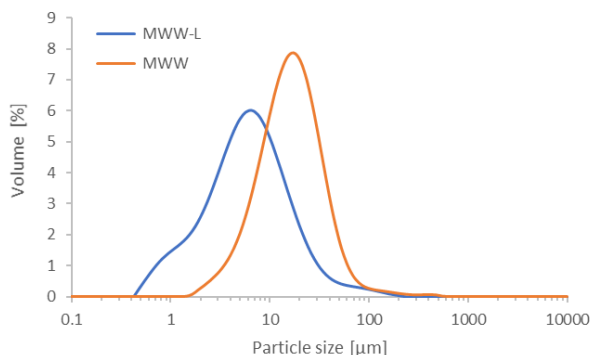
2.4.1 Karakterisering uitgangsmaterialen

De co-producten TGC en MWW-L (licht MWW, voor indampen) zijn geanalyseerd op drogestofgehalte en samenstelling (Tabel 2-2). De nieuwe batch TGC heeft een aanzienlijk lager eiwitgehalte en hoger as- en mineralengehalte in vergelijking met de eerste batch (zie ook Tabel 2-1). Deze tweede batch bevat 28.6 g eiwit per 100 g DM wat een gangbaar gehalte is volgens Bonda. Daarnaast bevat ook de nieuwe batch TGC relatief veel zwavel als gevolg van het gebruik van zwavelzuur in het productieproces waaruit TGC vrijkomt. Het niet-geconcentreerde maisweekwater (MWW-L) heeft zoals verwacht een lager drogestofgehalte en een iets hoger gehalte aan eiwit in vergelijking met MWW (zie ook Tabel 2-1).

Tabel 2-2 Samenstelling TGC (batch november 2022) en MWW-L.

	DM [g/100 g]	Protein, ash & mineral composition [g/100 g DM]						
		Protein	Ash	P	K	Na	Cl	S (tot)
TGC (11/22)	23.2	28.6	10.5	0.75	2.1	1.1	0.82	1.7
MWW-L	18.6	43.9	16.7	3.0	5.1	0.46	0.59	1.0

De deeltjesgrootteverdeling van MWW-L is in Figuur 2-8 weergegeven als grafiek en in tabelvorm. Ter vergelijking is de deeltjesgrootteverdeling van geconcentreerd MWW toegevoegd. MWW-L bevat kleinere deeltjes in een bredere verdeling (span) t.o.v. het geconcentreerde MWW. Mogelijk zijn tijdens het indampingsproces deeltjes gecoaguleerd tot grotere deeltjes. Van de tweede batch TGC is geen deeltjesgrootteverdeling bepaald.

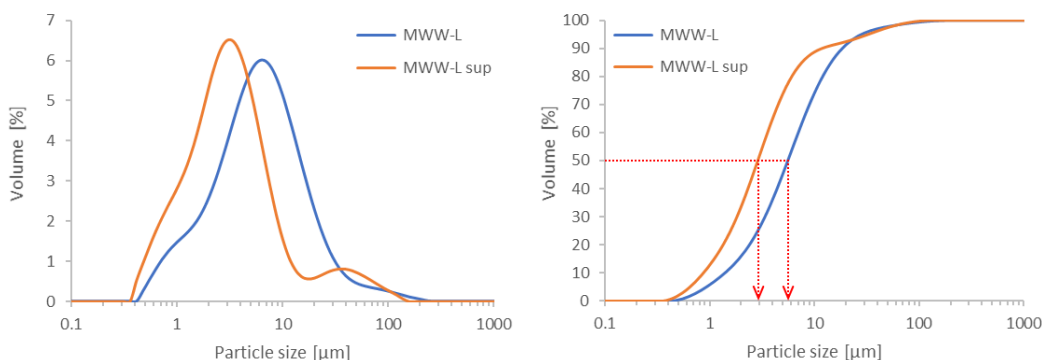


Sample	Average size			Distribution width			
	D[4,3] [µm]	D[3,2] [µm]	D50 [µm]	D10 [µm]	D50 [µm]	D90 [µm]	Span [-]
MWW-L	10	3.3	5.6	1.4	5.6	19	3.1
MWW	20	11	15	5.7	15	36	2.0

Figuur 2-8 Deeltjesgrootteverdeling van MWW-L en MWW.

2.4.2 S/L-scheiding versus deeltjesgrootte

Na S/L-scheiding van MWW-L is de deeltjesgrootteverdeling bepaald in het verkregen supernatant (Figuur 2-9 en data in Annex 2). Zoals op de foto zichtbaar geeft deze scheiding (uitgevoerd onder industriële procescondities) een redelijk helder supernatant en klein pellet. Mogelijk is de viscositeit van het niet-geconcentreerde MWW-L lager waardoor de S/L-scheiding in de centrifuge beter verloopt dan met MWW (paragraaf 2.3.2). Het gehalte aan onopgeloste droge stof (TSS) in dit supernatant bedraagt 7,6 g/kg en is daarmee aanzienlijk lager in vergelijking met het geconcentreerde MWW (25,1 g/kg). De verwijdering van deeltjes laat een verschuiving in de deeltjesgrootteverdeling zien (zie grafieken in Figuur 2-9). Vooral kleinere deeltjes (D50: 3 µm) resteren in het supernatant welke moeilijk zijn af te scheiden onder deze procescondities.

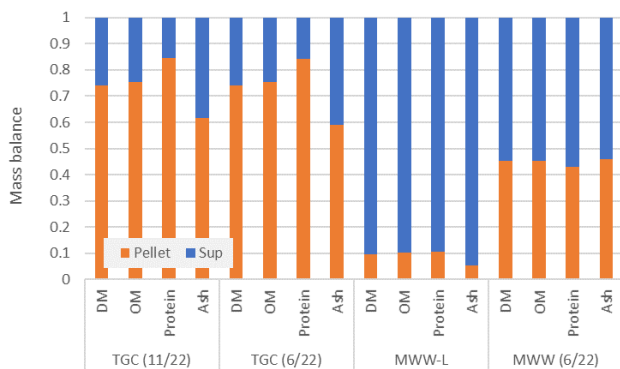


Figuur 2-9 Deeltjesgrootteverdeling in MWW-L en supernatant van MWW-L na S/L-scheiding. Foto rechts toont supernatant van MWW-L.

2.4.3 Massabalans en samenstelling fracties

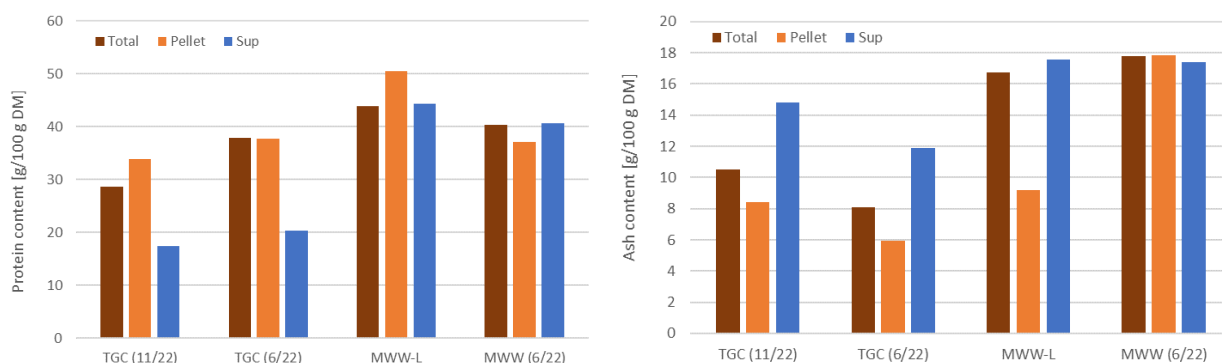
In Figuur 2-10 is de massabalans van droge stof, organische stof, eiwit en as over de verschillende fracties na S/L-scheiding grafisch weergegeven. De massabalans is op 100% gesteld uitgaande van de gemeten samenstelling van het startmateriaal. Voor TGC wordt een aanzienlijk deel (74-85%) van de droge stof, organische stof en eiwit afgescheiden met de vaste fractie (pellet). Het aandeel as in de vaste fractie is met 62% behoorlijk lager. Vergeleken met de eerste TGC batch leidt de S/L-scheiding van TGC bij herhaling tot vergelijkbare resultaten.

MWW-L (niet-geconcentreerd) geeft na S/L-scheiding een aanzienlijk kleiner pellet waardoor 90-95% van inhoudsstoffen in het supernatant terecht komt. Dit aandeel is aanzienlijk groter t.o.v. het geconcentreerde MWW waar ongeveer de helft van alle inhoudsstoffen wordt afgescheiden met de vaste fractie (welke naast vaste delen ook een aanzienlijk volume water met opgeloste inhoudsstoffen bevat). Het pellet van het MWW-L bevat een kleiner aandeel as.



Figuur 2-10 Massabalans van droge stof (DM), organische stof (OM), eiwit en as over de verschillende fracties na S/L-scheiding van co-producten. Ter vergelijking zijn de resultaten van de eerste TGC batch (6/22) en geconcentreerd MWW (6/22) ook weergegeven.

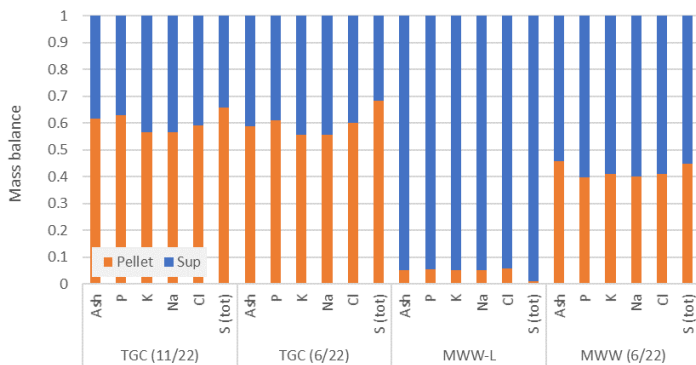
De samenstelling van de verkregen fracties (eiwitgehalte en asgehalte) is voor de verschillende co-producten weergegeven in Figuur 2-11. Voor zowel TGC als MWW-L is het eiwitgehalte in de productfractie (pellet) verhoogd t.o.v. het uitgangsmateriaal. Hierbij moet worden opgemerkt dat de productfractie voor MWW-L gering is (zoals ook aangegeven bij Figuur 2-10). Het asgehalte in de vaste fractie van TGC is iets verlaagd en is vergelijkbaar met de eerdere batch (6/22). Bij MWW-L is een sterk verlaagd zoutgehalte in het pellet gerealiseerd na S/L-scheiding, dit in tegenstelling tot het geconcentreerde MWW. De S/L-scheiding van MWW-L heeft geresulteerd in een compact pellet met een beperkte hoeveelheid vloeistof waardoor het zoutgehalte (met name in opgeloste vorm aanwezig) aanzienlijk is afgenomen; bij MWW geeft deze scheiding een volumineus pellet waarin meer vloeistof en dus zout aanwezig is.



Figuur 2-11 Eiwitgehalte (links) en asgehalte (rechts) in de verschillende fracties na S/L-scheiding van co-producten. Ter vergelijking zijn de resultaten van de eerste TGC batch (6/22) en geconcentreerd MWW (6/22) ook weergegeven.

In Figuur 2-12 is de massabalans van mineralen (P, K, Na en totaal S) en chloride over de verschillende fracties na S/L-scheiding grafisch weergegeven. Ter vergelijking is ook de massabalans van as weergegeven. De massabalansen zijn op 100% gesteld uitgaande van de gemeten samenstelling van het startmateriaal. Voor TGC is de verdeling van mineralen en chloride vergelijkbaar met die van as (57-66% afgescheiden met pellet) en geeft bij herhaling vergelijkbare resultaten.

Ook voor MWW-L is de verdeling van mineralen en chloride over de fracties vergelijkbaar met die van as. Zoals al eerder aangegeven is het aandeel van de vaste fase zeer beperkt door het kleine pellet na S/L-scheiding van MWW-L. Opvallend is de afwijkende verdeling van zwavel over pellet en vloeistoffase; de sterk afwijkende massabalansen duidt op een onbetrouwbaar analyseresultaat.

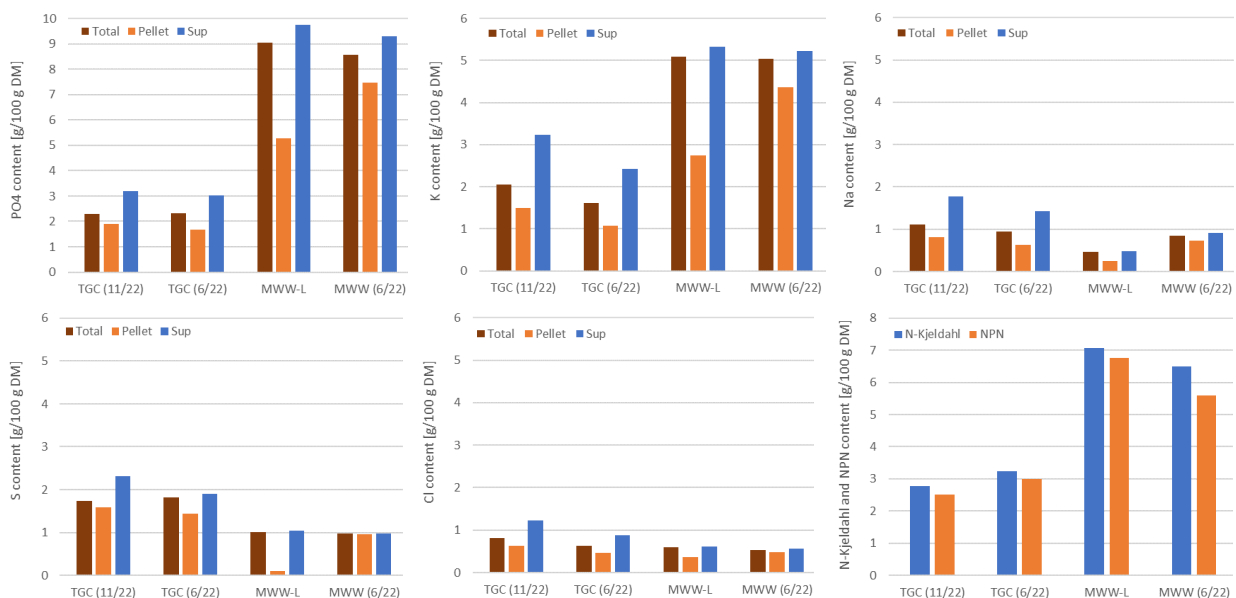


Figuur 2-12 Massabalans van mineralen en chloride over de verschillende fracties na S/L-scheiding van co-producten. Ter vergelijking zijn de resultaten van de eerste TGC batch (6/22) en geconcentreerd MWW (6/22) ook weergegeven.

De samenstelling van de verkregen fracties (mineralen en chloride) is voor TGC en MWW-L weergegeven in Figuur 2-13. Opvallende verschillen in minerale samenstelling tussen de co-producten zijn met name zichtbaar voor fosfaat (als fytaat in MWW-L aanwezig), kalium en zwavel (gedoseerd als zwavelzuur in TGC productieproces). Het totaal aan mineralen ($PO_4 + K + Na + SO_4$) en chloride in de supernatanten van TGC en MWW-L komt overeen met 97 tot 105% van het gemeten asgehalte.

De S/L-scheiding van TGC geeft bij herhaling vergelijkbare resultaten. Er zijn variaties in gehalten zichtbaar maar de trend is voor beide batches hetzelfde: een lager gehalte aan mineralen en zwavel in de vaste fractie na S/L-scheiding. Bij MWW-L is een sterk verlaagd gehalte van mineralen en chloride in het pellet gerealiseerd na S/L-scheiding, wat een direct gevolg is van het verkregen compacte pellet met weinig aanhangende vloeistof. Zoals al eerder vermeld is het bepaalde zwavelgehalte in de vaste fractie onwaarschijnlijk laag (mogelijk door onjuiste analyse).

In Figuur 2-13 is voor de supernatanten van TGC en MWW-L ook het gehalte stikstof weergegeven, uitgedrukt als Kjeldahl stikstof en als NPN (non-protein nitrogen). Hieruit kan worden afgeleid dat NPN het overgrote deel (90 tot 95%) vormt van de aanwezige Kjeldahl stikstof. Deze fractie bestaat mogelijk uit kleinere peptiden en aminozuren (welke bij de bepaling van NPN niet neerslaan met TCA).



Figuur 2-13 Gehalte mineralen (PO_4 , K, Na en totaal S) en chloride in de verschillende fracties na S/L-scheiding van co-producten. Gehalte stikstof (N-Kjeldahl en NPN) in de supernatant fracties na S/L-scheiding van co-producten. Ter vergelijking zijn de resultaten van de eerste TGC batch (6/22) en geconcentreerd MWW (6/22) ook weergegeven.

2.5 Samenstelling van vaste productfracties

De resultaten van de eerste batch TGC en MWW (zoals gepresenteerd in Figuur 2-5 en Figuur 2-7) en tweede batch TGC en MWW-L (Figuur 2-11 en Figuur 2-13) zijn samengevat in Tabel 2-3. In deze tabel is de samenstelling gegeven van de verschillende vaste fracties na S/L-scheiding van de geteste co-producten.

Uit deze resultaten volgt dat S/L-scheiding van TGC resulteert in een verlaging van het zoutgehalte en afzonderlijke mineralen en chloride. Een verdere verlaging van het zoutgehalte en verhoging van het eiwitgehalte kan worden bewerkstelligd na een extra wasstap van de vaste fractie. Voor MWW resulteert de slechte S/L-scheiding in geen of een beperkte verlaging (na extra wasstap) van het zoutgehalte; het niet-geconcentreerde MWW-L daarentegen kan wel effectief worden gescheiden in een vloeistoffractie en compact pellet met een verlaagd zoutgehalte en verhoogd eiwitgehalte.

Tabel 2-3 Samenstelling van uitgangsmateriaal en vaste fractie (pellet) na S/L-scheiding van verschillende co-producten.

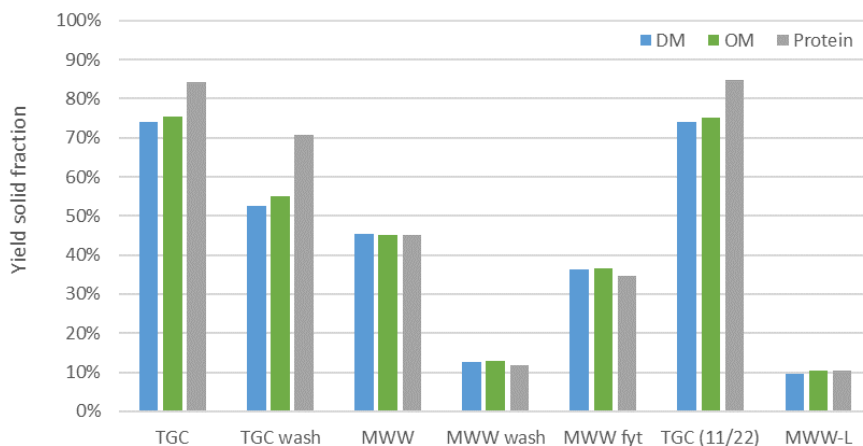
Fraction	Protein, ash & mineral composition [g/100 g DM]						
	Protein	Ash	P	K	Na	Cl	S (tot)
TGC - total	37.9	8.1	0.76	1.6	0.94	0.63	1.8
TGC - pellet	37.7	6.0	0.54	1.1	0.63	0.46	1.4
TGC - washed pellet	48.3	3.4	0.41	0.62	0.36	0.33	1.3
MWW - total	40.3	17.8	2.8	5.0	0.84	0.53	1.0
MWW - pellet	37.1	17.9	2.4	4.4	0.73	0.48	1.0
MWW - washed pellet	36.9	15.0	1.4	2.5	0.41	0.31	1.1
MWW+fyase - pellet	37.9	17.2	2.2	3.8	0.76	0.58	1.0
TGC - total (11/22)	28.6	10.5	0.75	2.1	1.1	0.82	1.7
TGC - pellet (11/22)	33.9	8.4	0.62	1.5	0.81	0.63	1.6
MWW-L - total	43.9	16.7	3.0	5.1	0.46	0.59	1.0
MWW-L - pellet	50.4	9.2	1.7	2.7	0.24	0.37	0.1

2.6 Conclusies en aanbevelingen

Een S/L-scheiding van TGC en MWW op industriële schaal (schotelcentrifuge) is gesimuleerd in een labschaal centrifuge met aangepaste procescondities. Voor de geteste co-producten kan het volgende worden geconcludeerd:

- Uit TGC kan effectief een vaste fractie worden verkregen met een verlaagd gehalte aan mineralen en chloride. Deze fractie omvat 74-85% van de droge stof, organische stof en eiwit aanwezig in het uitgangsmateriaal. Bij de tweede batch TGC is een verhoogd eiwitgehalte in de vaste fractie gerealiseerd na S/L-scheiding.
- Een verdere verlaging van het zoutgehalte en verhoging van het eiwitgehalte kan worden bewerkstelligd na een extra wasstap van de vaste fractie; dit echter gaat ten koste van een lagere opbrengst aan organische stof en eiwit in de vaste fractie.
- Geconcentreerd MWW is onvoldoende effectief te scheiden onder industriële condities vanwege de aanwezigheid van kleine deeltjes in MWW in combinatie met een hoge viscositeit. Dit heeft geresulteerd in een volumineus en slecht gecompacteerd pellet waarin veel vloeistof wordt vastgehouden.
- Een voorbehandeling van MWW met fytase heeft geresulteerd in een beperkte verlaging van het P-gehalte (10%) in de vaste fractie.
- Niet-geconcentreerd maisweekwater (MWW-L) kan effectief worden gescheiden in een compact pellet met een beperkte hoeveelheid aanhangende vloeistof. Dit heeft geresulteerd in een aanzienlijk kleinere vaste fractie (slechts 10% van oorspronkelijke droge stof, organische stof en eiwit) met een sterk verlaagd gehalte aan mineralen en chloride en verhoogd eiwitgehalte.
- De samenstelling van de verschillende vaste fracties van geteste co-producten (zoals weergegeven in Tabel 2-3) onderschrijft bovenstaande conclusies ten aanzien van verwijderde componenten na S/L-scheiding.

De resultaten van de massabalansen (zoals gepresenteerd in Figuur 2-4 en Figuur 2-10) zijn samengevat in Figuur 2-14 welke het effect toont van S/L-scheiding (en variaties hierop) op de opbrengst van droge stof, organische stof en eiwit (in vaste fractie) van de verschillende co-producten. Voor beide co-producten geldt dat de organische stof en eiwit in de vloeistoffase na S/L-scheiding niet verloren kan gaan maar zoveel mogelijk moet worden teruggewonnen. Door deze stap te combineren met verwijdering van aanwezige mineralen en chloride kan een nieuw product worden verkregen met een andere nutritionele samenstelling. Deze aanvullende processtap is verkend middels experimenten op labschaal (hoofdstuk 3) en procesberekeningen (hoofdstuk 4).



Figuur 2-14 Opbrengst (yield) van droge stof, organische stof en eiwit (in vaste fractie) na S/L-scheiding van verschillende co-producten.

3 Mineraalverwijdering met membranen

3.1 Inleiding

In dit onderdeel is onderzocht hoe de mineralenverwijdering met membranen op industriële schaal kan worden uitgevoerd (apparatuur, membraan en condities). De geselecteerde membranen welke op labschaal zijn getest, zijn leverbaar in uitvoeringsvormen (modules) welke op industriële schaal worden toegepast. Met deze testen zijn de membranen gekarakteriseerd t.a.v. het scheidend vermogen tussen macromoleculen en zouten en fosfaat. Hierbij heeft de focus gelegen op de mate waarin opgeloste componenten (aanwezig in de heldere vloeistoffractie na S/L-scheiding) door het membraan worden tegengehouden (z.g. retentie). Het fluxverloop in de tijd en mogelijke membraanvervuiling door (on)opgeloste componenten is sterk afhankelijk van de toegepaste membraanconfiguratie en procesvoering. Deze aspecten vereisen een grotere opstelling en grotere volumes voeding (testproducten); dit was geen onderdeel van het hier beschreven onderzoek.

De volgende activiteiten zijn uitgevoerd:

- Op basis van de resultaten van voorgaande fase (S/L-scheiding) is een geschikt membraanproces (UF en/of NF) bepaald en zijn membranen geselecteerd;
- Geselecteerde membranen zijn op kleine schaal experimenteel getest t.b.v. de bepaling van retentiefactoren van de hoofdcomponenten (DS, as, eiwit en specifieke mineralen). Voor deze testen is gebruik gemaakt van een geroerd drukvat waarin kleine monsters van 250 mL zijn verwerkt.
- Fracties van permeaat en retentaat⁴ van behandelde co-producten zijn geanalyseerd op verschillende parameters op basis waarvan het membraanproces is geëvalueerd. Bepaalde retentiefactoren zijn gebruikt als input voor het procesontwerp (hoofdstuk 4).

Een korte toelichting op membraanfiltratieprocessen is opgenomen in Annex 3 (principe en procesvoering van membraanfiltratie, membraantypen en modules, proces van concentreren en diafiltreren).

3.2 Materiaal en methoden

3.2.1 Materialen

Uit een assortiment van beschikbare membranen zijn twee verschillende typen geselecteerd (zie ook Tabel 3-1):

- NADIR UP010 P: een ultrafiltratie (UF) membraan met een poriegrootte (MWCO, *molecular weight cut-off*) van 10.000 Da en een naar verwachting zeer beperkte retentie van zouten (niet gespecificeerd);
- Synder NFG: een nanofiltratie (NF) membraan met een MWCO van 600-800 Da en een zoutretentie van 10% voor monovalente ionen (NaCl) en 50% voor divalente ionen (MgSO₄). Voor lactose (disacharide) is een retentie van 60% gespecificeerd.

Het UF-membraan zal naar verwachting vooral opgeloste stof met een hoger molecuulgewicht tegenhouden en tegelijkertijd zouten doorlaten. Met het NF-membraan kunnen ook laagmoleculaire componenten worden geconcentreerd; dit zal mogelijk gepaard gaan met een gedeeltelijke retentie van zouten.

⁴ Het permeaat is de vloeistoffractie welke door het membraan wordt doorgelaten. Deze stroom bevat naast water ook opgeloste stoffen (met name mineralen) en wordt aangegeven als zijstroom (in Figuur 1-1). Het retentaat is de fractie welke door het membraan wordt tegengehouden en bevat met name de opgeloste organische stof. Deze geconcentreerde stroom wordt met de vaste fractie van de S/L-scheiding gecombineerd tot een eindproduct met een verlaagd mineralengehalte.

Tabel 3-1 Overzicht van beschikbare UF-membranen (rood gearceerd) en NF-membranen (blauw gearceerd). Membranen geselecteerd voor de experimenten zijn omcirkeld.

Model	Material	pH*	Max temp [°C]	MWCO [Da]	Typical flux [L/m ² /hr]	Retention [%]			
						MgSO ₄	NaCl	Glucose	Lactose
KOCH SeIRO MPS-36		1-13	50	1,000	255		10	30	50
NADIR UP010 P	PES	0-14	--	10,000	200				
NADIR NP010	PES	0-14	--	1,000-1,200	200	35-75 [§]			
Synder XT	PES	2-10 2-11	55	1,000	--				
TRISEP UA60	PB	1-12	--	1,000	75-135	80	10		
KOCH SeIRO MPS-34		0-14	50	200	60		35	95	97 ^{&}
NADIR NP030	PES	0-14	--	500-600	40	80-95 [§]			
Synder NFG	PA-TFC	4-10 3-11	50	600-800	90-100	50	10		60
Synder NFX	PA-TFC	3-11 2-11	50	100-300	40-50	99	40		99
Synder NFS	PA-TFC	3-11 2-11	50	100-250	50-70	99.5	50		99.5
TRISEP TS40	PB	1-12	--	200-300	40-60	98.5	40		
TRISEP TS80	PA	1-12	45		40-45	99	80		

PB: piperazine-based

* Max pH range during operation | cleaning at ambient temperatures

[§] Retention for Na₂SO₄

[&] Retention for sucrose

3.2.2 Analyse- en meetmethoden

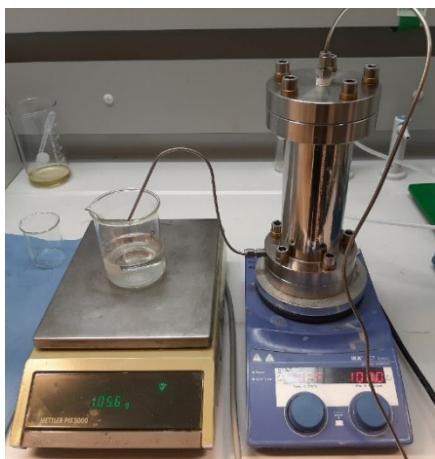
De volgende parameters zijn geanalyseerd in de verkregen fracties:

- Droge stof (DM)
- As (ash)
- Ruw eiwit (protein)
- NPN (non-protein nitrogen)
- Mineralen (K, Na, P, SO₄ en totaal S) en chloride

Genoemde parameters (met uitzondering van mineralen, chloride en NPN) zijn door WFBR bepaald volgens de methoden zoals beschreven in paragraaf 2.2.2. Mineralen, chloride en NPN zijn uitbesteed aan een extern laboratorium (NutriControl). Hierbij zijn de mineralen bepaald na destructie van het monster.

3.2.3 Experimentele methoden

De experimenten zijn uitgevoerd in een geroerd drukvat (Sterlitech HP4750) met onderin een membraan gemonteerd (zie Figuur 3-1). Het vat is aangesloten op een gascilinder met stikstof en via een reduceerventiel is de gewenste druk ingesteld. Via een dead-end filtratieproces is de voeding (testproduct) gesplitst in een permeaatfractie (vloeistof welke door het membraan is gedrukt) en een retentaatfractie (achtergebleven vloeistof). De hoeveelheid vrijkomend permeaat is over de tijd bepaald met een balans.



Parameter	Description
Membrane Size	47-49 mm diameter (1.93
Active Membrane Area	14.6 cm ² (2.26 in ²)
Processing Volume	300 mL
Hold-Up Volume	1 mL
Maximum Pressure	69 bar (1000 psig)
Maximum Temperature	121 °C (250 °F) at 55 bars

Figuur 3-1 Testopstelling voor batch membraanfiltratie.

De twee geselecteerde membranen zijn getest met de vloeistoffractie na S/L-scheiding van TGC en MWW-L (resultaten beschreven in paragraaf 2.4). Hierbij is een druk toegepast van 20 bar (UF) en 40 bar (NF). Voorafgaand aan deze testen zijn de vloeistoffracties verdund met water (1:2) t.b.v. verlaging van de osmotische druk.⁵ In elke test is 250 g voeding gescheiden in 105-125 g permeaat en 125-145 g retentaat.

Op basis van de experimentele resultaten zijn relevante parameters voor het membraanfiltratieproces berekend zoals samengevat in Tabel 3-2. De volumetrische concentratiefactor geeft aan met welke factor het vloeistofvolume van het monster (V_F) is afgenomen na membraanfiltratie waarbij een bepaalde hoeveelheid vloeistof door het membraan is doorgelaten. De retentie specificeert in hoeverre een bepaalde component door het membraan wordt tegengehouden. Voor een batchgewijs proces wordt de retentie berekend op basis van de concentratie van deze component in voeding (monster voor concentreren) en retentaat (resterend monster na concentreren) en de volumetrische concentratiefactor. De selectiviteit geeft aan in hoeverre twee componenten van elkaar kunnen worden gescheiden en wordt berekend met de retentiefactoren van beide componenten.

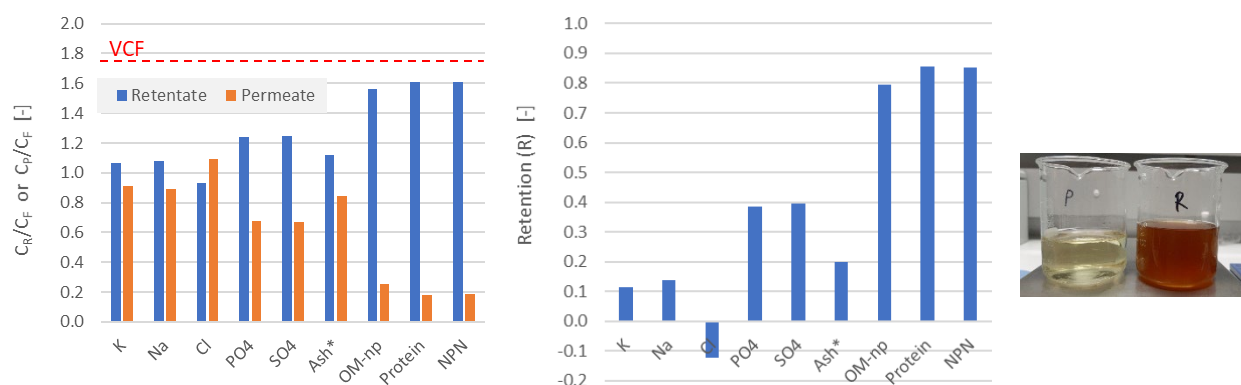
Tabel 3-2 Berekende procesparameters membraanfiltratie.

Volumetrische concentratiefactor (VCF, volumetric concentration factor)	$VCF = \frac{V_F}{V_R}$	Met V_F en V_R als volume van respectievelijk voeding (feed) en retentaat
Retentie (R, retention) berekend voor batch concentratieproces	$R_A = \frac{LN(C_R/C_F)}{LN(VCF)}$	Met C_R en C_F als concentratie van component A in respectievelijk retentaat en voeding (feed)
Selectiviteit (S, selectivity)	$S_{A/B} = \frac{1 - R_A}{1 - R_B}$	Met R_A en R_B als retentie van respectievelijk component A en B

3.3 Resultaten

3.3.1 Fractioneren van TGC

De concentratie van verschillende componenten in de retentaat- en permeaatfracties na ultrafiltratie van TGC is weergegeven in Figuur 3-2 (linker grafiek). De concentraties zijn gepresenteerd als relatieve concentratie t.o.v. de startconcentratie in de voeding. De componenten bestaan uit mineralen en chloride, een fractie zouten zonder fosfaat (aangeduid als Ash*), organische stof zonder eiwit (aangeduid als OM-np, non-protein organic matter), eiwit en NPN. In de rechter grafiek van Figuur 3-2 is de retentie voor genoemde componenten weergegeven, welke is berekend op basis van de gemeten concentraties.

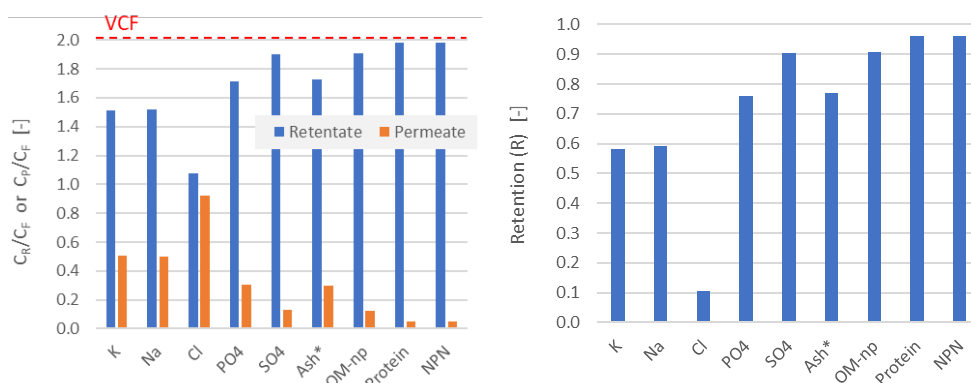


Figuur 3-2 Fractioneren van TGC over UF-membraan: concentratie van componenten in retentaat en permeaat relatief t.o.v. voedingsconcentratie (links) en berekende retentie (midden). Verkregen fracties permeaat (P) en retentaat (R) (rechts).

⁵ De osmotische druk van een oplossing is het gevolg van de aanwezigheid van opgeloste stoffen. Met name geladen componenten (zoals zouten) hebben een relatief grote bijdrage aan de osmotische druk. Wanneer de osmotische druk van een oplossing gelijk is aan de opgelegde druk over het membraan zal er geen water door het membraan gaan. In verkennende testen met onverdunde monsters werd onvoldoende flux verkregen in deze testopstelling.

Uit de linker grafiek in Figuur 3-2 volgt dat monovalente ionen (K en Na) nauwelijks worden tegengehouden door het UF-membraan: de concentratie in het retentaat is beperkt verhoogd t.o.v. de voeding terwijl de permeaatconcentratie bijna gelijk is aan de voedingsconcentratie. Voor chloride is een omgekeerd effect zichtbaar (verhoogde concentratie in permeaat en lager gehalte in retentaat).⁶ Dit resulteert voor K en Na in een beperkte retentie (zie rechter grafiek in Figuur 3-2); voor chloride is de retentie negatief. Bij de meerwaardige ionen (zoals fosfaat) wordt een hogere concentratie in retentaat en dus lagere concentratie in permeaat waargenomen en dientengevolge een hogere retentie (ongeveer 40%). Voor de componenten niet-eiwit organische stof, eiwit en NPN is dit effect nog aanmerkelijk groter en wordt een hoge retentie van 80-85% gevonden.

De concentratie van verschillende componenten in de retentaat- en permeaatfracties na nanofiltratie van TGC is weergegeven in Figuur 3-3 (linker grafiek); bijbehorende retentie is in de rechter grafiek gepresenteerd. Het nanofiltratiemembraan met een kleinere poriegrootte (en lagere MWCO van 600-800 Da) geeft hogere concentraties zouten in het retentaat en dientengevolge hogere retentiewaarden voor monovalente ionen (58-59%) en meerwaardige ionen (76% voor fosfaat). Opvallend is de aanzienlijk lagere retentie voor chloride, veroorzaakt door een verhoogde flux door het membraan t.b.v. behoud van elektroneutraliteit. De componenten niet-eiwit organische stof, eiwit en NPN worden bijna volledig tegengehouden: de concentratietoename in het retentaat is bijna gelijk aan de concentreringsfactor (VCF). Hieruit volgen retentiefactoren van 91 tot 96%.



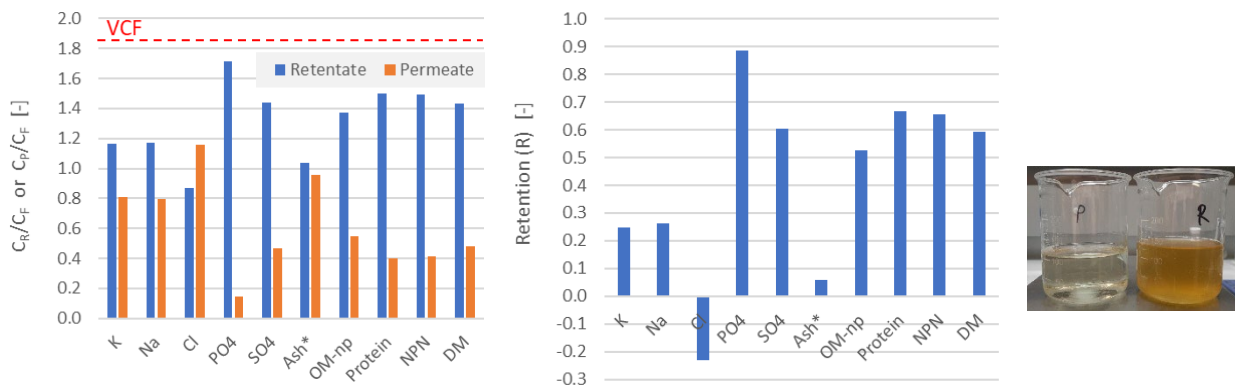
Figuur 3-3 Fractioneren van TGC over NF-membraan: concentratie van componenten in retentaat en permeaat relatief t.o.v. voedingsconcentratie (links) en berekende retentie (midden). Verkregen fracties permeaat (P) en retentaat (R) (rechts).

3.3.2 Fractioneren van MWW-L

De concentratie van verschillende componenten in de retentaat- en permeaatfracties na ultrafiltratie van MWW-L is weergegeven in Figuur 3-4 (linker grafiek). De concentraties zijn gepresenteerd als relatieve concentratie t.o.v. de startconcentratie in de voeding. In de rechter grafiek van Figuur 3-4 is de retentie voor genoemde componenten weergegeven, welke is berekend op basis van de gemeten concentraties.

Monovalente ionen (K en Na) worden beperkt tegengehouden door het UF-membraan wat volgt uit de licht verhoogde concentratie in het retentaat (t.o.v. de voeding) en verlaagde permeaatconcentratie (linker grafiek in Figuur 3-4). Net als bij TGC is ook voor chloride een omgekeerd effect zichtbaar (verhoogde concentratie in permeaat en lager gehalte in retentaat). Dit resulteert voor K en Na in een beperkte retentie van ongeveer 25%; voor chloride is de retentie negatief (zie rechter grafiek in Figuur 3-4). Voor fosfaat (als meerwaardige ion) wordt een onverwacht hoge concentratie in retentaat en lage concentratie in permeaat waargenomen en dientengevolge een hoge retentie van 89%. Bij het meerwaardige ion sulfaat is de concentratietoename in het retentaat en daarmee de retentie minder hoog (60%).

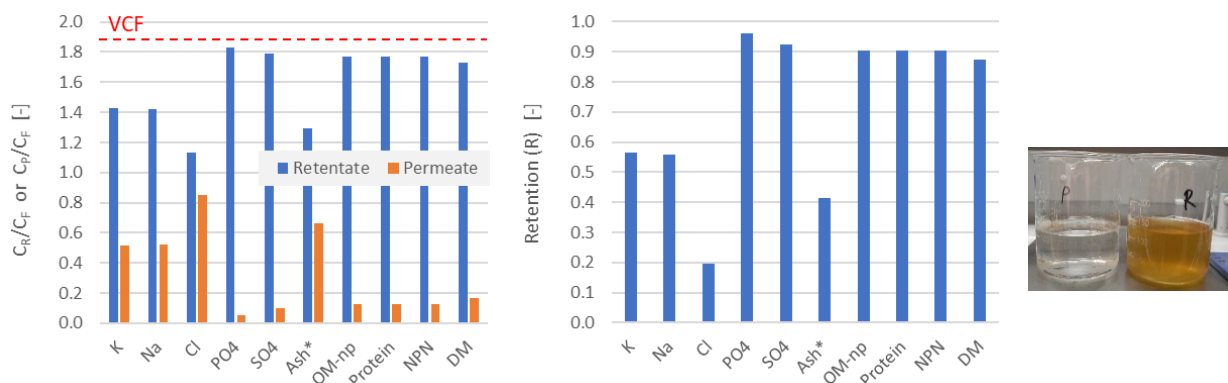
⁶ Het transport van kalium en natrium door het membraan gaat gepaard met een equivalente hoeveelheid tegenionen (chloride) zodat elektroneutraliteit aan beide zijden van het membraan wordt behouden. Afhankelijk van de verhouding tussen monovalente kationen en chloride kan het voorkomen dat chloride 'actief' over het membraan wordt getransporteerd met als gevolg een verhoogde concentratie in het permeaat en dientengevolge een negatieve retentie.



Figuur 3-4 Fractioneren van MWW-L over UF-membraan: concentratie van componenten in retentaat en permeaat relatief t.o.v. voedingsconcentratie (links) en berekende retentie (midden). Verkregen fracties permeaat (P) en retentaat (R) (rechts).

Voor de componenten niet-eiwit organische stof, eiwit en NPN is een retentie van 52-67% gevonden. In vergelijking met TGC wordt op dit UF-membraan voor MWW-L een hogere zoutretentie gevonden, met name voor fosfaat, terwijl de retentie van grotere componenten (zoals organische stof en eiwit) lager is. De waargenomen hoge retentiefactor voor fosfaat wordt mogelijk veroorzaakt door de aanwezigheid van organisch gebonden fosfor met een hoger molecuulgewicht en daardoor meer retentie.

De concentratie van verschillende componenten in de retentaat- en permeaatfracties na nanofiltratie van MWW-L is weergegeven in Figuur 3-5 (linker grafiek); bijbehorende retentie is in de rechter grafiek gepresenteerd. Het nanofiltratiemembraan met een kleinere poriegrootte (en lagere MWCO van 600-800 Da) geeft hogere concentraties zouten in het retentaat en dientengevolge hogere retentiewaarden voor monovalente ionen (56%). Voor chloride is de retentie aanzienlijk lager, veroorzaakt door een verhoogde flux door het membraan t.b.v. behoud van elektroneutraliteit. Opvallend is dat fosfaat en ook sulfaat bijna volledig worden tegengehouden: de concentratietoename in het retentaat is bijna gelijk aan de concentreringsfactor (VCF). Hieruit volgen retentiefactoren van respectievelijk 96 en 93%. Ook de componenten niet-eiwit organische stof, eiwit en NPN worden vergaand tegengehouden door het NF-membraan (retentie van 90-91%). In vergelijking met TGC wordt op dit NF-membraan voor MWW-L een vergelijkbare retentie van monovalente zouten gevonden; voor fosfaat is de retentie echter aanzienlijk hoger. Grotere componenten (zoals organische stof en eiwit) in MWW-L worden in vergelijking met TGC iets minder goed tegengehouden.



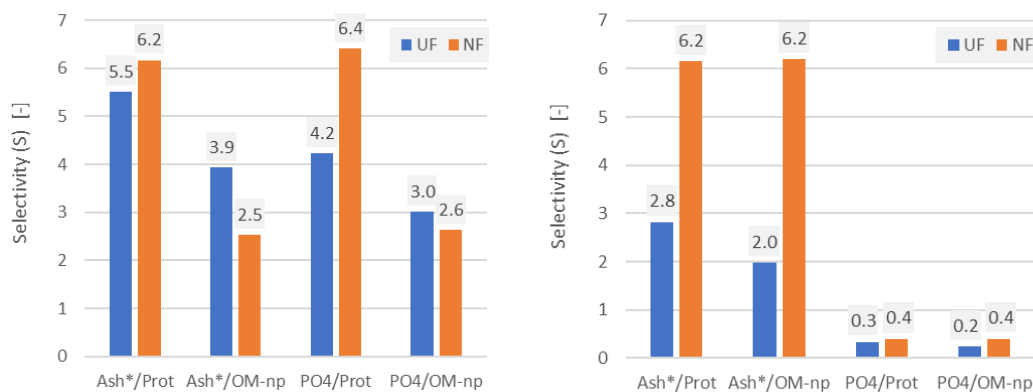
Figuur 3-5 Fractioneren van MWW-L over NF-membraan: concentratie van componenten in retentaat en permeaat relatief t.o.v. voedingsconcentratie (links) en berekende retentie (midden). Verkregen fracties permeaat (P) en retentaat (R) (rechts).

3.3.3 Membraanselectie op basis van selectiviteit

Het membraanfiltratieproces is gericht op het concentreren van de opgeloste organische stof en eiwit (hoge retentie) in combinatie met het verlagen van het gehalte aan zouten en specifiek fosfaat (lage retentie). Om de geteste membranen te kunnen beoordelen op scheidend vermogen is de zogenaamde selectiviteit (S)

berekend (zie ook paragraaf 3.2.3). De resultaten zijn grafisch weergegeven in Figuur 3-6 voor TGC (linker grafiek) en MWW-L (rechter grafiek). Dit is gedaan voor een scheiding tussen zouten zonder fosfaat (Ash*) en eiwit (Prot) en voor een scheiding tussen zouten zonder fosfaat en niet-eiwit organische stof (OM-np). Daarnaast is de selectiviteit berekend voor het scheiden van fosfaat (PO₄) van eiwit en niet-eiwit organische stof. Op deze manier kan de selectiviteit als volgt worden geïnterpreteerd:

- $S > 1$: zouten en P kunnen worden uitgespoeld terwijl eiwit en niet-eiwit organische stof worden geconcentreerd. Naarmate de selectiviteit hoger is werkt het membraanfiltratieproces beter (meer uitspoeling van zouten/P met minder verlies aan eiwit en organische stof).
- Bij $S < 1$ werkt het membraanfiltratieproces omgekeerd: zouten en P worden tegengehouden terwijl eiwit en niet-eiwit organische stof meer worden uitgespoeld. Op deze manier kunnen zouten en P niet worden gescheiden van een geconcentreerde fractie eiwit en organische stof.



Figuur 3-6 Selectiviteit van UF- en NF-membraan bepaald voor TGC (links) en MWW-L (rechts).

Uit Figuur 3-6 (linker grafiek) volgt dat zowel UF als NF geschikt kunnen zijn voor de verwijdering van zouten en fosfaat uit de vloeistoffractie van TGC (na S/L-scheiding). Ultrafiltratie is beter geschikt voor het scheiden van zouten/P van de niet-eiwit organische stof, terwijl met nanofiltratie de hoogste selectiviteit wordt verkregen voor de scheiding tussen zouten/P en eiwit. De keuze zal dus afhangen van de gewenste opbrengst van eiwit versus organische stof.

De selectiviteit voor MWW-L (rechter grafiek in Figuur 3-6) laat een opvallend ander beeld zien. Zouten kunnen worden gescheiden van eiwit en niet-eiwit organische stof met zowel UF als NF, waarbij NF het meest geschikte membraan is. Door de zeer hoge retentie van fosfaat op beide membranen kan deze component niet worden uitgespoeld in combinatie met een concentrering van eiwit en organische stof.

3.4 Conclusies en aanbevelingen

Membraanfiltratie is experimenteel beoordeeld op toepasbaarheid als proces voor concentrering van organische stof en eiwit (hoge retentie) in combinatie met het verlagen van het zout- en fosfaatgehalte (lage retentie). Voor de geteste membranen en co-producten kan het volgende worden geconcludeerd:

- Membraanfiltratie is geschikt om mineralen (zouten en fosfaat) te scheiden van opgeloste organische stof en eiwit voor zowel TGC als MWW-L.
- Op basis van berekende retentiefactoren en selectiviteit (Figuur 3-6) kan worden geconcludeerd dat zowel UF als NF geschikt zijn voor verwijdering van zouten en fosfaat uit TGC. De uiteindelijke keuze wordt bepaald door gewenste opbrengst van eiwit versus organische stof.
- NF is meest geschikt voor verwijdering van zouten uit MWW-L. Met de geteste UF/NF-membranen kan fosfaat niet worden uitgespoeld in combinatie met behoud van eiwit en organische stof.
- Verdunning van TGC en MWW-L met water (1:2) was noodzakelijk om voldoende waterflux te realiseren tijdens concentrering van de monsters in de experimentele setup (veroorzaakt door hoge osmotische druk vanwege hoge concentratie zouten en OM).
- Op industriële schaal (met een andere procesconfiguratie en procesvoering) wordt membraanfiltratie van TGC en MWW-L als haalbaar beoordeeld en is een verdunning wellicht niet nodig:

-
- Procesconfiguratie in te richten als crossflow filtratieproces wat in de praktijk resulteert in minder membraanvervuiling en daardoor een hogere flux.
 - Proces uit te voeren als continue diafiltratieproces (verlaging zoutgehalte en osmotische druk) gevolgd door een concentratiestap.
 - Voor de geteste membranen en co-producten is het fluxverloop en membraanvervuiling in de tijd onbekend (out-of-scope). Crossflow filtratietesten op pilot-schaal kunnen meer inzicht geven in deze procesparameters. Voor het procesontwerp (hoofdstuk 4) is uitgegaan van gangbare fluxen (industriële schaal).

4 Economische evaluatie van het proces

4.1 Inleiding

Voor een economische evaluatie van het procesconcept moeten kosten en baten in kaart worden gebracht. De kosten (bestaande uit investeringen en operationele kosten) zijn uitgedrukt als productiekosten (EUR/ton verwerkt co-product) en zijn ingeschat door WFBR, in samenspraak met Bonda (eindgebruiker). De baten (opbrengst van zowel het ontzoutte product als mineraalrijke nevenfractie) zullen afhankelijk zijn van de nutritionele waarde van de producten. Deze nutritionele waarde en potentiële opbrengsten waren geen onderdeel van het voorliggende project en kunnen in een later stadium worden vastgesteld.

Voor het inschatten van investeringen en productiekosten zijn de volgende activiteiten uitgevoerd:

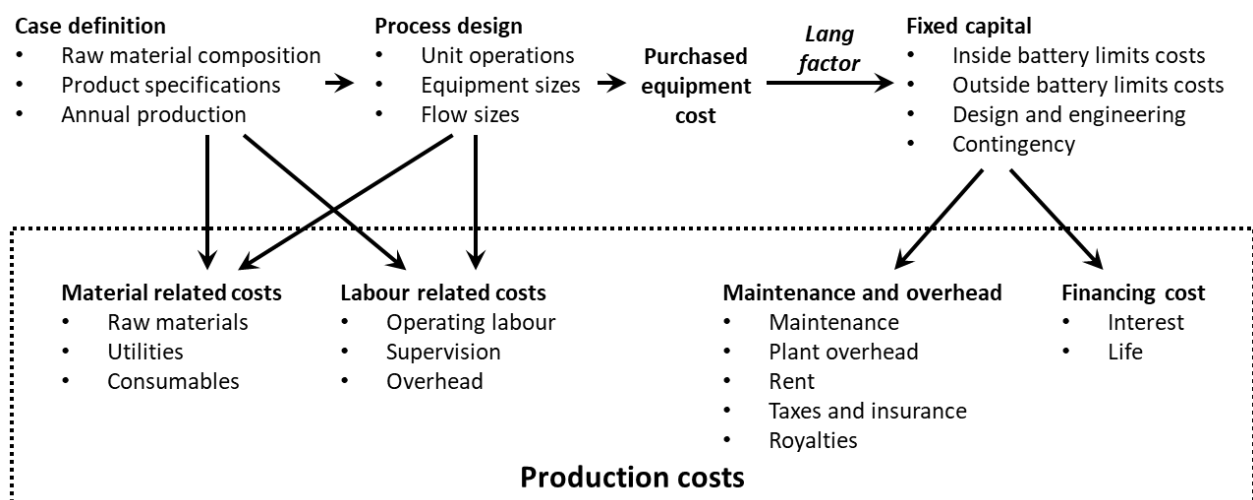
- Procesconcept (flowchart) is opgesteld voor de co-producten TGC en MWW-L;
- Massabalansen zijn doorerekend over het proces inclusief samenstelling van de productfracties;
- Een globale schatting is gemaakt van de investeringskosten en productiekosten.

4.2 Methoden

Procesconcepten voor het ontzouten van de co-producten TGC en MWW-L zijn ontwikkeld op basis van experimentele resultaten zoals beschreven in hoofdstuk 2 en 3. Voor elk concept is een flowdiagram opgesteld en zijn procesmodellen gebruikt om de massabalansen door te rekenen. Hierbij is gebruik gemaakt van het softwarepakket SuperPro Designer. De massabalansen is gebaseerd op een productiecapaciteit van 10 kton DM input en 8000 productie-uren per jaar. Voor de massabalansberekeningen zijn de co-producten gekarakteriseerd op basis van de volgende parameters:

- Droge stof (DW)
- Eiwit (Protein)
- Organische stof exclusief eiwit (OM - Protein)
- Fosfaat (PO4)
- Zouten exclusief fosfaat (Ash - PO4)

Voor beide procesconcepten is een globale schatting gemaakt van investeringskosten en productiekosten. Hierbij is gebruik gemaakt van de methode zoals schematisch is weergegeven in Figuur 4-1. Een verdere toelichting op de gevolgde aanpak is opgenomen in Annex 4. In deze bijlage zijn tevens de uitgangspunten en inputdata vermeld.



Figuur 4-1 Methode voor berekening van investeringskosten en productiekosten.

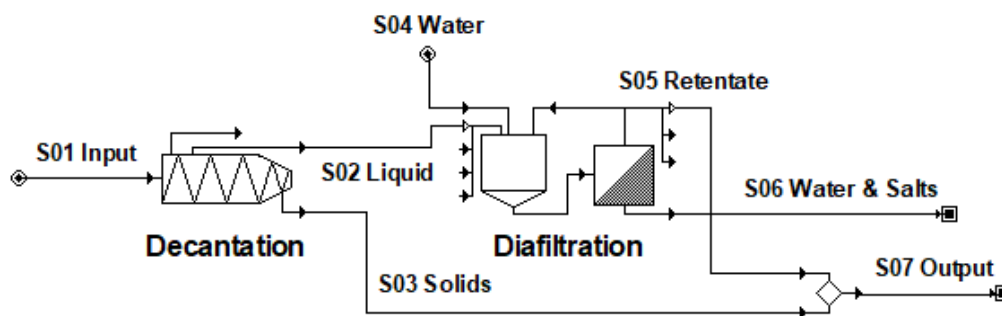
4.3 Resultaten

4.3.1 Procesconcept en scenario's

Het procesconcept voor het ontzouten van co-producten is weergegeven in Figuur 4-2. Het proces bestaat uit de volgende stappen:

- S/L-scheiding middels een decantercentrifuge;
- Membraanfiltratie (concentreren + diafiltreren) middels ultra- of nanofiltratie.

In de eerste stap (*Decantation* in Figuur 4-2) worden de co-producten (*S01*) gescheiden in een vaste fractie (*S03*) en een vloeistoffractie (*S02*). Zoals uit de experimentele resultaten is gebleken bevat deze vaste fractie een lager gehalte aan mineralen. De vloeistoffractie wordt vervolgens in de tweede processtap (*Diafiltration*) geconcentreerd en gewassen met water (*S04*). Dit resulteert in een fractie geconcentreerde organische stof met een verlaagd zoutgehalte (*S05*) en een fractie zouten en water (*S06*). De vaste fractie en ontzoutte opgeloste fractie worden tot slot samengevoegd tot een eindproduct (*S07*).



Figuur 4-2 Procesconcept voor ontzouten van co-producten.

Volgens bovenbeschreven procesconcept zijn de volgende scenario's doorgerekend:

- Ontzouten van TGC middels S/L-scheiding gevolgd door ultrafiltratie van de vloeistoffractie;
- Ontzouten van niet-geconcentreerde TGC (aangegeven als TGC (nc)) middels S/L-scheiding gevolgd door ultrafiltratie van de vloeistoffractie. Het verwerken van niet-geconcentreerde TGC kan worden beschouwd als een alternatief voor het wassen van de vaste fractie (pellet was);
- Ontzouten van MWW-L middels S/L-scheiding gevolgd door nanofiltratie van de vloeistoffractie.

Ultrafiltratie (UF) is ingezet bij het ontzouten van TGC en niet-geconcentreerde TGC (TGC (nc)); dit membraan combineert een hoge retentie van eiwit en organische stof met een beperkte retentie van zouten. Voor het ontzouten van MWW-L is gekozen voor nanofiltratie (NF) omdat dit membraan een hoge retentie heeft voor eiwit en organische stof en tegelijkertijd voldoende zouten kan doorlaten. Met zowel UF als NF kan fosfor in MWW-L niet uit de vloeistoffractie worden verwijderd (in combinatie met behoud van eiwit en organische stof) vanwege de hoge retentiefactor voor beide membranen. Gehanteerde uitgangspunten en aannames t.a.v. procescondities zijn samengevat in Annex 5.

4.3.2 Massabalansberekeningen

Samenstelling van productfracties

Het resultaat van de massabalansberekeningen is samengevat in Tabel 4-1. Hierin is de omvang en samenstelling gegeven van de ingaande co-producten (*Raw material*), de ontzoutte productfractie (*Main product*) en zijstroom (*Byproduct*). De volledige massabalans (inclusief samenstelling van alle processtromen uit het flowdiagram) is opgenomen in Annex 6.

Het eiwitgehalte en gehalte aan organische stof (exclusief eiwit) in de productfractie (*Main product*) is bij nagenoeg alle co-producten verhoogd (uitgezonderd OM in TGC). Dit grotere aandeel is het gevolg van voldoende retentie van deze componenten in het UF/NF-proces waar fosfaat en zouten ten dele zijn verwijderd middels diafiltratie.

Tabel 4-1 Omvang en samenstelling van co-producten en fracties (fresh weight (FW) en dry weight (DW) basis na S/L-scheiding en ultra- of nanofiltratie van vloeistoffractie).

	Raw material			Main product			Byproduct		
	TGC	TGC (nc)	MWW	TGC	TGC (nc)	MWW	TGC	TGC (nc)	MWW
Input/output [ton FW/h]	5.4	10.4	6.7	4.0	4.0	4.6	7.6	9.6	20.7
Input/output [kton FW/y]	43.0	83.3	53.8	31.9	32.3	36.9	60.5	77.0	165.3
Input/output [kton DW/y]	10.0	10.0	10.0	8.4	7.7	7.2	1.6	2.3	2.8
Dry weight [%]	23.2%	12.0%	18.6%	26.4%	23.8%	19.5%	2.6%	3.0%	1.7%
Protein [% of DW]	28.6%	28.6%	43.9%	31.7%	33.8%	45.3%	12.4%	11.1%	40.3%
OM - Protein [% of DW]	60.9%	60.9%	39.4%	60.4%	61.5%	41.8%	63.5%	58.9%	33.4%
PO4 [% of DW]	2.3%	2.3%	9.1%	1.8%	1.5%	11.1%	4.9%	5.0%	3.9%
Ash - PO4 [% of DW]	8.2%	8.2%	7.7%	6.1%	3.2%	1.9%	19.2%	25.0%	22.4%

Het fosfaatgehalte is in de beide productfracties van TGC met 22-34% afgenomen; voor MWW-L heeft het proces geresulteerd in een toename van het fosfaatgehalte. Deze toename is veroorzaakt door het membraanfiltratieproces waarin middels diafiltratie zouten zijn uitgespoeld en tegelijkertijd fosfaat wordt geconcentreerd vanwege de hoge retentie en ongunstige selectiviteit (zie ook paragraaf 3.3.3). Het zoutgehalte is in alle productfracties verlaagd, waarbij de hoogste reductie is gerealiseerd bij de niet-geconcentreerde co-producten TGC (nc) en MWW-L. Door de lagere concentratie (opgeloste) zouten in de vloeistoffase wordt bij de S/L-scheiding een vaste fractie verkregen met een sterk verlaagd zoutgehalte, wat resulteert in een uiteindelijke productfractie met minder zouten (zie ook Annex 6). Het verwerken van niet-geconcentreerde co-producten blijkt een effectieve procesvoering te zijn welke een extra wasstap van de vaste fractie overbodig maakt.

In Tabel 4-1 is voor de co-producten ook de samenstelling van de zijstroom (*Byproduct*) opgenomen. Zoals verwacht is deze verdunde zijstroom verrijkt in mineralen (zouten en fosfaat) en bevat een verlaagd gehalte aan eiwit en organische stof. In vergelijking met TGC bevat de zijstroom van MWW-L nog relatief veel eiwit en minder fosfaat wat is veroorzaakt door de ongunstige retentiefactoren voor het toegepaste NF-membraan.

Opbrengst en verwijdering

Voor de verschillende co-producten is in Tabel 4-2 aangegeven wat de opbrengst (*Yield*) is aan productfractie, uitgedrukt als aandeel van de ingaande hoeveelheid droge stof, eiwit en organische stof (exclusief eiwit). Tevens is vermeld hoeveel fosfaat en zouten (exclusief fosfaat) zijn verwijderd (*Removal*) uit de productfractie t.o.v. de ingaande hoeveelheid.

Tabel 4-2 Opbrengst en verwijdering van componenten voor productfracties van co-producten.

	Main product		
	TGC	TGC (nc)	MWW-L
Yield			
- DM	84%	77%	72%
- Protein	93%	91%	74%
- OM - Protein	83%	78%	76%
Removal			
- PO4	34%	49%	12%
- Ash - PO4	37%	70%	82%

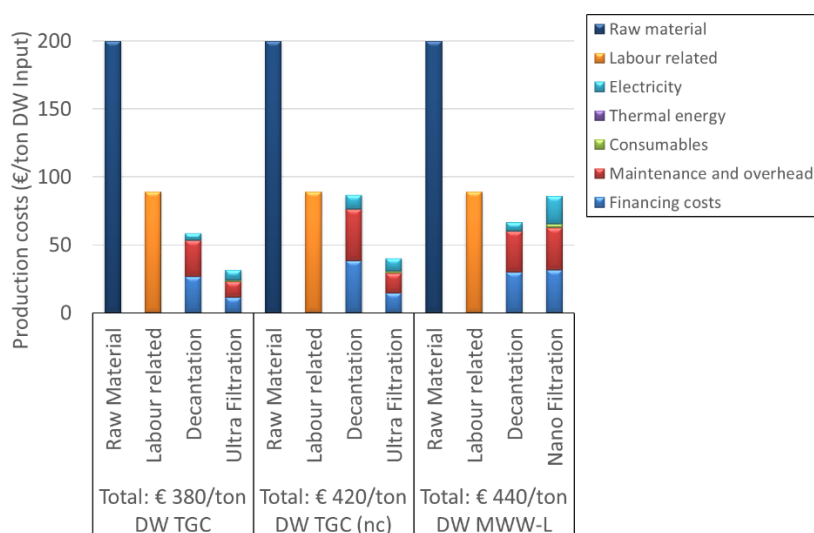
Voor TGC bedraagt de opbrengst aan eiwit en organische stof (exclusief eiwit) respectievelijk 93 en 83% wanneer ruim een derde deel van het fosfaat en overige zouten wordt verwijderd. Voor het niet-geconcentreerde TGC zijn aanzienlijk meer fosfaat en zouten verwijderd (49 en 70%) terwijl de opbrengst aan eiwit en organische stof slechts beperkt is afgenomen. Dit biedt ruimte om de verliezen aan eiwit en organische stof (met de zijstroom) te verminderen in combinatie met een lagere verwijderingsgraad van fosfaat en zouten. MWW-L geeft de laagste opbrengst aan eiwit en organische stof (74 en 76%) terwijl 82% van de zouten (exclusief fosfaat) is verwijderd. Zoals al eerder genoemd is de verwijdering van fosfaat beperkt vanwege de ongunstige retentiefactor. Net als bij het niet-geconcentreerde TGC kan ook bij MWW-L de opbrengst aan eiwit en organische stof nog worden verbeterd ten koste van een lagere zoutverwijdering.

4.3.3 Investeringskosten en productiekosten

Voor de drie scenario's is op basis van het procesontwerp een globale schatting gemaakt van de investeringskosten en productiekosten. Een samenvatting van deze kosten is gepresenteerd in Tabel 4-3; kosten voor aangeschafte apparatuur (*Purchased equipment costs*) en totale investeringskosten (*Fixed capital*) zijn weergegeven in miljoenen euro's, productiekosten (*Production costs*) zijn uitgedrukt in euro per ton verwerkte drogestof. Gedetailleerde informatie m.b.t. de uitgangspunten en berekende kosten is in Annex 7 opgenomen. Figuur 4-3 toont grafisch de opbouw van de productiekosten voor het ontzouten van de drie co-producten.

Tabel 4-3 Overzicht van investerings- en productiekosten voor ontzouten van co-producten.

	TGC	TGC (nc)	MWW-L
Purchased equipment costs [M€]	0.7	1.0	1.2
- Decanter	0.5	0.7	0.6
- Ultra/Nanofiltration	0.2	0.3	0.6
Fixed capital [M€]	3.8	5.3	6.1
Production costs [€/ton DW input]	380	420	440



Figuur 4-3 Opbouw van productiekosten voor ontzouten van co-producten.

Uit Tabel 4-3 volgt dat de laagste investeringskosten (*Fixed capital*) zijn berekend voor het ontzouten van (geconcentreerd) TGC. Voor de verwerking van niet-geconcentreerde TGC (nc) is een grotere (volumetrische) verwerkingscapaciteit vereist voor zowel de S/L-scheiding als de ultrafiltratie wat resulteert in hogere investeringskosten; bovendien is de zoutverwijdering aanzienlijk hoger (Tabel 4-2). Hetzelfde geldt voor het niet-geconcentreerde MWW-L waarbij tevens in vergelijking een groter nanofiltratieproces (hogere zoutverwijdering van 82%) is toegepast. Voor beide niet-geconcentreerde co-producten zullen de membraangerelateerde investeringskosten lager zijn wanneer een lagere ontzoutingsgraad wordt toegepast (zie ook paragraaf 4.3.2).

De productiekosten voor de co-producten zijn ingeschat op €380-440 per ton verwerkte DM. Uit de opbouw van deze productiekosten (Figuur 4-3) volgt dat ongeveer de helft is toe te schrijven aan kosten voor de ingaande co-producten (*Raw material*). Hierbij is voor alle co-producten een kostprijs aangenomen van €200 per ton DM. Hierbij moet worden opgemerkt dat de kostprijs voor de niet-geconcentreerde co-producten TGC (nc) en MWW-L waarschijnlijk lager zal zijn (geen kosten voor indamping, wel hogere transportkosten).

4.4 Conclusies en aanbevelingen

Voor drie scenario's (ontzouten van TGC, niet-geconcentreerde TGC (TGC (nc)) en MWW-L) is een procesconcept ontwikkeld bestaande uit een S/L-scheiding (decanter) gevolgd door een gecombineerde concentrerings- en ontzoutingsstap (UF en NF). De verwerking van de niet-geconcentreerde co-producten TGC (nc) en MWW-L dient bij voorkeur te worden uitgevoerd op de productielocatie waar deze stromen vrijkomen; hiermee kunnen de transportkosten worden gereduceerd. De massabalans over het procesconcept is voor deze scenario's doorgerekend en heeft de volgende inzichten opgeleverd:

- Het zoutgehalte is in alle productfracties verlaagd, waarbij het grootste aandeel is verwijderd in de S/L-scheiding van de niet-geconcentreerde co-producten TGC (nc) en MWW-L. Het verwerken van deze co-producten blijkt een effectieve procesvoering welke een extra wasstap van de vaste fractie overbodig maakt;
- Het fosfaatgehalte is in beide productfracties van TGC afgenomen. Voor MWW-L kan het fosfaatgehalte niet worden verlaagd middels membraanfiltratie vanwege de hoge retentie en ongunstige selectiviteit.
- Naast een productfractie wordt ook een verdunde zijstroom gevormd welke verrijkt is in mineralen en een verlaagd gehalte aan eiwit en organische stof bevat. De zijstroom van MWW-L bevat in vergelijking met die van TGC nog relatief veel eiwit en minder fosfaat (veroorzaakt door ongunstige retentiefactoren);
- De productfractie van TGC bevat 93 en 83% van de oorspronkelijke hoeveelheid eiwit en organische stof terwijl ruim een derde deel van het fosfaat en overige zouten zijn verwijderd. Bij de niet-geconcentreerde co-producten TGC (nc) en MWW-L is een aanzienlijk groter aandeel mineralen onttrokken bij een lagere opbrengst aan eiwit en organische stof. Bij deze co-producten kan de opbrengst aan eiwit en organische stof nog worden verbeterd ten koste van een lagere zoutverwijdering.

Voor het procesconcept van de drie co-producten is een globale schatting gemaakt van investeringskosten en productiekosten:

- Laagste investeringskosten zijn berekend voor het ontzouten van TGC. De verwerking van de niet-geconcentreerde co-producten vereist een grotere (volumetrische) verwerkingscapaciteit wat resulteert in hogere investeringskosten;
- De productiekosten voor TGC zijn ingeschat op €380 per ton verwerkte DM. Voor de niet-geconcentreerde co-producten TGC (nc) en MWW-L bedragen deze kosten €420 en €440 per ton verwerkte DM. Ongeveer de helft van deze productiekosten bestaat uit grondstofkosten (bij een aangenomen kostprijs van €200 per ton DM). Verwachting is dat de kostprijs voor de niet-geconcentreerde co-producten lager kunnen uitvallen (geen kosten voor indamping).

Voor een economische evaluatie van het procesconcept moeten naast de kosten ook de baten in kaart worden gebracht. De baten (opbrengst van zowel het ontzoutte product als mineraalrijke nevenfractie) zijn onder meer afhankelijk van de nutritionele waarde van de producten. Deze nutritionele waarde en potentiële opbrengsten zullen nog vastgesteld moeten worden om het procesconcept te kunnen beoordelen op economische haalbaarheid. Deze evaluatie is geen onderdeel geweest van het voorliggende project.

5 Conclusies en aanbevelingen

Binnen dit project is een procesconcept ontwikkeld waarmee de nutritionele waarde van co-producten voor gebruik in diervoeder kan worden verhoogd middels het verwijderen van mineralen. Dit procesconcept bestaat uit twee opvolgende stappen: afscheiding van vaste delen (S/L-scheiding) gevolgd door verdere ontzouting van de vloeistoffase en terugwinning van opgeloste organische droge stof hieruit middels membraanfiltratie.

S/L-scheiding van verschillende co-producten op industriële schaal (schotelcentrifuge) is succesvol gesimuleerd in een labschaal centrifuge met aangepaste procescondities:

- Uit TGC kan effectief een vaste fractie worden verkregen met 74-85% van de oorspronkelijke droge stof, organische stof en eiwit en met een verlaagd gehalte aan mineralen. Met een extra wasstap van de vaste fractie kan het zoutgehalte verder worden verlaagd, echter ten koste van een lagere opbrengst aan organische stof.
- Niet-geconcentreerd maisweekwater (MWW-L) kan worden gescheiden in een heldere vloeistoffractie en een kleine vaste fractie (slechts 10% van oorspronkelijke droge stof, organische stof en eiwit) met een sterk verlaagd gehalte aan mineralen. Onder industriële condities is geconcentreerd (ingedampt) MWW onvoldoende effectief te scheiden, waarschijnlijk vanwege een te hoge viscositeit.
- Een extra voorbehandeling van MWW met fytase heeft geresulteerd in een beperkte verlaging van het P-gehalte (10%) wat als onvoldoende effectief kan worden beschouwd.

Membraanfiltratie is positief beoordeeld op toepasbaarheid als proces voor concentrering van organische stof en eiwit (hoge retentie) in combinatie met een verlaging van het mineralengehalte (lage retentie):

- Zowel UF als NF zijn geschikt voor terugwinning van organische stof en eiwit en gelijktijdige verwijdering van zouten en fosfaat uit TGC. De keuze zal worden bepaald door gewenste recovery van eiwit versus organische stof.
- Met de geteste UF/NF-membranen kan fosfaat niet worden uitgespoeld in combinatie met behoud van eiwit en organische stof (onvoldoende selectiviteit); NF is het meest geschikt voor verwijdering van zouten uit MWW-L. Aanbevolen wordt om andere membranen te screenen t.a.v. scheidend vermogen, bij voorkeur in een testopstelling waarin crossflow procescondities kunnen worden aangelegd.
- Voor de geteste membranen en co-producten is het fluxverloop en membraanvervuiling in de tijd onbekend (out-of-scope). Crossflow filtratietesten op pilot-schaal worden aanbevolen om meer inzicht te krijgen in deze relevante procesparameters.

Voor drie scenario's (ontzouten van TGC, niet-geconcentreerde TGC en MWW-L) is een procesconcept ontwikkeld bestaande uit een S/L-scheiding (decanter) gevolgd door een gecombineerde concentrerings- en ontzoutingsstap (UF en NF). De verwerking van de niet-geconcentreerde co-producten TGC (nc) en MWW-L dient bij voorkeur te worden uitgevoerd op de productielocatie waar deze stromen vrijkomen; hiermee kunnen de transportkosten worden gereduceerd. De massabalans over dit procesconcept heeft de volgende inzichten opgeleverd:

- Het zoutgehalte is in alle productfracties verlaagd, waarbij het grootste aandeel is verwijderd in de S/L-scheiding van de niet-geconcentreerde co-producten TGC (nc) en MWW-L. Het verwerken van deze co-producten blijkt een effectieve procesvoering welke een extra wasstap van de vaste fractie overbodig maakt.
- Het fosfaatgehalte is in beide productfracties van TGC afgenomen. Voor MWW-L kan het fosfaatgehalte niet worden verlaagd met het geteste membraan (vanwege de hoge retentie en ongunstige selectiviteit).
- Naast een productfractie wordt ook een verdunde zijstroom gevormd welke verrijkt is in mineralen en een verlaagd gehalte aan eiwit en organische stof bevat.

Voor de drie scenario's is een globale schatting gemaakt van investeringskosten en productiekosten:

- Laagste investeringskosten zijn berekend voor het ontzouten van TGC. De verwerking van de niet-geconcentreerde co-producten vereist een grotere (volumetrische) verwerkingscapaciteit wat resulteert in hogere investeringskosten.

-
- De productiekosten voor de drie co-producten zijn ingeschat op €380 tot €440 per ton verwerkte DM, waarbij ongeveer de helft bestaat uit grondstofkosten (bij een aangenomen kostprijs van €200 per ton DM). Verwachting is dat de kostprijs voor de niet-geconcentreerde co-producten lager kunnen uitvallen (geen kosten voor indamping).

Voor een economische evaluatie van het procesconcept moeten naast de kosten ook de baten in kaart worden gebracht. De baten (opbrengst van zowel het ontzoutte product als mineraalrijke nevenfractie) zijn onder meer afhankelijk van de nutritionele waarde van de producten. Aanbevolen wordt om deze nutritionele waarde en potentiële opbrengsten nader vast te stellen zodat het procesconcept kan worden beoordeeld op economische haalbaarheid.

Literatuur

Bradstreet RB. 1954. Kjeldahl method for organic nitrogen. *Analytical Chemistry*, 26(1): 185-187.

Hull SR and Montgomery R. 1995. myo-Inositol phosphates in corn steep water. *J. Agric. Food Chem.*, 43(6): 1516–1523. <https://doi.org/10.1021/jf00054a019>.

Malvern. 2015. A basic guide to particle characterization (whitepaper).

Annex 1 Verkennd onderzoek 2021

Demineralisation of co-products

PPS "Circulaire bio-economie" - Waardevermeerdering co-producten uit humane voeding

8 November 2021, Floor Boon, Nicole Engelen-Smit, Ronald Vroon, Paul Bussmann & Raymond Creusen



Samples Bonda

- | | |
|--------------------|---|
| ▪ BO21NE 001 / 002 | Ontsuikerd weipermeaat (WP) |
| ▪ BO21NE 003 | Tarwegistconcentraat – Alcomix (TGC_Alco) |
| ▪ BO21NE 004 / 005 | Tarwegistconcentraat – Protiwanze (TGC_Proti) |
| ▪ BO21NE 006 / 007 | Mais weekwater { <i>Corn steep liquor</i> } (MWW) |
| ▪ BO21NE 008 / 009 | Bierborstel – grof (BB_grof) |
| ▪ BO21NE 010 / 011 | Bierborstel – fijn (BB_fijn) |

Samples opgeslagen bij -20°C



12

Procedure

- Voorbehandeling
 - Vloeibare samples → as is
 - 10% dispersie van bierborstel grof en fijn
- Metingen en analyses op uitgangsmateriaal
 - Droge stof + asgehalte 550°C
- S/L-scheiding middels centrifugatie
 - Centrifugeren 20 min, 15.000 G, 15°C
- Metingen en analyses op vloeistof/pellet na centrifugatie
 - Droge stof + asgehalte 550°C



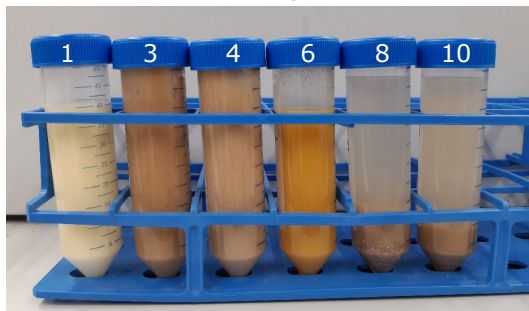
Droge stof & asgehalte uitgangsmateriaal

	DS [%]	As (550°C) [% DW]
Ontsuikerd weipermeaat (WP)	27.0 ± 0.2	35.3 ± 0.5
Tarwegistconcentraat – Alcomix (TGC_Alco)	26.3	8.4
Tarwegistconcentraat – Protiwanze (TGC_Proti)	25.9 ± 0.2	4.6 ± 0.0
Mais weekwater (MWW)	46.1 ± 1.4	17.0 ± 1.0
Bierborstel – grof (BB_grof)	22.2 ± 0.4	3.4 ± 0.1
Bierborstel – fijn (BB_fijn)	24.9 ± 0.6	2.8 ± 0.6

- Laag asgehalte in bierborstel en tarwegistconcentraat (Protiwanze)
- Streefwaarde voor asgehalte?

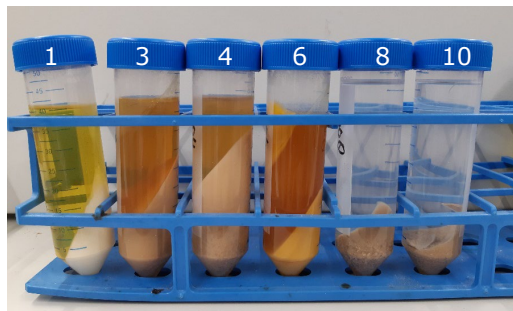
Resultaten S/L-scheiding (centrifugatie)

Voor centrifugeren



1. Weipermeaat (WP)
3. Tarwegist concentraat – Alcomix (TGC_Alco)
4. Tarwegist concentraat – Protiwanze (TGC_Proti)

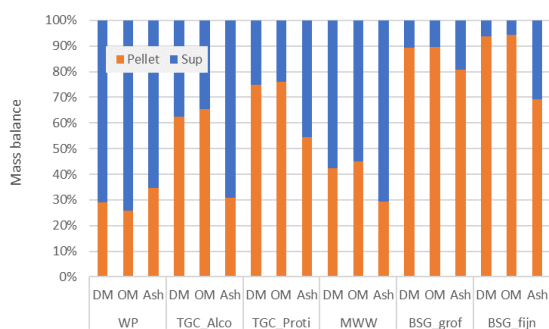
Na centrifugeren



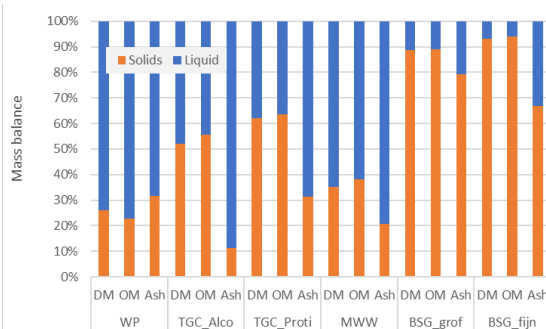
6. Mais weekwater (MWW)
8. Bierborstel – grof (BB_grof)
10. Bierborstel – fijn (BB-fijn)

S/L-scheiding – Massabalans

Na centrifugatie

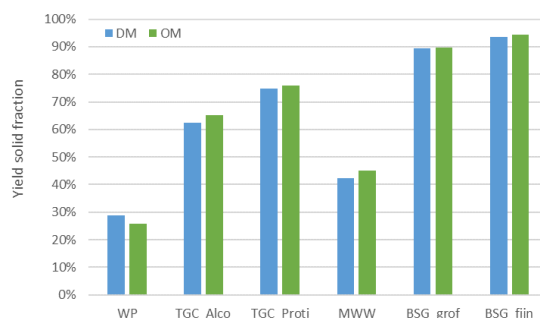
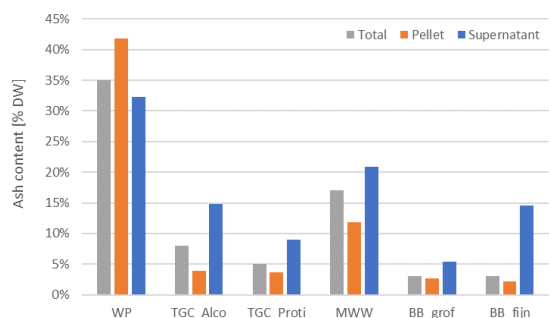


Na centrifugatie + pellet was (indicatief)

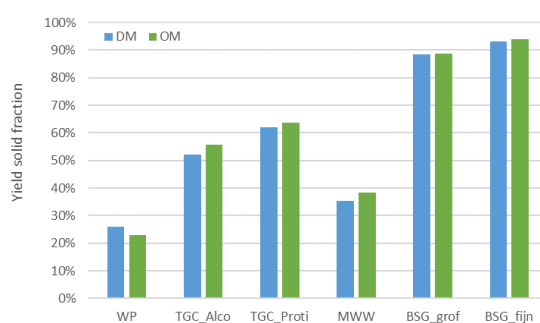
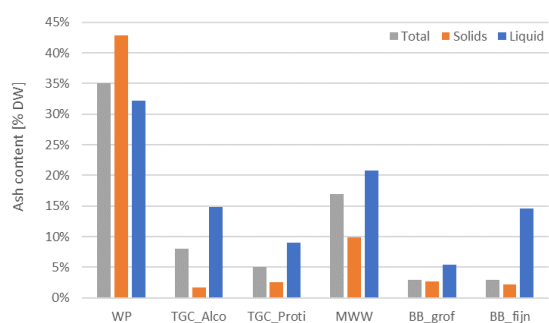


- Na S/L-scheiding (centrifugatie) pellet wassen om aanhangend zout te verwijderen
→ extra uitspoeling organische stof!
- Pellet was (indicatieve berekening) → lager zoutgehalte ten koste van lagere OS yield

S/L-scheiding – Asgehalte & yield



S/L-scheiding + pellet was – Asgehalte & yield



- Pellet was → verlaagd zoutgehalte in vaste fase ten koste van lagere OS yield

Conclusies per co-product na S/L-scheiding + pellet was

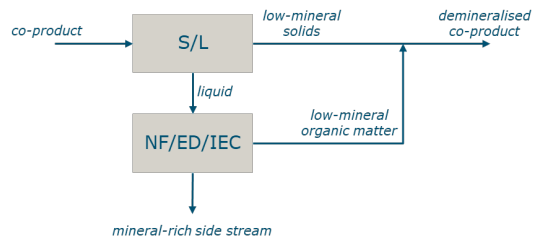
- Weipermeaat (WP)
 - 75% van DS/OS in vloeistoffase en daarmee niet te scheiden van zouten middels centrifugatie
 - Uitdagende scheiding tussen kleine organische verbindingen (lactose) en zouten
 - Hoogwaardige toepassing van productstromen vereist
- Tarwegist concentraat (TGC)
 - Vaste fase: 55-65% van DS/OS met aanzienlijke verwijdering van zouten (70-90%) resulterend in een verlaagd zoutgehalte van 2-3%
 - Vloeistoffase: benutten 35-45% van DS/OS → zoutverwijdering middels UF/NF, afhankelijk van samenstelling TGC (30% eiwit, 13% koolhydraten, 16% glycerol, 6% melkzuur, 5% zout)

Conclusies per co-product na S/L-scheiding + pellet was

- Mais weekwater (MWW)
 - Vaste fase: $\geq 35\%$ van DS/OS in vaste fase met aanzienlijke verwijdering van zouten (80%) resulterend in een zoutgehalte van 10%
 - Vloeistoffase: benutten van 65% van DS/OS → zoutverwijdering middels UF/NF, afhankelijk van samenstelling MWW (40% eiwit, 43% koolhydraten (incl. 15% suikers), 17% as)
- Bierborstel (BB)
 - Vaste fase: $\geq 90\%$ van DS/OS in vaste fase met beperkte verwijdering van zouten ($\sim 30\%$) resulterend in een zoutgehalte van 2-3% (was 3%)
 - Voorbehandeling van vaste fase (ontsluiten mineralen) vereist als verdere zoutverwijdering gewenst is
 - Vloeibare fase: $\leq 10\%$ van DS/OS met verhoogd zoutgehalte (15%)

Conclusies en aanbevelingen

- Meest kansrijk: mais weekwater en tarwegist concentraat
- Minder kansrijk: bierborstel (voorbehandeling vereist) en weipermeaat (veel opgelost laagmoleculair organische materiaal)
- Volgende stap: inschatting kosten en baten
 - Formuleren van randvoorwaarden (voor beide productstromen)
 - Aanvullende informatie (samenstelling DW (o.a. N-gehalte, molgewicht), volume)



22

Annex 2 Data deeltjesgrootteverdeling

Onderstaande tabellen tonen de gemiddelde deeltjesgrootte (*Average size*) en de breedte van de verdeling (*Distribution width*). De gemiddelde deeltjesgrootte kan worden uitgedrukt als D[4,3] (gemiddelde diameter op basis van deeltjes volume), D[3,2] (gemiddelde diameter op basis van deeltjesoppervlak) of D50 (mediane diameter op basis van deeltjesvolume). D[4,3] wordt sterk bepaald door de aanwezigheid van grotere deeltjes in de verdeling, terwijl de D[3,2] vooral gevoelig is voor de aanwezigheid van kleine deeltjes [Malvern, 2015]. De breedte van de deeltjesgrootteverdeling kan worden gekarakteriseerd met de D10, D50 en D90 waarden (D10 komt bijvoorbeeld overeen met de deeltjesdiameter waarbij 10% van het totale volume aan deeltjes kleiner is dan deze D10 waarde). De span is een specifieke maat voor de breedte en is gedefinieerd als (D90-D10)/D50.

Tabel A2-1 Deeltjesgrootteverdeling in TGC en supernatant van TGC na S/L-scheiding.

Sample	Average size			Distribution width			
	D[4,3] [μm]	D[3,2] [μm]	D50 [μm]	D10 [μm]	D50 [μm]	D90 [μm]	Span [-]
TGC	104	11	43	3.8	43	294	6.8
TGC - Sup	40	0.3	3.7	0.1	3.7	138	37

Tabel A2-2 Deeltjesgrootteverdeling in MWW en supernatant van MWW en verdunde MWW (MWW dil) na S/L-scheiding.

Sample	Average size			Distribution width			
	D[4,3] [μm]	D[3,2] [μm]	D50 [μm]	D10 [μm]	D50 [μm]	D90 [μm]	Span [-]
MWW	20	11	15	5.7	15	36	2.0
MWW - Sup	16	10	13	5.1	13	28	1.8
MWW + fytase - Sup	20	12	16	6.1	16	37	1.9
MWW dil - Sup	13	0.3	6.9	0.1	6.9	37	5.4

Tabel A2-3 Deeltjesgrootteverdeling in MWW-L en supernatant van MWW-L na S/L-scheiding.

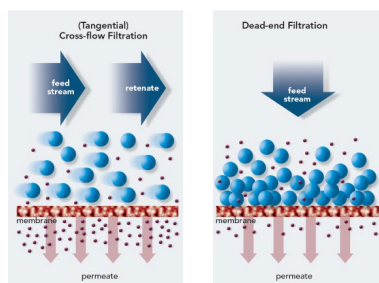
Sample	Average size			Distribution width			
	D[4,3] [μm]	D[3,2] [μm]	D50 [μm]	D10 [μm]	D50 [μm]	D90 [μm]	Span [-]
MWW-L	10	3.3	5.6	1.4	5.6	19	3.1
MWW-L sup	6.8	2.0	2.9	0.9	2.9	12	3.8

Annex 3 Membraanfiltratie

Membraanfiltratie op industriële schaal

- Membraanfiltratie
 - Principe & procesvoering
 - Membraantypen & modules
 - Concentreren & diafiltreren

Membraanfiltratie – Principe & procesvoering



■ Batch operation

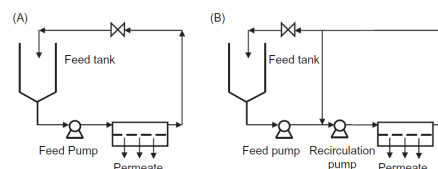


FIGURE 1.13 Batch operation (B) with and (A) without recirculation loop.

■ Continuous operation

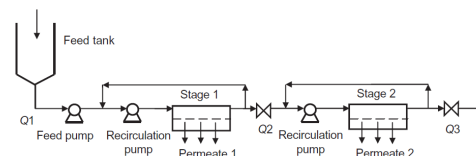
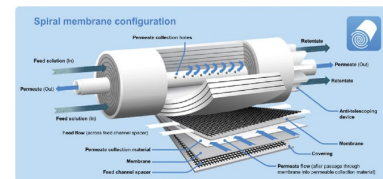
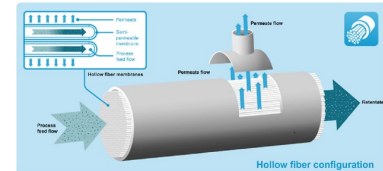
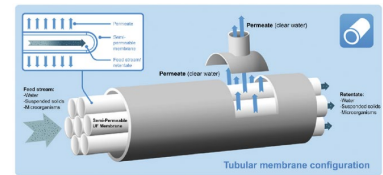
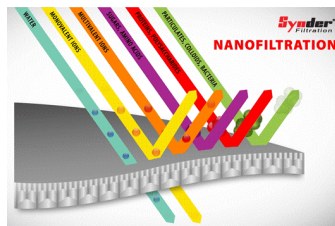
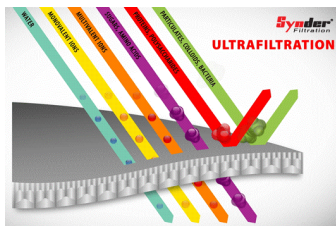


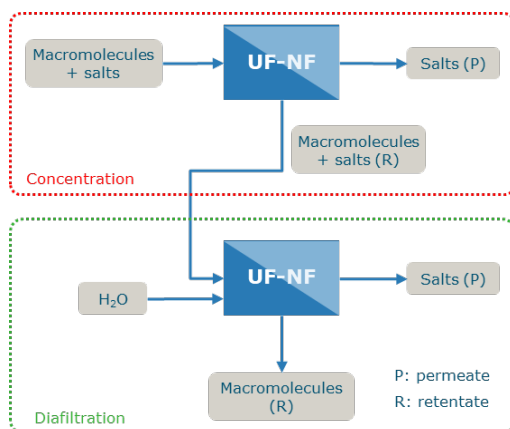
FIGURE 1.14 Continuous operation with recirculation loops in each stage.

Membraanfiltratie – Membraantypen & modules

Separation Process	Driving Force	Separation Mechanism	Range of Application
Microfiltration (MF)	Pressure 0.1–1 bar	Sieving	Sterilization Clarification
Ultrafiltration (UF)	Pressure 0.5–8 bar	Sieving Membrane/solvent/solute interactions	Separation of macromolecular solutes
Nanofiltration (NF)	Pressure 10–40 bar	Sieving Membrane/solvent/solute interactions Solution/diffusion	Separation of salts and small organic solutes
Reverse osmosis (RO)	Pressure 20–100 bar	Solution/diffusion	Separation of salts and microsolutes



Membraanfiltratie – Concentreren & diafiltreren



Concentreren met UF-NF

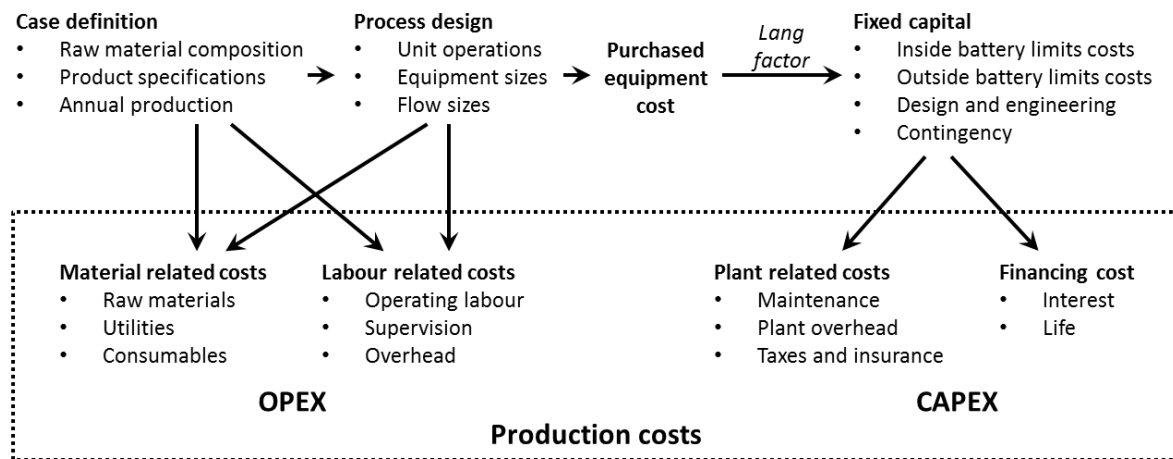
- Verkleinen van retentaatvolume waarmee macromoleculen (zoals eiwit) worden geconcentreerd en zouten (mineralen) deels worden verwijderd
- Concentratiefactor: $VCF = V_{\text{feed}} / V_{\text{ret}}$

Diafiltreren met UF-NF

- Spoelen van retentaat met diafiltratie (was)vloeistof om zoutgehalte verder te verlagen (uitwassen van mineralen)
- Diafiltratiefactor: $DF = V_{\text{diafiltrate}} / V_{\text{ret}}$
- DF is afhankelijk van retentiefactoren en gewenste mate van zoutverlaging

Annex 4 Methode techno-economische evaluatie

De methode voor techno-economische evaluatie van een procesconcept is schematisch weergegeven in Figuur A4-1. In de eerste stappen worden uitgangspunten (*Case definition*), procesontwerp (*Process design*), kosten van gekochte apparatuur (*Purchased equipment cost*) en materiaalgerelateerde kosten (*Material related costs*) vastgesteld. Voor de berekening van CAPEX en OPEX worden de vaste kapitaalkosten (*Fixed capital*) en de kosten gerelateerd aan de productiefaciliteit (*Plant related cost*), financiering (*Financing cost*) en arbeid (*Labour related cost*) berekend. Voor berekening van de CAPEX is een schatting van de zogenaamde Lang-factor⁷ nodig. Na vermenigvuldiging van de kosten van gekochte apparatuur met de Lang-factor, wordt de vaste kapitaalkosten verkregen. De kosten gerelateerd aan de productiefaciliteit en financiering worden berekend als een percentage van de vaste kapitaalkosten.



Figuur A4-1 Schematic approach of techno-economic evaluation.

De gehanteerde uitgangspunten en inputdata voor berekening van de productiekosten zijn samengevat in Tabel A4-1.

Tabel A4-1 Uitgangspunten en inputdata economische evaluatie.

Operating hours	8000 h/yr	Operating labour	100%
Revenues		Supervision	25%
Main product	0.50 €/kg	Direct salary overhead	63%
Byproduct	0.00 €/kg	General plant overhead	122%
Utility costs		Labour related costs	309%
Electricity	0.25 €/kWh		
Steam	63 €/ton st.	Shift positions	2
ISBL factor	2.88 ISBL/PEC	Operators per shift position	4.8
Lang factor	5.24 FC/PEC	Operating labour costs	18 €/(operator·h)
Maintenance and overhead	10% of FC/yr		30 k€/(operator·y)
Financing costs	10% of FC/yr	Labour related costs	891 k€/y
Interest rate	4.0%		
Tax rate	35%		
Depreciation method	SL - 10 yr		

⁷ Lang-factor relateert de kosten van gekochte apparatuur aan de vaste kapitaalinvestering (*Fixed capital*). Deze factor vertegenwoordigt de kosten van het bouwen van een nieuwe fabriek of grote uitbreiding op een bestaande fabriek, inclusief andere kosten zoals installatie, leidingwerk, bekabeling en besturing.

Annex 5 Inputdata SuperPro Designer

Tabel A5-1 Samenstelling co-producten.

	DM	Composition [g/100 g DM]			
	[g/100 g]	Protein	OM - Prot	Ash - PO4	PO4
TGC	23.2	28.6	60.9	8.2	2.30
TGC (nc)	12.0	28.6	60.9	8.2	2.30
MWW-L	18.6	43.9	39.4	7.7	9.06

TGC (nc) - non-concentrated TGC (assuming 12% DM)

Tabel A5-2 Input data membraanfiltratie (UF en NF).⁸

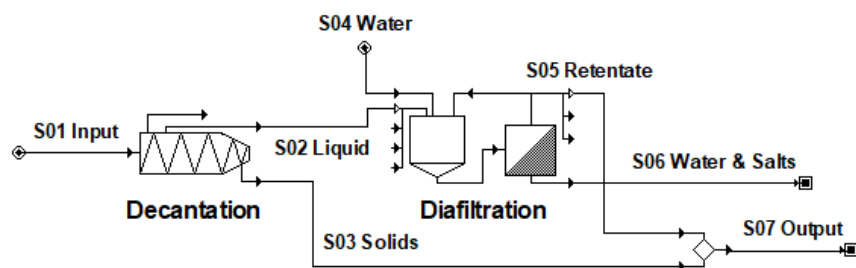
	Flux	Retention factor			
	[L/m ² .h]	Protein	OM - Prot	Ash - PO4	PO4
UF - TGC	25	0.85	0.80	0.20	0.39
NF - TGC	25	0.96	0.91	0.77	0.76
UF - MWW-L	25	0.67	0.52	0.06	0.89
NF - MWW-L	25	0.90	0.91	0.41	0.96

Tabel A5-3 Procesinstellingen diafiltratieproces.

	TGC	TGC (nc)	MWW-L
Pre-concentration factor		2.5	
Diafiltration factor	3.0	1.0	3.0
Post-concentration factor	3.0	1.8	

⁸ Ultrafiltratie (UF) is ingezet bij het ontzouten van TGC en niet-geconcentreerde TGC (TGC (nc)); dit membraan combineert een hoge retentie van eiwit en organische stof met een beperkte retentie van zouten. Voor het ontzouten van MWW-L is gekozen voor nanofiltratie (NF) omdat dit membraan een hoge retentie heeft voor eiwit en organische stof en tegelijkertijd voldoende zouten kan doorlaten. Fosfor in MWW-L kan niet uit de vloeistoffractie worden verwijderd met UF en NF vanwege de hoge retentiefactor voor beide membranen.

Annex 6 Massabalans procesconcept



Figuur A6-1 Procesconcept voor ontzouten van co-producten.

Tabel A6-1 Massabalans proces voor ontzouten van TGC.

		S01	S02	S03	S04	S05	S06	S07
DW	% wb	23.2%	15.6%	28.0%	0.0%	18.6%	2.6%	26.4%
Total	kg/h	5380	2090	3290	6160	692	7558	3982
Water	kg/h	4132	1764	2368	6160	564	7360	2932
DW	kg/h	1248	327	921	0	129	198	1050
Protein	kg/h	357	55	302		30	24	333
OM - Protein	kg/h	760	222	538		96	126	634
PO4	kg/h	29	11	18		1	10	19
Ash - PO4	kg/h	102	40	63		1	38	64
Protein	% wb	6.6%	2.6%	9.2%		4.4%	0.3%	8.4%
OM - Protein	% wb	14.1%	10.6%	16.4%		13.9%	1.7%	15.9%
PO4	% wb	0.5%	0.5%	0.5%		0.1%	0.1%	0.5%
Ash - PO4	% wb	1.9%	1.9%	1.9%		0.2%	0.5%	1.6%
Protein	% db	28.6%	16.7%	32.8%		23.4%	12.4%	31.7%
OM - Protein	% db	60.9%	67.9%	58.4%		74.8%	63.5%	60.4%
PO4	% db	2.3%	3.3%	2.0%		0.7%	4.9%	1.8%
Ash - PO4	% db	8.2%	12.1%	6.8%		1.1%	19.2%	6.1%

Tabel A6-2 Massabalans proces voor ontzouten van TGC (niet-geconcentreerd).

		S01	S02	S03	S04	S05	S06	S07
DW	% wb	12.0%	7.7%	28.1%	0.0%	18.6%	3.0%	23.8%
Total	kg/h	10417	8206	2211	3254	1832	9628	4043
Water	kg/h	9167	7579	1588	3254	1491	9342	3079
DW	kg/h	1250	628	622	0	341	287	963
Protein	kg/h	358	104	253		73	32	326
OM - Protein	kg/h	761	423	339		254	169	592
PO4	kg/h	29	18	11		3.9	14	15
Ash - PO4	kg/h	103	83	20		11	72	31
Protein	% wb	3.4%	1.3%	11.5%		4.0%	0.3%	8.1%
OM - Protein	% wb	7.3%	5.1%	15.3%		13.8%	1.8%	14.7%
PO4	% wb	0.3%	0.2%	0.5%		0.2%	0.1%	0.4%
Ash - PO4	% wb	1.0%	1.0%	0.9%		0.6%	0.7%	0.8%
Protein	% db	28.6%	16.6%	40.7%		21.3%	11.1%	33.8%
OM - Protein	% db	60.9%	67.3%	54.4%		74.3%	58.9%	61.5%
PO4	% db	2.3%	2.9%	1.7%		1.1%	5.0%	1.5%
Ash - PO4	% db	8.2%	13.2%	3.2%		3.3%	25.0%	3.2%

Tabel A6-3 Massabalans proces voor ontzouten van MWW-L.

		S01	S02	S03	S04	S05	S06	S07
DW	% wb	18.6%	17.9%	29.3%	0.0%	18.6%	1.7%	19.5%
Total	kg/h	6729	6324	405	18544	4210	20658	4615
Water	kg/h	5477	5191	286	18544	3428	20306	3715
DW	kg/h	1252	1133	119	0	782	351	900
Protein	kg/h	549	491	59		349	142	408
OM - Protein	kg/h	493	444	49		327	117	376
PO4	kg/h	113	107	6.0		94	14	100
Ash - PO4	kg/h	96	91	4.8		12	79	17
Protein	% wb	8.2%	7.8%	14.5%		8.3%	0.7%	8.8%
OM - Protein	% wb	7.3%	7.0%	12.2%		7.8%	0.6%	8.1%
PO4	% wb	1.7%	1.7%	1.5%		2.2%	0.1%	2.2%
Ash - PO4	% wb	1.4%	1.4%	1.2%		0.3%	0.4%	0.4%
Protein	% db	43.9%	43.3%	49.4%		44.7%	40.3%	45.3%
OM - Protein	% db	39.4%	39.2%	41.5%		41.8%	33.4%	41.8%
PO4	% db	9.1%	9.5%	5.0%		12.0%	3.9%	11.1%
Ash - PO4	% db	7.7%	8.0%	4.0%		1.6%	22.4%	1.9%

Annex 7 Data kostenberekening

Tabel A7-1 Inputdata, uitgangspunten en berekende vaste kapitaalskosten en kosten gerelateerd aan de productiefaciliteit, financiering en gebruik van materialen en energie.

	Scenario 1 - TGC		Scenario 2 - TGC (nc)		Scenario 3 - MWW-L	
	Decantation	Ultrafiltration	Decantation	Ultrafiltration	Decantation	Nanofiltration
Input	5.4 m3/h 23% DW	2.1 m3/h 16% DW	10.4 m3/h 23% DW	2.1 m3/h 16% DW	6.7 m3/h 23% DW	2.1 m3/h 16% DW
Parameters	Throughput 1.5 kg/s	Water removal 7.6 m3/h Flux 0.025 m3/m2·h Membrane costs 0.100 k€/m2 Lifetime 3 y	Throughput 2.9 kg/s	Water removal 9.6 m3/h Flux 0.025 m3/m2·h Membrane costs 0.100 k€/m2 Lifetime 3 y	Throughput 1.9 kg/s	Water removal 20.7 m3/h Flux 0.025 m3/m2·h Membrane costs 0.100 k€/m2 Lifetime 3 y
Utilities						
Specific electricity	5 kWh/m3	5 kWh/m3 p.	5 kWh/m3	5 kWh/m3 p.	5 kWh/m3	5 kWh/m3 p.
Specific thermal energy						
Electricity	27 kW	38 kW	52 kW	48 kW	34 kW	103 kW
Thermal energy						
Equipment						
Type	Centrifuge	UF	Centrifuge	UF	Centrifuge	NF
Scaling unit	kg/s	m2	kg/s	m2	kg/s	m2
Cost reference	Maroulis (2008)	WFBR	Maroulis (2008)	WFBR	Maroulis (2008)	WFBR
correction	1.4	1.5	1.4	1.5	1.4	1.5
A	0	0.0	0	0.0	0	0.0
B	300	0.5	300	0.5	300	0.5
n	0.55	1.00	0.55	1.00	0.55	1.00
Number of units	1	1	1	1	1	1
Size	1.5 kg/s	302 m2	2.9 kg/s	385 m2	1.9 kg/s	826 m2
Purch. equip. cost	0.5 M€	0.2 M€	0.7 M€	0.3 M€	0.6 M€	0.6 M€
Purch. equip. cost	507 k€	219 k€	730 k€	279 k€	574 k€	600 k€
Installed costs	1460 k€	631 k€	2100 k€	804 k€	1651 k€	1725 k€
Fixed capital	2657 k€	1148 k€	3822 k€	1463 k€	3005 k€	3139 k€
Costs (k€/y)						
Electricity	54	76	104	96	67	207
Thermal energy	0	0	0	0	0	0
Consumables		10		13		28
Maintenance and overhead	266	115	382	146	301	314
Financing costs	266	115	382	146	301	314
Total	585	315	868	402	668	862
Costs (€/ton DW Input)						
Electricity	5	8	10	10	7	21
Thermal energy	0	0	0	0	0	0
Consumables	0	1	0	1	0	3
Maintenance and overhead	27	12	38	15	30	31
Financing costs	27	12	38	15	30	31
Total	59	32	87	40	67	86

Tabel A7-1 Berekende operationele kosten (productiekosten).

	Scenario 1 - TGC					Scenario 2 - TGC (nc)					Scenario 3 - MWW-L				
	Total	Raw Material	Labour related	Decantation	Ultrafiltration	Total	Raw Material	Labour related	Decantation	Ultrafiltration	Total	Raw Material	Labour related	Decantation	Nanofiltration
Financing costs	381			266	115	528			382	146	614			301	314
Maintenance and overhead	381			266	115	528			382	146	614			301	314
Consumables	10			0	10	13			0	13	28			0	28
Thermal energy	0			0	0	0			0	0	0			0	0
Electricity	129			54	76	200			104	96	274			67	207
Labour related	891		891			891		891			891		891		
Raw material	1997	1997				2000	2000				2003	2003			
Total (k€/y)	3789	1997	891	585	315	4161	2000	891	868	402	4424	2003	891	668	862
Financing costs	38			27	12	53			38	15	61			30	31
Maintenance and overhead	38			27	12	53			38	15	61			30	31
Consumables	1			0	1	1			0	1	3			0	3
Thermal energy	0			0	0	0			0	0	0			0	0
Electricity	13			5	8	20			10	10	27			7	21
Labour related	89		89			89		89			89		89		
Raw material	200	200				200	200				200	200			
Total (€/ton DW input)	379	200	89	59	32	416	200	89	87	40	442	200	89	67	86

To explore
the potential
of nature to
improve the
quality of life



Wageningen Food & Biobased Research
Bornse Weilanden 9
6708 WG Wageningen
E info.wfbr@wur.nl
wur.nl/wfbr

Rapport 2430

De missie van Wageningen University & Research is 'To explore the potential of nature to improve the quality of life'. Binnen Wageningen University & Research bundelen Wageningen University en gespecialiseerde onderzoeksinstituten van Stichting Wageningen Research hun krachten om bij te dragen aan de oplossing van belangrijke vragen in het domein van gezonde voeding en leefomgeving. Met ongeveer 30 vestigingen, 7.200 medewerkers (6.400 fte) en 13.200 studenten en ruim 150.000 Leven Lang Leren-deelnemers behoort Wageningen University & Research wereldwijd tot de aansprekende kennisinstellingen binnen haar domein. De integrale benadering van de vraagstukken en de samenwerking tussen verschillende disciplines vormen het hart van de unieke Wageningen aanpak.

