



PE Karakterisering waterschappen – voortgangsrapportage november 2023



03/11/2023

Rapport nr. AP20005-AR-02-v1

Door: Leon Korving

Inhoud

1	INLEIDING	2
2	GEBRUIK VAN DE METHODE VOOR PE-KARAKTERISERING	3
3	KARAKTERISERINGSMETHODE	4
3.1	Inleiding	4
3.2	Extractie: bepaling aandeel actief PE en olie	4
3.3	Element analyse	5
3.4	Viscositeitsbepaling	5
3.5	Resultaat van een PE karakterisering	6
3.6	Accreditatie van de metingen	6
4	VOORTGANG VAN HET PROJECT	7
4.1	Samenvatting resultaten na 1 jaar	7
4.2	Aanlevering monsters en samenstelling dataset	7
4.3	Ontwikkeling dashboard in PowerBI	8
4.3.1	Boomstructuur	9
4.3.2	Ontwikkeling van parameters in de tijd	9
4.3.3	Vergelijking PE soorten via Principale Componenten Analyse	10
4.3.4	Vergelijking met voortschrijdend gemiddelde	10
4.3.5	Hotelling T ² uitbijter analyse	11
4.3.6	Koppeling met data slibontwatering	12
4.4	Interacties met PE-leveranciers	13
5	VOORBEELDEN VAN GEBRUIK VAN DE DATA	14
5.1	Inleiding	14
5.2	Gebruik bij een aanbesteding	14
5.2.1	Verschillen tussen de geselecteerd PE types	14
5.2.2	Representativiteit van het gebruikte PE	15
5.2.3	Relatie tussen kwaliteit en prestatie	15
5.2.4	Conclusie	16
5.3	Gebruik bij reguliere aanlevering	16
5.3.1	Manieren van gebruik: actieve en passieve aanpak	16
5.3.2	Reageren op incidenten	17
5.3.3	Trendanalyse	17
6	CONCLUSIES EN AANBEVELINGEN	18

1 Inleiding

Jaarlijkse kopen de waterschappen circa 9 miljoen kg poly-elektrolyt (verder: PE) in voor de indikking en eindontwatering van het zuiveringsslib dat vrijkomt bij de rioolwaterzuiveringen in Nederland. De kosten hiervan bedragen naar schatting 14 miljoen euro per jaar. De milieu-impact die samengaat met de productie van deze hulpstof is daarnaast significant en heeft een groot aandeel (typisch 10-15%) van de totale CO₂-voetafdruk van een rioolwaterzuivering. De goede werking van dit PE is verder van belang om een goed ontwateringsresultaat te bereiken en daardoor de kosten voor slibafzet zoveel mogelijk te beperken. Helaas is de keuze van het PE type vaak een zaak van uitproberen en daarnaast is er weinig inzicht in eventuele variaties in de kwaliteit van het PE zoals dat door de waterschappen wordt ingekocht.

Daarom is in 2016 en 2017 door STOWA onderzoek uitbesteed aan Wetsus, Rijksuniversiteit Groningen en Aiforo om een methode te ontwikkelen om de kwaliteit van het PE te kunnen meten (STOWA rapport 2017-23). Deze studie liet zien dat een combinatie van element-analyse en viscositeitsbepaling aan deze wens kon voldoen.

De Vereniging van Zuiveringsbeheerders heeft de resultaten van deze studie opgepakt en na een openbare aanbesteding juni 2019 het laboratorium Intertek opdracht gegeven deze meetmethode verder uit te werken en te operationaliseren. In de tweede helft van 2019 heeft Intertek de methode verder verbeterd en gereed gemaakt voor accreditatie, waarna de waterschappen vanaf januari 2020 op reguliere basis PE monsters zijn gaan aanleveren voor analyse. Als onderdeel van de opdracht aan Intertek is afgesproken dat zij 500 monsters per jaar zullen aanleveren gedurende minimaal 2 jaar met een mogelijkheid tot verlenging met twee keer een jaar.

In maart 2021 is na een jaar van bemonstering een eerste analyse gemaakt van de resultaten tot dan toe en gerapporteerd in een tussenrapportage (zie Aiforo rapport 20005-AR-01-v2). Dit rapport liet toen zien dat de gemeten waarden het mogelijk maakten om verschillen tussen PE soorten inzichtelijk te maken. Wel diende nog meer data te worden gegenereerd om de methode ook te kunnen gebruiken om afwijkingen van de normale waarde te kunnen vaststellen.

Inmiddels zijn er gedurende bijna 4 jaar monsters genomen en geanalyseerd met de ontwikkelde methode. Deze rapportage geeft een samenvatting van de ontwikkelingen, inzichten en resultaten die sindsdien zijn verkregen.

Leeswijzer

Hoofdstuk 2 en 3 geven een overzicht van de ontwikkelde meetmethode en zijn ook terug te vinden in de eerdere rapportages en zijn voor de volledigheid herhaald in deze rapportage.

Hoofdstuk 4 geeft een samenvatting van de ontwikkelingen rondom de PE karakterisering sinds de laatste evaluatie in maart 2021 en hoofdstuk 5 laat aan de hand van voorbeelden zien hoe de resultaten kunnen worden gebruikt. Hoofdstuk 5 eindigt met conclusies en aanbevelingen.

2 Gebruik van de methode voor PE-karakterisering

De analyseresultaten van de PE-karakterisering zijn op verschillende manieren te gebruiken zoals schematisch is weergegeven in figuur 1. Zoals ook in de inleiding is aangegeven is het analyseresultaat van één PE-monster op zichzelf nietszeggend omdat de methode vooral een "vingerafdruk"-methode is.

Het resultaat moet vooral gezien worden in vergelijking met andere resultaten van hetzelfde PE-monster. Daarom is het belangrijk dat eerst een database van analyseresultaten wordt opgebouwd. Doordat alle waterschappen hun analyseresultaten met elkaar delen wordt sneller voor de verschillende PE types een dataset opgebouwd waardoor beter is in te schatten of een monster "afwijkt" of niet.

Deze database met PE-parameters kan op verschillende manieren worden gebruikt. Allereerst kan zij gebruikt worden om een uitspraak te doen over de "**kwaliteit**" van een PE. Deze toetsing is de belangrijkste aanleiding geweest voor de ontwikkeling van de karakteriseringsmethode. Waterschappen kunnen regelmatig monsters aanleveren en door het analyseresultaat van dit monster te vergelijken met de normale analyseresultaten voor dit PE type (en de spreiding daarin) kan getoetst worden of het monster een kwaliteit heeft die past bij dit PE type in vergelijking met eerdere resultaten.

De PE-karakterisering kan echter ook gebruikt worden tijdens de aanbesteding en keuze van het PE type bij een waterschap. Veelal worden door waterschappen mini-competities opgezet waarbij verschillende PE-leveranciers de kans wordt geboden om het beste PE type te selecteren voor een bepaalde slibkwaliteit. De PE-karakterisering kan gebruikt worden om vast te stellen of het PE dat bij die minicompentie wordt gebruikt een kwaliteit heeft die "**representatief**" is voor dat type in vergelijking met de gemiddelde kwaliteit voor dit PE type. Dit voorkomt dat de mini-compentie uitgevoerd wordt met een niet-representatieve kwaliteit.

Tenslotte kan de PE-karakterisering gebruikt worden om een **voorselectie** te doen van PE types die men zou willen testen. De gegevens over de kwaliteit die in de loop van de tijd wordt opgebouwd maakt het straks mogelijk om aan te geven welke PE types vergelijkbare samenstellingen hebben en welke duidelijk anders van samenstelling zijn. Bijvoorbeeld als een bepaald type PE voor een slibsoort in het verleden goed gewerkt heeft kan gezocht worden naar vergelijkbare PE-types bij andere leveranciers voor de aanbesteding. Als het PE juist niet bevalt kan inzicht in de kwaliteit helpen om juist heel andere types te selecteren.

Voor al deze toepassingen is het belangrijk om een database op te bouwen met daarin gegevens over de kwaliteit van de verschillende PE soorten. Om een uitspraak te kunnen doen over een bepaalde PE soort en zijn kwaliteit is het belangrijk om voldoende analyses in de database te hebben zodat er inzicht is in wat de normale variatie in de kwaliteit is voor een bepaald PE type.



Figuur 1: gebruik van de PE karakterisering

3 Karakteriseringsmethode

3.1 Inleiding

Dit hoofdstuk geeft een korte toelichting op de karakteriseringsmethoden die gebruikt worden om de kwaliteit van het slib vast te leggen. Voor een uitgebreidere toelichting wordt verwezen naar STOWA rapport 2017-23.

Voor het beoordelen van de kwaliteit en dus de werking van een PE zijn de belangrijkste eigenschappen:

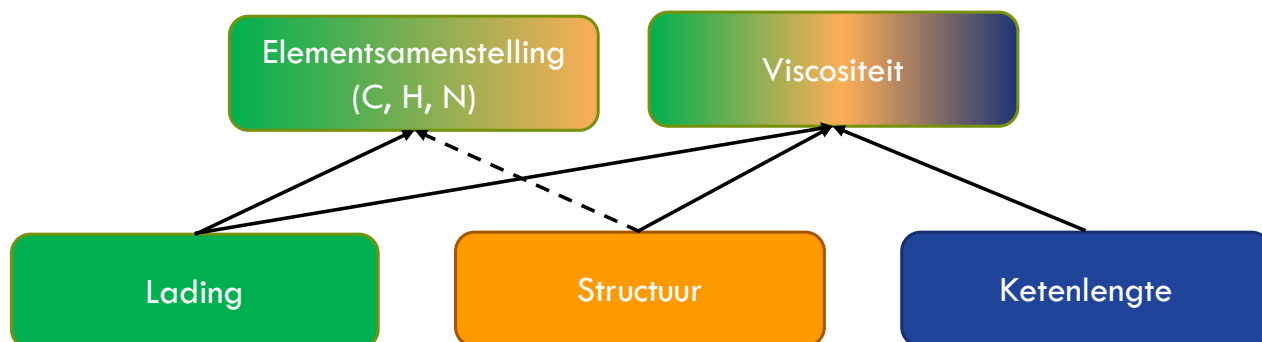
- Gehalte actief PE
- Oliegehalte
- Ketenlengte
- Molecuul structuur (vertakt/lineair)
- Ladingdichtheid

De eerste twee kwaliteitsparameters (aandeel actief PE en oliegehalte) kunnen direct bepaald worden (zie paragraaf 3.2). De invloed van het oliegehalte op de PE-kwaliteit is minder duidelijk, maar wordt toch gemeten omdat het invloed kan hebben op de stabiliteit van de emulsie en mogelijk ook wat vertelt over het productieproces.

De andere eigenschappen zijn molecuul eigenschappen van het polymeer en kunnen niet direct bepaald worden. Wel zijn er indirecte methoden die iets zeggen over deze eigenschappen en deze methoden zijn in het eerdere STOWA onderzoek allen geëvalueerd. Uiteindelijk heeft dit geleid tot de aanbeveling om zowel de elementsamenstelling als de viscositeit (beter: rheologie) van het polymeer te bepalen.

De elementsamenstelling (gehalte koolstof, stikstof, waterstof) geeft informatie over de structuur en lading van het polymeer. De lading van het polymeer wordt vooral bepaald door het stikstofgehalte. Deze elementsamenstelling moet wel op het zuivere polymeer bepaald worden omdat anders zouten of de olie in de emulsie invloed hebben op het resultaat.

De viscositeit of rheologie van een polymeer is een veelgebruikte methode om informatie te krijgen over lading, structuur en ketenlengte van een polymeer. Ook hier is het belangrijk om de bepaling uit te voeren op het zuivere polymeer om invloed van zouten of olie uit te sluiten.



Figuur 2: relatie tussen polymeer eigenschappen en elementsamenstelling en viscositeit

3.2 Extractie: bepaling aandeel actief PE en olie

Voor het bepalen van het aandeel actief PE en het oliegehalte wordt het polymeer uit de emulsie geëxtraheerd door een extractie met aceton uit te voeren. Hierdoor treedt er een ontmenging van de emulsie op en kan het polymeer gescheiden worden van het aceton, water, eventuele zouten en de olie. Na droging van het polymeer (gedurende 24 uur) kan bepaald worden hoeveel polymeer de emulsie oorspronkelijk bevatte. Van het aceton/water/olie mengsel wordt vervolgens met een gaschromatograaf het oliegehalte bepaald. Het zuivere polymeer wordt vervolgens gebruikt voor de volgende stappen: element analyse en bepaling van de viscositeit.



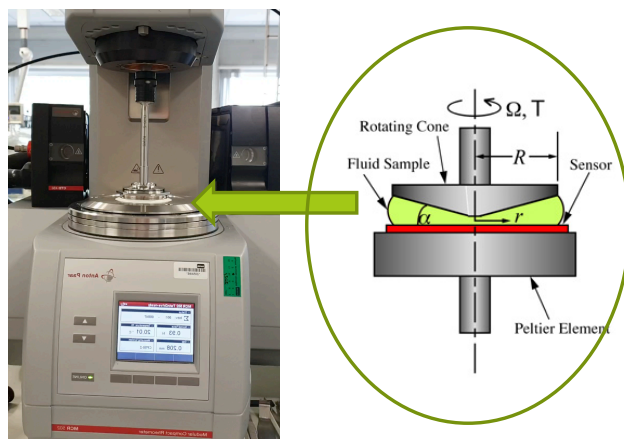
Figuur 3: extractie van het polymeer met aceton

3.3 Element analyse

Van het zuivere polymeer (na extractie in aceton) wordt in speciale apparatuur het gehalte C, H, N bepaald. Hiertoe wordt het monster verbrand bij een temperatuur van meer dan 1000 C en de verbrandingsproducten worden vervolgens geanalyseerd op het gehalte C, H en N.

3.4 Viscositeitsbepaling

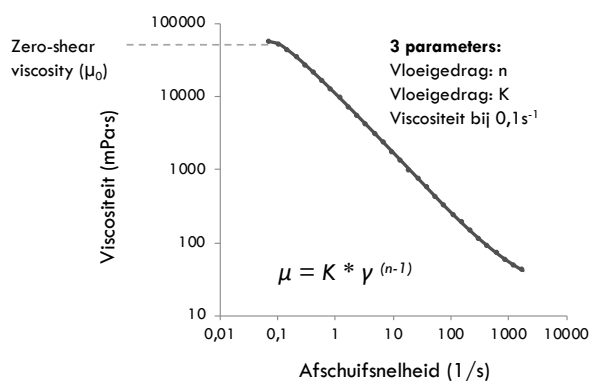
Voor de bepaling van de viscositeit wordt het zuivere, geëxtraheerde en gedroogde polymeer weer opgelost in gedemineraliseerd water en van deze oplossing wordt de viscositeit bepaald als functie van de afschuifspanning met behulp van een rheometer (Figuur 4). Voor dit soort polymeeroplossingen neemt de viscositeit af naarmate de afschuifspanning toeneemt (Figuur 5A). Deze viscositeitscurve is te beschrijven met de zogenaamde "power law" die twee constanten geeft (n en K). Daarnaast is ook de viscositeit bij lage afschuifspanning een kenmerkende parameter omdat de meeste polymeren bij lage afschuifspanningen een afvlakking van de curve laten zien. Om praktische redenen wordt hier gekozen voor de viscositeit bij een afschuifspanning van $0,1 \text{ s}^{-1}$. Het laboratorium meet de hele curve en bepaalt vervolgens de viscositeit bij $0,1 \text{ s}^{-1}$ en via een fit aan de hele curve de parameters n en K. De hele curve wordt daardoor gekenmerkt door 3 getallen.



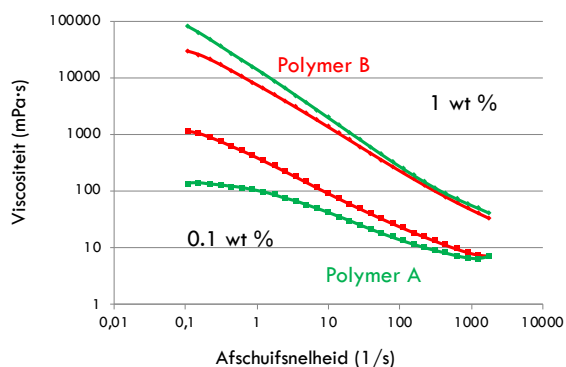
Figuur 4: rheometer voor bepaling van de viscositeitscurve

Theoretisch kunnen twee polymeren met een verschillende structuur en ketenlengte ongeveer dezelfde viscositeitscurve hebben en dan zou onterecht geconcludeerd worden dat ze "gelijk" zijn. Verschillende polymeerstructuren laten echter bij verschillende concentraties een verschillend viscositeitsprofiel zien. Een sterk vertakt polymeer zal bijvoorbeeld bij een lagere concentratie sneller minder last hebben van verstrengeling van de ketens dan een lang en onvertakt polymeer. Figuur 5B illustreert dit gedrag voor twee polymeren die bij een concentratie van 1% een vergelijkbare curve hebben, maar bij een concentratie van 0,1% toch een afwijkend gedrag vertonen.

Om deze reden worden de viscositeit parameters bij twee concentraties (0,1% en 1%) bepaald om zo verschillende polymeren met verschillende structuren (ketenlengte, vertakkingen, lading) zo goed mogelijk te karakteriseren.



A



B

Figuur 5: Viscositeitscurves. A: typische curve voor een polymeer en formule die gebruikt wordt om de curve te fitten. Figuur B: verschillende invloed van concentratie op de viscositeitscurve

3.5 Resultaat van een PE-karakterisering

Het eindresultaat van een karakterisering van een PE-monster bestaat uiteindelijk uit de volgende elf parameters.

Tabel 1: overzicht van de parameter die een PE-monster karakteriseren. De tabel geeft ook de meetonzekerheid U (95% betrouwbaarheidsinterval).

Parameter	Eenheid	Meet-onzekerheid	Toelichting
actief polymeer	Massa% van oorspronkelijk monster	10%	Het droge gewicht van het polymeer dat overblijft na een extractie met aceton.
olie	Massa% van oorspronkelijk monster	35%	Oliegehalte in het aceton na extractie van de PE emulsie, bepaald met een gaschromatograaf
C	Massa% van actief PE	5%	Koolstof percentage van het polymeer na extractie met aceton
H	Massa% van actief PE	15%	Waterstof percentage van het polymeer na extractie met aceton
N	Massa% van actief PE	10%	Stikstof percentage van het polymeer na extractie met aceton
Eta bij 0,1 rad/s bij 1% oplossing	mPa.s	12%	Maximale viscositeit bij een afschuifspanning van 0,1 rad/s (laagst mogelijke afschuifspanning) voor een 1 massa% oplossing van het polymeer na extractie met aceton
Eta bij 0,1 rad/s bij 0,1% oplossing	mPa.s	12%	Maximale viscositeit bij een afschuifspanning van 0,1 rad/s (laagst mogelijke afschuifspanning) voor een 0,1 massa% oplossing van het polymeer na extractie met aceton
k bij 1% oplossing	Pa.s	12%	Vloeiconsistentie index voor een fit aan de viscositeitscurve van een 1 massa% oplossing van het polymeer na extractie met aceton
k bij 0,1% oplossing	Pa.s	12%	Vloeiconsistentie index voor een fit aan de viscositeitscurve van een 0,1 massa% oplossing van het polymeer na extractie met aceton
n bij 1% oplossing	-	12%	Vloeigedrag index voor een fit aan de viscositeitscurve van een 1 massa% oplossing van het polymeer na extractie met aceton
n bij 0,1% oplossing	-	12%	Vloeigedrag index voor een fit aan de viscositeitscurve van een 0,1 massa% oplossing van het polymeer na extractie met aceton

3.6 Accreditatie van de metingen

De uitvoering van de metingen zijn door Intertek zodanig opgezet dat ze geaccrediteerd konden worden conform NEN-EN-ISO/IEC 17025.

4 Voortgang van het project

4.1 Samenvatting resultaten na 1 jaar

In maart 2021 is na ruim een jaar bemonsteren een eerste analyse uitgevoerd van de bruikbaarheid van de analyseresultaten. Deze analyse baseerde zich op 322 monsters van in totaal 27 PE soorten, waarbij er slechts voor 14 PE soorten meer dan 10 monsters waren. Hiervan is een rapport gemaakt waarvan de resultaten hieronder kort worden samengevat.

Deze eerste analyse toonde aan dat de gebruikte methode hielp bij het classificeren van de verschillende PE soorten in groepen met vergelijkbare eigenschappen. Vanwege de aard van de karakterisatie methode, die als een "vingerafdruk" fungeert, was het in het eerste jaar nog niet mogelijk om uitspraken te doen over afwijkende kwaliteiten van specifieke monsters. Hiervoor is een voldoende gevulde database met monsters nodig om de normale spreiding in kwaliteit voor elk type PE vast te stellen.

Op basis van deze analyse zijn maart 2021 voorstellen gedaan om alarmwaarden in te stellen in de Intertek-database, waarbij principale componenten worden gebruikt om de 11 verschillende meetparameters te groeperen in een beperkter aantal parameters. Deze alarmeringen zijn in het voorjaar van 2021 ingevoerd en begin 2022 is nog een keer een update doorgevoerd voor de alarmwaarden omdat de database inmiddels meer data bevatte.

In de evaluatie is toen ook aangegeven dat zodra de database gevuld is met meer monsters deze methode in de toekomst vervangen zou kunnen worden door zogenaamde multivariate controlekaarten (Hotelling T^2). Deze methode vergt echter een historie van minimaal 18 monsters en toen was voor slechts 6 PE soorten die geschiedenis nog maar beschikbaar.

4.2 Aanlevering monsters en samenstelling dataset

Op het moment van schrijven van dit rapport bevatte de database resultaten van 1460 monsters verspreid over 59 PE soorten. Van 35 PE soorten zijn meer dan 10 monsters beschikbaar in de database en deze PE soorten vertegenwoordigen 94% van het aantal monsters in de database. Er zijn dus 23 PE soorten waarvan minder dan 10 monsters beschikbaar zijn en voor deze types is dus ook minder historie beschikbaar om uitspraken te doen over veranderingen in de kwaliteit.

De tabel op de volgende bladzijde laat zien dat er enkele PE soorten zijn die de afgelopen jaren regelmatig worden aangeleverd terwijl er ook PE soorten zijn die eerder wel werden aangeleverd en nu niet meer en andersom. Sommige waterschappen zijn actiever dan andere in de aanlevering van monsters en dat kan reden zijn voor deze veranderingen. Het aantal aangeleverde monsters is daarom waarschijnlijk geen goede weergave van de marktaandelen van verschillende PE soorten.

In 2021 en 2022 werden er respectievelijk 459 en 488 monsters aangeleverd. In 2023 zijn tot nu toe 385 monsters aangeleverd waardoor de aanlevering op het einde van het jaar ook rond de 450-460 monsters zal uitkomen. Met Intertek was een doelaanlevering van 500 monsters/jaar afgesproken en daar zit de aanlevering dus iets onder. De aanlevering van de monsters gebeurt waterschapsbreed, maar toch zijn er ook enkele waterschappen die duidelijk minder actief zijn. Ook kiezen sommige waterschappen ervoor om zich te focussen op 1 of 2 locaties voor de aanlevering van monsters.

Tabel 2: overzicht van aangeleverde monsters per PE type (alleen PE types met meer dan 10 monsters in de database).

Product	2020	2021	2022	2023	Totaal
LC186LMW	10	43	42	31	126
EM4311	6	27	30	29	92
EM998	12	33	35	10	90
C62090	7	32	26	15	80
K232L	6	28	23	23	80
LC699A	3	18	23	31	75
EM231S	1	5	38	29	73
LC180	1	26	18	12	57
EM997	1	13	17	20	51
EM9987	1	13	21	13	48
EM2101	9	24	11	3	47
C62089	6	15	11	10	42
K202L	1	6	16	16	39
EM5092	1	12	11	10	34
EM4229	2	12	9	10	33
K242L	5	10	9	7	31
EM885	1	6	18	6	31
EM5108	7	15	7	1	30
MS7560		6	12	11	29
EM3103	6	12	5	4	27
EM803	3	12	6	6	27
EM3304			14	11	25
MS4570	1	7	7	4	19
K133L	4	10		3	17
K234L	1	8	7		16
9248FS		5	8	2	15
EM2102	3	3	5	4	15
8185			7	6	13
K128L	4	9			13
MS4558	1	6	5		12
9268FS			4	8	12
SD6085		7	4		11
9168FS	4	4	3		11
SD6081	4	4	1	2	11
C73018			5	6	11

4.3 Ontwikkeling dashboard in PowerBI

De analyses van het PE geven een groot aantal parameters die ook nog eens in relatie tot eerdere data moeten worden gezien. Daardoor is het voor werknemers van de waterschappen lastig om de data te interpreteren en te zien wanneer zij actie moeten ondernemen. Als zij bijvoorbeeld een alarmering kregen voor een afwijkend monster dan was lastig te snappen waarom die alarmering er was en de gegevens van de kwaliteit te vergelijken met de kwaliteit in de periode ervoor en erna. Bovendien was de alarmering noodgedwongen vrij ruim ingesteld om vals alarmen te voorkomen. Daarnaast bleven op deze manier langzamere en wellicht interessantere veranderingen in de kwaliteit onderbelicht.

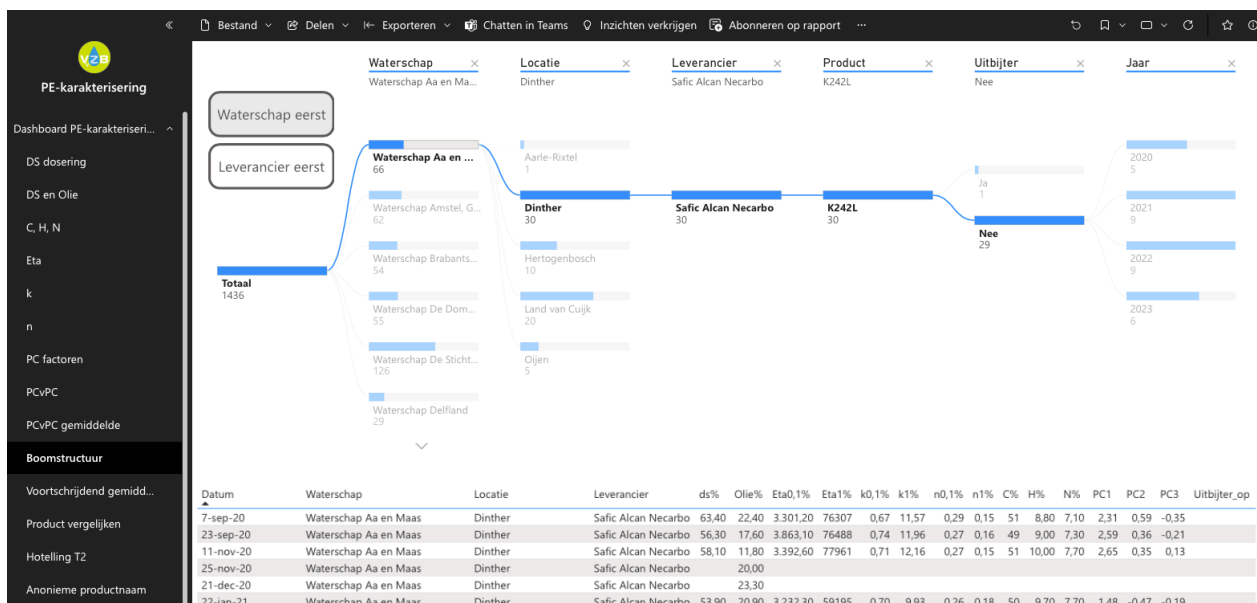
Om al deze redenen is door de werkgroep PE karakterisering in het voorjaar van 2022 besloten om een toegankelijker dashboard te ontwikkelen. Waterschap Rijn en IJssel heeft hiervoor capaciteit van haar data analyse team ter beschikking gesteld en zij zijn vanaf november 2022 begonnen om samen met Aiforo en in interactie met de werkgroep PE een dashboard te ontwikkelen in PowerBI. Dit dashboard was maart 2023 gereed en toen ook in gebruik genomen. Via een webinar op 4 April 2023 zijn alle contactpersonen bij de waterschappen geïnformeerd over de resultaten tot dan toe en de mogelijkheden van dit dashboard.

Het dashboard maakt de data in de database toegankelijk via verschillende menu's die hieronder kort worden toegelicht.

4.3.1 Boomstructuur

Via een boomstructuur menu kan een waterschap makkelijk terugvinden welke monsters er beschikbaar zijn voor een bepaalde locatie en PE soort en of er sprake is van uitbijters.

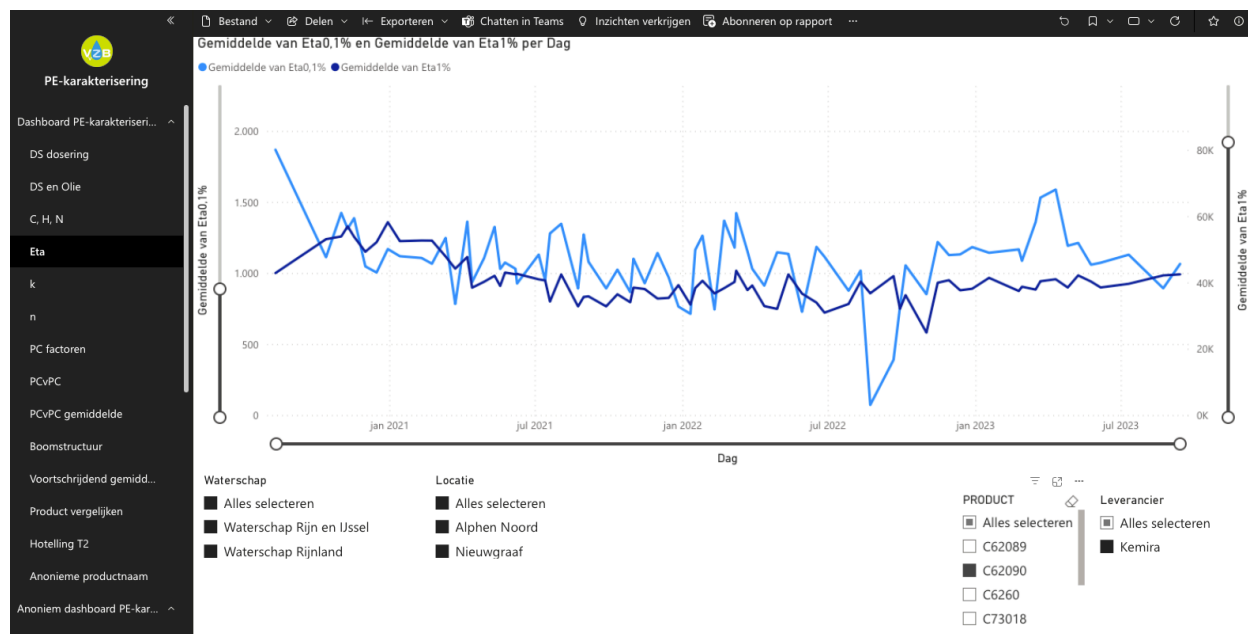
Figuur 6: voorbeeld van een boomstructuur om voor een locatie snel de beschikbare data op te zoeken en een overzicht te krijgen van eventuele afwijkende monsters.



4.3.2 Ontwikkeling van parameters in de tijd

Via een aantal deelmenu's kan per PE soort bekeken worden hoe de kwaliteit van een parameter zich in de loop van de tijd ontwikkeld heeft. Daarbij kunnen alle monsters van alle waterschappen voor hetzelfde PE soort in één overzicht worden samengebracht of er kan worden gekozen om alleen de gegevens voor een waterschap of locatie weer te geven.

Figuur 7: voorbeeld van een plot van twee viscositeitsparameters als functie van de tijd.

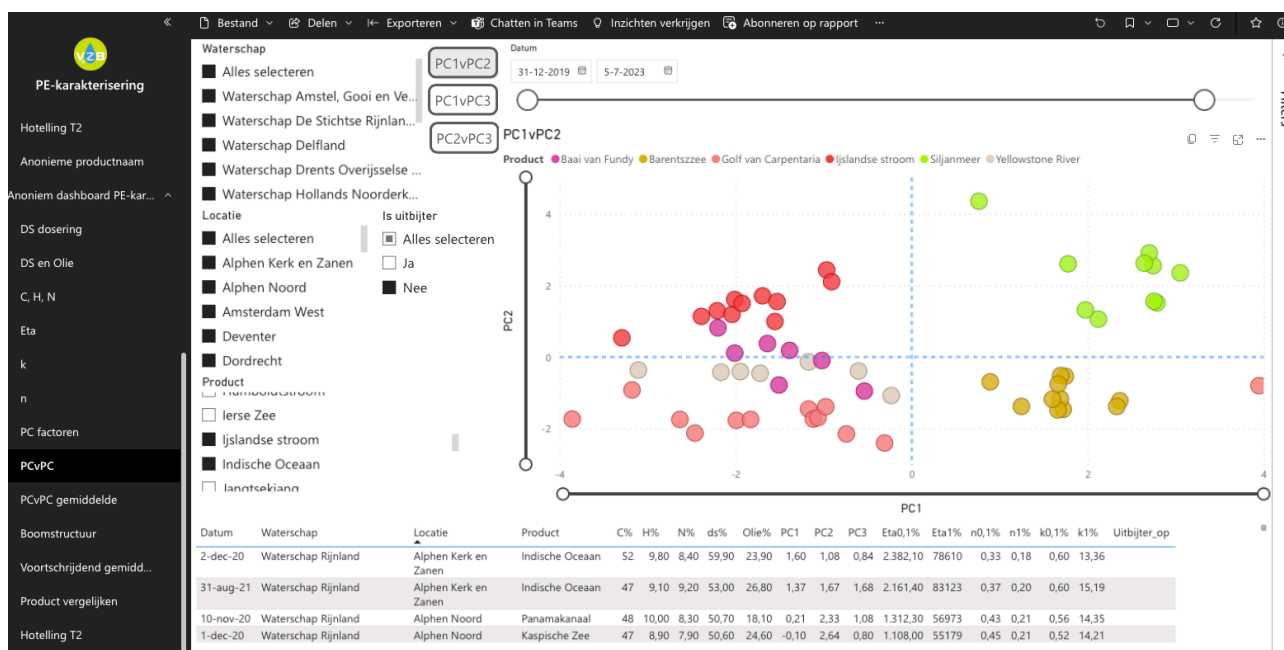


4.3.3 Vergelijking PE soorten via Principele Componenten Analyse

Om verschillen tussen PE soorten te ontdekken, moeten de diverse gemeten parameters van PE-monsters met elkaar worden vergeleken. Dit is complex omdat de 11 karakteristieke variabelen gelijktijdig moeten worden geanalyseerd. Een methode om dit te vereenvoudigen, is het uitvoeren van een principele componenten analyse (PCA). Deze techniek vermindert het aantal dimensies van 11 tot een hanteerbaar niveau door het combineren van sterk gecorreleerde parameters tot nieuwe principele componenten. Hierdoor wordt duidelijk welke variabelen vergelijkbare informatie over de dataset verschaffen, wat de analyse vereenvoudigt. PCA projecteert de data op een nieuw assenstelsel om de spreiding in de dataset optimaal weer te geven. Deze nieuwe assen (de principele componenten) vormen in feite nieuwe variabelen die een optelsom zijn van de oorspronkelijke variabelen met elk een andere weegfactor die afhangt van de correlaties.

In PowerBI wordt deze analyse op de achtergrond uitgevoerd op basis van een weging die gedaan is met een dataset over de periode van 2001 en 2002. Deze analyse toont aan dat met 3 nieuwe parameters (die opgebouwd zijn uit de oorspronkelijke parameters) de variatie in de dataset goed kan worden weergegeven. Op deze manier kunnen verschillende PE soorten snel met elkaar vergeleken worden en daaruit kunnen dan conclusies worden getrokken of PE soorten veel of weinig overeenkomsten vertonen.

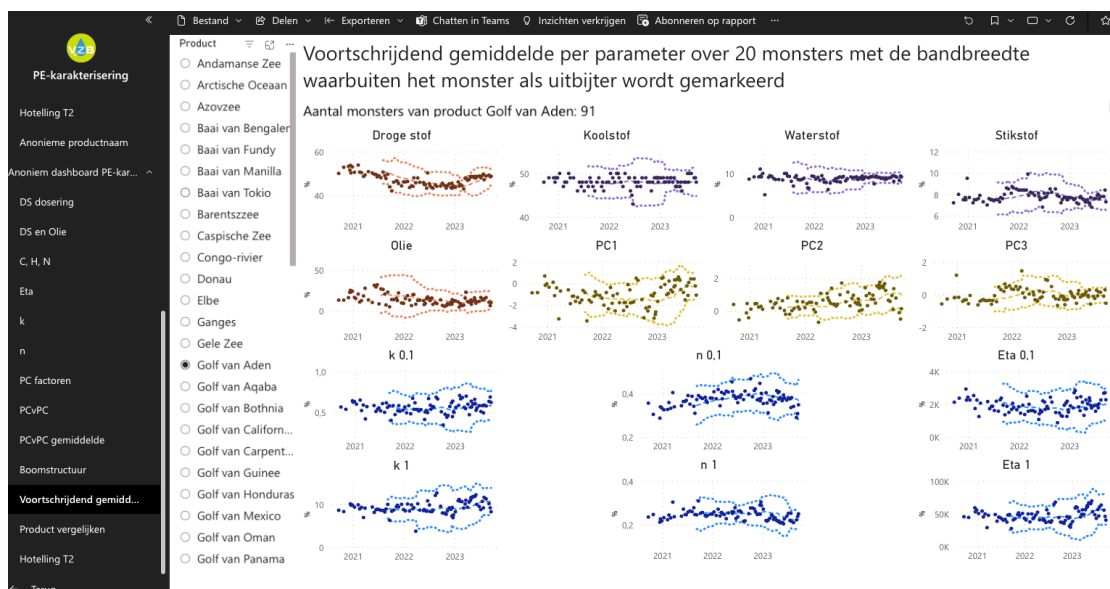
Figuur 8: voorbeeld van een plot van de eerste twee principele componenten voor een aantal PE soorten. Bollen van dezelfde kleur geven een PE soort weer. De figuur laat zien dat een aantal PE soorten duidelijk verschillen van elkaar terwijl anderen vergelijkbaar zijn.



4.3.4 Vergelijking met voortschrijdend gemiddelde

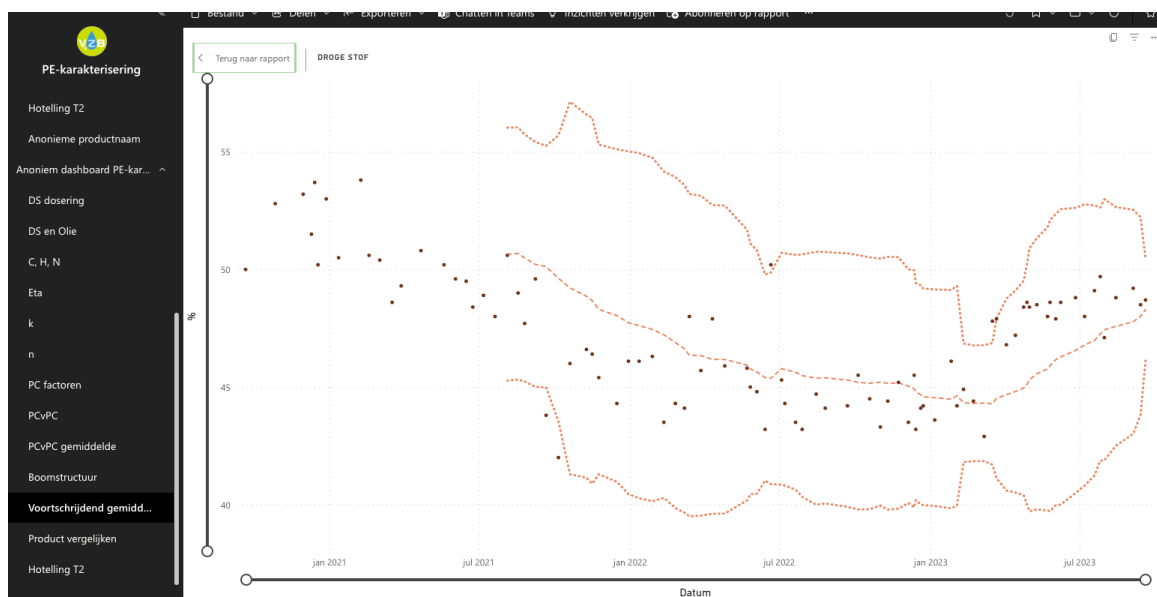
Het PE dashboard berekent continu een voortschrijdend gemiddelde voor de verschillende parameters van een PE soort en de bijbehorende standaarddeviatie. In een apart menu wordt dit voortschrijdende gemiddelde getoond en een bandbreedte eromheen van twee keer de standaarddeviatie. Hierdoor kunnen eenvoudig in één overzicht alle trends in de ontwikkeling van de kwaliteit worden gevolgd. Vanuit dit menu kan ook eenvoudig worden ingezoomd op een bepaalde parameter. In dit menu worden voor een PE soort alle beschikbare data gebruikt (dus van alle waterschappen) en kan niet ingezoomd worden per waterschap of locatie (dit kan wel in andere menu's zie 4.3.2).

Figuur 9: voorbeeld van het dashboard met voortschrijdende gemiddelden en standaarddeviaties voor een geanonimiseerde PE soort.



Het dashboard hierboven laat bijvoorbeeld zien dat er een interessante ontwikkeling is in het percentage actief PE bij dit PE type en hierop kan dan verder worden ingezoomd zoals te zien is in onderstaande figuur.

Figuur 10: inzoom mogelijkheid voor de ontwikkeling van een enkele parameter in de tijd, in dit geval droge stof % van het PE.

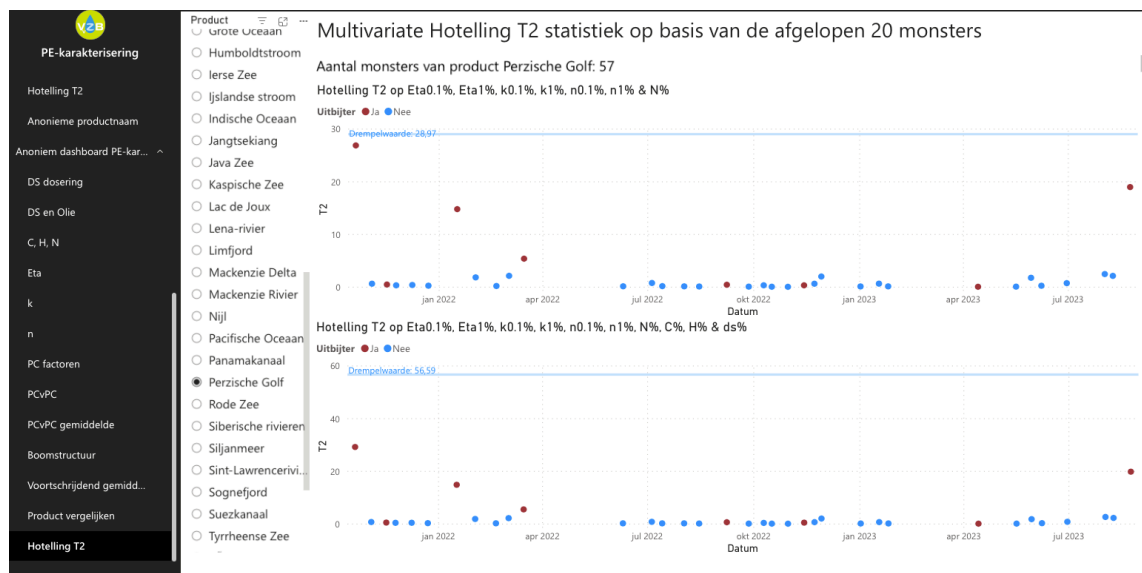


4.3.5 Hotelling T² uitbijter analyse

Een andere manier om alle meetresultaten van de verschillende parameters in samenhang te bekijken is door gebruik te maken van zogenaamde multivariate controlekaarten, ook wel een Hotelling T² controle kaart genoemd. In zo'n kaart wordt voor elk datapunt de afstand bepaald van het datapunt tot het gemiddelde van alle datapunten samen. Dit gebeurt dan in een n-dimensionale ruimte waarbij n het aantal parameters is dat gemeten wordt. In feite gebeurt dus ongeveer hetzelfde als bij een principale componenten analyse. In tegenstelling tot de principale componenten analyse geeft deze methode minder inzicht in de reden van een afwijking maar is hij wel beter geschikt om uitbijters te vinden. Deze methode vergt wel minimaal 20 monsters om voldoende data te hebben om uitspraken te kunnen doen en is daarom nog niet voor alle PE soorten beschikbaar.

De onderstaande figuur geeft een voorbeeld van zo'n controle kaart. De methode wordt daarbij op alleen alle 6 viscositeit parameters en stikstof (bovenste figuur) en deze parameters plus droge stof (activiteit), koolstof en waterstof. Rode punten in de figuur zijn monsters die via een 1-dimensionale toetsing als uitbijter zijn aangewezen. De kwaliteit van een monsters is volgende de Hotelling T2 methode alleen een uitbijter als deze boven de blauwe lijn uitkomt.

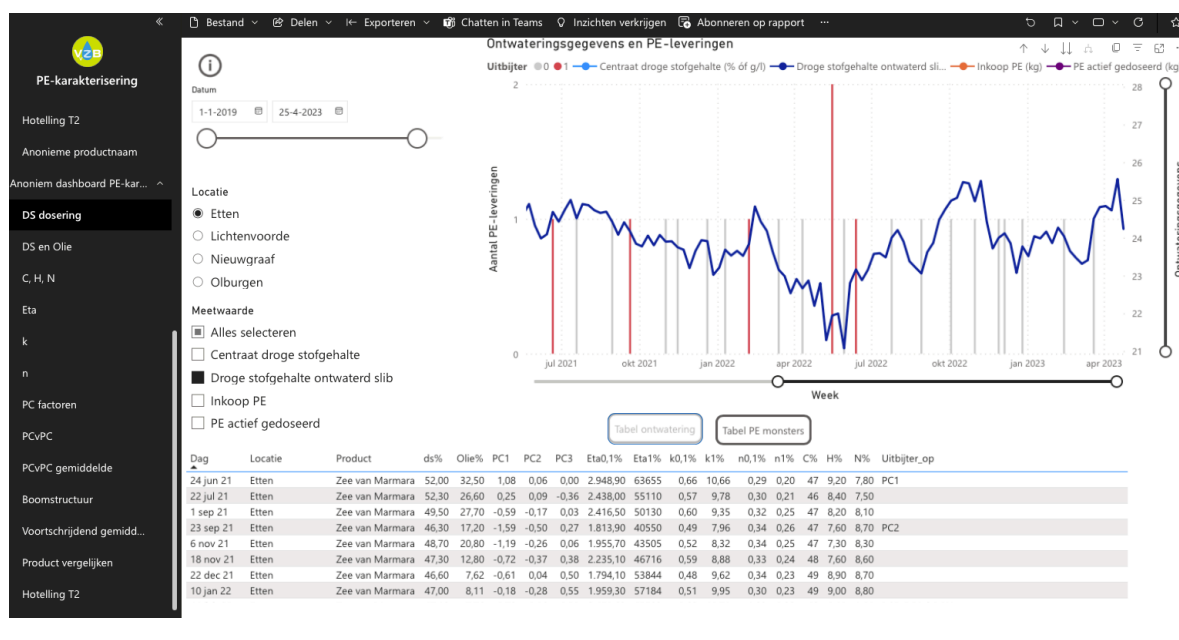
Figuur 11: voorbeeld van een Hotelling T2 analyse voor een PE soort.



4.3.6 Koppeling met data slibontwatering

Tenslotte is in het PE dashboard een mogelijkheid geschapen om een koppeling te maken met de slibontwateringsdata van een waterschap. In dit dashboard kan het verloop van de ontwateringspresentatie worden gevolgd en kan worden gezien of er afwijkingen zijn in de PE kwaliteit die wellicht invloed hebben gehad op de ontwatering. Dit vergt wel dat het waterschap haar data via Z-info openstelt voor de PowerBI applicatie en dit is op dit moment alleen voor waterschap Rijn en IJssel geïmplementeerd.

Figuur 12: voorbeeld van een dashboard slibontwatering. In een grafiek kan het ontwateringsresultaat (droge stof, PE verbruik, centraat kwaliteit) vergeleken worden met de momenten van levering. Grijze balken zijn normale leveringen en rode balken zijn leveringen waarbij een kwaliteitsparameter buiten de normale bandbreedte lag.



4.4 Interacties met PE-leveranciers

De werkgroep heeft actief de interactie gezocht met de PE-leveranciers om in gesprek te komen over trends en ontwikkelingen in de kwaliteit van een PE soort als daar aanleiding toe was. Doordat de waterschappen nu zelf beschikking hebben over data en een meetmethode, zorgt dit ervoor dat de leveranciers ook hun eigen data beginnen te delen. Hierdoor ontstaat er een beter zicht op de kwaliteit analyses die zij zelf uitvoeren.

Drie leveranciers hebben informatie gegeven over de kwaliteitsanalyses die zij zelf uitvoeren. De mate waarin informatie gedeeld wordt verschilt en sommige leveranciers lijken meer analyses uit te voeren dan anderen. De leverancier (leverancier A) die het meest uitvoerig de kwaliteit meet doet dat via de volgende bepalingen:

1. Meting van droge stof
2. Meting van acrylamide residu
3. Meting van de bulk viscositeit op de emulsie
4. Meting van de viscositeit van een 0,x% oplossing in een sterke zoutoplossing
5. Meting van de viscositeit van een 0,x% oplossing in water
6. Meting van aanwezigheid vaste delen in het monster

Een tweede leverancier (leverancier B) geeft aan ook bepalingen 1 tot en met 4 uit te voeren. De condities waarop de bepaling 3 en 4 worden uitgevoerd verschillen echter van die van de andere leverancier. De verkregen meetwaarden zijn daarom niet vergelijkbaar. Een derde leverancier (leverancier C) gaf aan alleen informatie over bepalingen 1 tot 3.

Leverancier A en B geven aan dat bepaling 4 hen vooral informatie geeft over het molecuulgewicht van het monster. Een hogere viscositeit betekent dan een hoger molecuulgewicht. De bepaling wordt in zoute omstandigheden uitgevoerd omdat daardoor eventuele effecten van de lading van het polymeer op de viscositeit door het zout worden geneutraliseerd. Leverancier A geeft verder aan dat bepaling 5 hen extra informatie geeft over de structuur.

De belangrijkste verschillen met de karakterisering zoals die door Intertek wordt uitgevoerd zijn:

- De leveranciers doen geen extractie om het pure PE in handen te krijgen. Dit is voor hen ook niet nodig omdat zij de samenstelling van hun product kennen en ook niet PE soorten onderling hoeven te vergelijken.
- Intertek bepaalt de viscositeit als functie van de afschuifspanning omdat de viscositeit hiervan afhankelijk is. De leveranciers meten bij één bepaalde afschuifspanning met een simpeler apparaat. Op basis van de informatie die we nu hebben doen zij dit niet op dezelfde manier waardoor de viscositeiten die zij rapporteren ook niet onderling te vergelijken zijn.
- De leveranciers bepalen ook de viscositeit bij een hoge zoutconcentratie en dit doet Intertek niet. Dit is wel een interessante aanpak omdat hierdoor het effect van de lading kan worden uitgesloten waardoor de bepaling vooral iets zegt over het molecuulgewicht (en structuur). Dit is wel de reden dat Intertek de viscositeit meet bij verschillende concentraties om zo toch ook verschillen door lading en structuur mee te nemen.

Tenslotte geven de PE-leveranciers aan dat zij de olie bepaling zoals die door Intertek wordt gedaan niet vertrouwen. Het oliegehalte zou veel constanter moeten zijn dan de bepaling die Intertek aangeeft omdat dit bepaald wordt door de receptuur. Intertek geeft zelf ook een grote foutenmarge aan voor deze bepaling. De PE-leveranciers geven aan zelf ook problemen te hebben met de bepaling van het oliegehalte.

5 Voorbeelden van gebruik van de data

5.1 Inleiding

In dit hoofdstuk worden voorbeelden gegeven van de manier waarop de data die gegenereerd wordt gebruikt kunnen worden in de praktijk. De voorbeelden zijn gebaseerd op echte data maar zijn geanonimiseerd. Eerst wordt besproken hoe de informatie over de kwaliteit gebruikt kan worden bij het aanbesteden van het PE gebruik. Daarna wordt besproken hoe de data gebruikt kunnen worden als de aanbesteding eenmaal is geweest en er sprake is van een reguliere aanlevering.

5.2 Gebruik bij een aanbesteding

In dit voorbeeld heeft een waterschap een aanbesteding uitgevoerd en daarvoor zijn vijf verschillende PE types getest in de praktijk. Bij een dergelijke aanbesteding kunnen er verschillende vragen spelen:

1. Hoe verschillen deze 5 types van elkaar qua samenstelling;
2. Is de kwaliteit van het geteste PE representatief voor de normale kwaliteit;
3. Is er een relatie te leggen tussen de kwaliteit en het ontwateringsresultaat.

Voor deze aanbesteding is elke deelvraag apart bekeken en de resultaten zijn hieronder samengevat.

5.2.1 Verschillen tussen de geselecteerde PE types

De tabel hieronder geeft de resultaten van de kwaliteitsbepaling van monsters van de vijf PE soorten die in deze aanbesteding hebben meegedaan. In de tabel wordt de kwaliteit vergeleken met de kwaliteit van het PE dat tot dan toe gebruikt werd op deze locatie (polymeer A).

Tabel 3: vergelijking van de kwaliteit van de vijf geteste PE soorten bij de aanbesteding. Blauwe velden markeren waarden die duidelijk hoger zijn dan polymeer A en bruine velden markeren waarden die duidelijk lager zijn.

Polymeer	A (oud)	B	C	D	E
Actief aandeel	42	50	49	45	46
Minerale Olie gehalte	16	14	22	23	24
Koolstof	48	48	50	47	48
Waterstof	10	10	8,8	10	9,3
Stikstof	8,3	8,5	9,8	8,3	8,2
Eta bij 0.1 rad/s conc 0.1 %	2200	2300	2000	2300	3400
Eta bij 0.1 rad/s conc 1 %	54000	59000	34000	52000	78000
Vloei consistentie index k conc 0.1 %	0,58	0,52	0,46	0,57	0,66
Vloei consistentie index k conc 1 %	9,9	9,7	7,1	9,2	12
Vloeigedrag index n conc 0.1 %	0,32	0,3	0,31	0,31	0,25
Vloeigedrag index n conc 1 %	0,3	0,2	0,27	0,21	0,18

De tabel laat zien dat PE types B en D veel overeenkomsten vertonen met het oude PE terwijl PE types C en E een duidelijk andere samenstelling hebben. Als de kwaliteit van B en D inderdaad vergelijkbaar is met A dan verwacht je ook vergelijkbare resultaten bij de aanbesteding en zal de concurrentie eerder op prijs zijn. Types C en E zijn duidelijk anders en zouden dus tot andere ontwateringsresultaten kunnen leiden.

In dit geval heeft de vergelijking tussen de PE soorten die gebruikt worden in de aanbesteding achteraf plaatsgevonden. Deze vergelijking zou echter ook vooraf kunnen gebeuren. Op deze manier zou een waterschap ervoor kunnen kiezen om juist bewust heel verschillende PE soorten te testen of wellicht juist PE soorten uit te sluiten omdat bekend is dat een bepaalde kwaliteit niet goed samengaat met het slib dat ontwaterd moet worden.

5.2.2 Representativiteit van het gebruikte PE

Tijdens de aanbesteding wordt een hoeveelheid PE gebruikt voor de mini-competitie. Daarbij is het belangrijk om te weten of het gebruikte PE representatief is voor wat normaal bekend is voor dit PE en/of het PE dat in de toekomst geleverd zal worden. Een leverancier zou bijvoorbeeld kunnen kiezen om bij de mini-competitie een extra goede kwaliteit in te zetten om daarna als hij eenmaal gewonnen heeft een lagere kwaliteit te gaan leveren.

Als voorbeeld vergelijkt de tabel hieronder de kwaliteit van twee van de vijf PE's die voor de aanbesteding zijn gebruikt met de kwaliteit die in de database bekend is voor deze PE's. Deze vergelijking laat zien dat met name PE B op een aantal punten afwijkt van wat als normaal zou kunnen worden gezien voor dit PE. Vooral het actief aandeel van dit monster is opvallend hoger dan de analyses normaal laten zien. Dit kan ertoe leiden dat het PE verbruik voor dit PE type tijdens de aanbesteding lager uitvalt dan deze bij regulier gebruik zal zijn.

Tabel 4: vergelijking van de kwaliteit van het tijdens de aanbesteding gebruikte PE in vergelijking met de gemiddelde samenstelling van dit PE uit de database van de PE karakterisering. Blauwe waarden markeren een afwijking van de gemiddelde waarde groter dan 1x de standaard deviatie. Omwille van vertrouwelijkheid van de data is de absolute waarde van het aandeel actief enigszins aangepast, maar verschillen zijn conform de metingen.

	PE A				PE B		
	Monster	Gemiddeld	St. dev		Monster	Gemiddeld	St. dev
Actief aandeel	42	42	3		50	47	2
Minerale Olie gehalte	16	22	5		14	21	6
Koolstof	48	47	1		48	48	2
Waterstof	10	9	1		10	9	1
Stikstof	8,3	8,5	0,2		8,5	8,3	0,3
Eta bij 0.1 rad/s conc 0.1 %	2200	2000	200		2300	1900	400
Eta bij 0.1 rad/s conc 1 %	54000	52000	3000		59000	48000	7000
Vloei consistentie index k conc 0.1 % a	0,58	0,54	0,05		0,52	0,46	0,05
Vloei consistentie index k conc 1 % a	9,9	9,7	0,4		9,7	8,6	0,8
Vloeiedrag index n conc 0.1 % p	0,32	0,33	0,01		0,30	0,33	0,03
Vloeiedrag index n conc 1 % p	0,30	0,22	0,01		0,20	0,23	0,02

5.2.3 Relatie tussen kwaliteit en prestatie

Tenslotte is het de vraag in hoeverre er een relatie is tussen de kwaliteit van een PE en de prestatie. Zoals hierboven aangegeven is de kwaliteit van de PE's A, B en D enigszins vergelijkbaar en dan verwacht je ook een vergelijkbare prestatie. PE types C en E waren duidelijk anders en leiden dan ook mogelijk tot een ander ontwateringsresultaat.

Tabel 5 op de volgende bladzijde geeft de resultaten van de minicompetitie voor de verschillende PE soorten. Een belangrijk aandachtspunt is dat voor een aantal PE soorten de opgegeven activiteit significant afwijkt van de gemeten activiteit. Daarom is in de tabel zowel het PE verbruik vermeld op basis van de opgegeven activiteit en de gemeten activiteit.

De tabel laat zien dat conform verwachting PE A en B vrijwel dezelfde ontwateringsresultaten geven. PE D geeft daarentegen echter een duidelijk ander ontwateringsresultaat dan PE A en B. Dit afwijkende resultaat is mogelijk te verklaren vanuit een andere strategie van de leverancier. Wellicht heeft deze leverancier ingezet op een beter ontwateringsresultaat in de hoop dat dit zou opwegen tegen een hoger PE verbruik in de EMVI score.

PE C laat een duidelijk ander ontwateringsresultaat zien dan de andere PE's en heeft ook een duidelijk andere samenstelling die niet goed lijkt te matchen met dit slib. PE D heeft ook een andere samenstelling dan PE A en B en leidt bij dit PE tot vergelijkbare ontwateringsresultaten, maar wel met een hoger verbruik.

Als dergelijke analyses vaker worden gedaan bij de aanbesteding van de PE's voor een slib ontstaat op een gegeven moment een beeld van de PE types en de eigenschappen ervan die passen bij het desbetreffende slibtype. Op die

manier kan bij aanbestedingen in de toekomst gericht gekozen worden tussen PE types die goed met elkaar kunnen concurreren. Het voorbeeld van deze aanbesteding laat bijvoorbeeld zien dat het in de toekomst waarschijnlijk niet heel zinnig is om PE's mee te laten doen die in samenstelling lijken op die van PE C.

Tabel 5: Ontwateringsresultaten voor de verschillende PE types tijdens de aanbesteding. Blauwe velden markeren waarden die duidelijk hoger zijn dan polymeer A en bruine velden markeren waarden die duidelijk lager zijn. Het PE verbruik is weergegeven op basis van de opgegeven activiteit en de gemeten activiteit. Omwille van vertrouwelijkheid van de data is de daadwerkelijke activiteit niet vermeld, maar alleen het verschil tussen de opgegeven en gemeten activiteit.

Polymeer	A	B	C	D	E	
Droge stof (%)	21,8	21,8	18,0	23,1	22,0	
PE verbruik (g actief/kg ds)	14,2	12,9	9,1	16,8	15,6	obv opgegeven actief%
	14,6	15,1	11,0	18,9	16,7	obv gemeten actief%
Centraat (mg/l)	500	620	6100	560	180	
Koppel (kNm)	4,7	4,9	3,1	6,0	4,5	
Verschiltoerental (rpm)	4,4	4,0	5,7	3,6	4,2	
Droge stof:						
Verskil met opgave leverancier	-1	+7	+8	+5	+3	Positief getal: werkelijke waarde is groter dan opgave leverancier

5.2.4 Conclusie

Dit voorbeeld laat zien dat inzicht in de samenstelling van een PE type kan helpen bij het verkrijgen van inzicht in de resultaten van een aanbesteding. Het kan ook helpen om te voorkomen dat leveranciers een bepaalde kwaliteit gebruiken voor de aanbesteding en vervolgens een andere kwaliteit leveren.

5.3 Gebruik bij reguliere aanlevering

Zodra na een aanbesteding de reguliere aanlevering plaatsvindt kunnen de kwaliteitsmetingen inzicht geven in relaties tussen eventuele afwijkende ontwateringsresultaten en de PE kwaliteit. De volgende paragrafen geven hiervoor een paar praktijkvoorbeelden.

5.3.1 Manieren van gebruik: actieve en passieve aanpak

Er zijn grofweg twee manieren om gebruik te maken van de kwaliteitsgegevens. Er kan worden gekozen voor een **passieve** en een **actieve** aanpak. Bij de passieve aanpak wordt er pas actie ondernomen zodra de database aangeeft dat er sprake is van een afwijkende waarde die buiten de tolerantie valt. Dit is de aanpak die de eerste twee jaar is gevolgd voordat het PE dashboard ter beschikking kwam. De meetdata laat echter nogal wat variatie zien doordat er sprake is van meeton nauwkeurigheden. Daarom is het moeilijk om een goede bandbreedte vast te stellen voor een alarmeringswaarde. Deze wordt dan snel te streng gezet waardoor die leidt tot veel valse alarmeringen of hij wordt juist weer te breed gezet en dan worden trends in afwijkingen niet snel genoeg gesignaleerd.

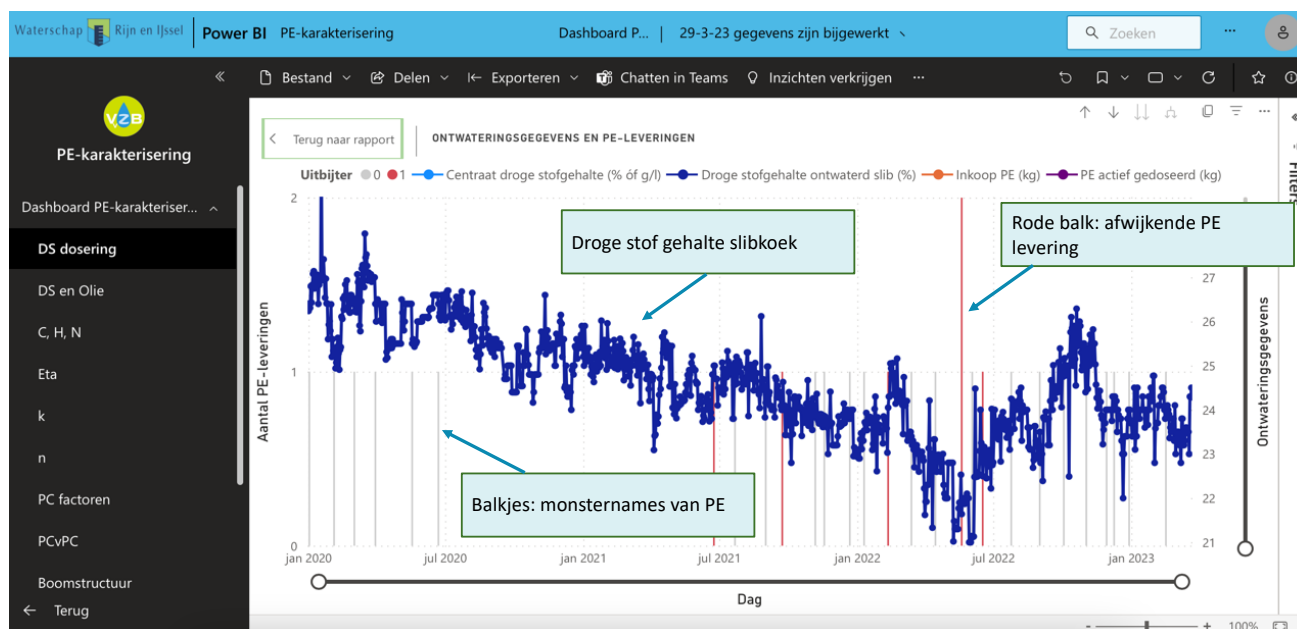
Een tweede vorm van een passieve aanpak kan zijn om de PE kwaliteitsdata alleen te bekijken als er sprake is van opvallende afwijkingen in de slibontwatering. Een controle van de kwaliteitsdata kan dan informatie geven of deze verandering veroorzaakt kan worden door veranderingen in de kwaliteit. Hiervoor is het wel belangrijk dat een waterschap dan ook regelmatig monsters aanlevert voor controle omdat anders misschien geen data beschikbaar is rondom het moment dat deze afwijking plaatsvond.

Tenslotte kan gekozen worden voor een **actieve** benadering door gebruik te maken van het PE dashboard. Door regelmatig (bijvoorbeeld 1x/2 maanden) in te loggen in het dashboard kan iemand met verstand van zaken van de slibontwatering de gegevens van de gebruikte PE soorten analyseren en eventuele trends signaleren. Als er sprake is van een vreemde trend kan dit dan aanleiding zijn om nader te kijken naar de slibontwateringsgegevens en/of contact te zoeken met de leverancier.

5.3.2 Reageren op incidenten

Het dashboard PE karakterisering kan een waterschap helpen om te analyseren of bepaalde leveringen van afwijkende kwaliteit effecten hebben gehad. De onderstaande figuur laat zien dat voor deze locatie het droge stof gehalte van de slibkoek langzaam is gaan dalen. Deze trend stopt op een gegeven moment en daarna wordt het ontwateringsresultaat weer beter. Opvallend is dat de dalende trend stopt net nadat er een PE levering is geweest met een kwaliteit die afwijkend is van de periode ervoor. Dit kan aanleiding zijn om het gesprek aan te gaan met de leverancier om te zien of die afwijkende kwaliteit wellicht beter past bij de eigenschappen van het slib op dat moment.

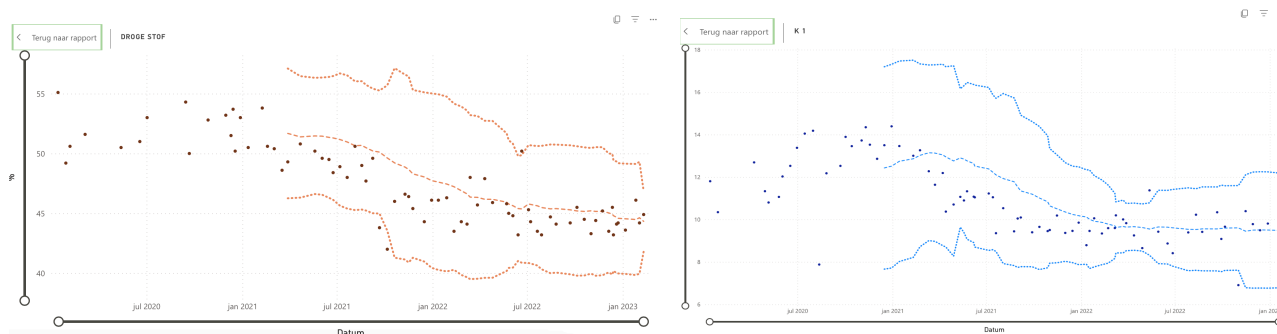
Figuur 13: voorbeeld van een het dashboard slibontwatering.



5.3.3 Trendanalyse

Door regelmatig trends in de PE kwaliteit te bekijken in het PE dashboard kan een waterschap reageren op veranderende kwaliteiten van het geleverde PE. De onderstaande figuren geven twee voorbeelden waarbij de kwaliteit van het PE langzaam maar zeker aan het veranderen blijkt. Ook dit kan weer aanleiding zijn om het gesprek aan te gaan met de leverancier om achterliggende oorzaken te achterhalen.

Figuur 14: voorbeeld waarbij de kwaliteit van een PE soort langzaam aan het veranderen is in de loop van de tijd



6 Conclusies en aanbevelingen

De waterschappen zijn nu sinds januari 2020 bijna 4 jaar op weg met het analyseren van de kwaliteit van de PE die zij krijgen aangeleverd. Inmiddels is er een database beschikbaar waarin bijna 1500 analyseresultaten zijn opgenomen. Van ongeveer 35 PE types is hiermee informatie beschikbaar over de gemiddelde ofwel "normale" kwaliteit voor dit type PE. Hiermee kunnen waterschappen hun voordeel doen om inzicht te krijgen in veranderingen of afwijkingen in de kwaliteit en de invloed ervan op het ontwateringsresultaat.

De ervaring van de afgelopen jaren laat wel zien dat de data moeilijk toegankelijk is voor de waterschappen en ook nog eens moeilijk te interpreteren. Daarom is eind 2022 besloten om deze data beter te ontsluiten via een "dashboard" in PowerBI. Dit dashboard is in April 2023 via een webinar gepresenteerd en toegankelijk gemaakt voor de waterschappen.

Voor de deelnemers in de PE werkgroep maakt deze stap de data veel toegankelijker en enkele werkgroepleden zijn hiermee actief aan de slag en dit leidt ook tot goede gesprekken met de PE leveranciers. Onzeker is echter nog in welke mate het dashboard ook buiten deze actieve groep gebruikt wordt. Daarom wil de PE werkgroep zichzelf versterken met nog enkele leden om het draagvlak te verbreden en op die manier ook meer ondersteuning te kunnen bieden aan waterschappen die met dit gereedschap aan de gang willen gaan.

Het contract met Intertek kan nog maar een keer verlengd worden tot en met eind 2024. Het is de aanbeveling van de werkgroep om deze verlenging door te zetten. De resultaten tot nu toe zijn bemoedigend en het maakt het mogelijk om meer ervaring op te doen met het PE dashboard die begin dit jaar is ingevoerd.

Bovendien biedt dit dan ook de mogelijkheid om samen met de werkgroep een nieuwe aanbesteding goed voor te bereiden en lessen te trekken uit de resultaten die tot nu toe zijn bereikt. Zo laten de gesprekken met de PE leveranciers nu zien dat zij zelf een iets andere manier gebruiken om de viscositeit van hun monsters te bepalen. Overwogen kan worden om de methode van de waterschappen daar beter bij te laten aansluiten met behoud van de specifieke aspecten die de waterschappen zelf hebben ontwikkeld en die extra informatie leveren. Omdat de tot nu toe verkregen resultaten erg bepaald wordt door de meetmethode is het wel belangrijk om daarin ook continuïteit te houden.