

(Contract 071187)

**Proefronde stabiliteitsbepaling  
compost met  
respirometrische methode**  
Finaal rapport

C. Vanhoof, J. De Wit en K. Tirez

**Studie uitgevoerd in opdracht van de OVAM**

2008/MIM/R/016

**VITO - Milieumetingen**

**Februari 2008**

Alle rechten, waaronder het auteursrecht, op de informatie vermeld in dit document berusten bij de Vlaamse Instelling voor Technologisch Onderzoek NV (“VITO”), Boeretang 200, BE-2400 Mol, RPR Turnhout BTW BE 0244.195.916.

De informatie zoals verstrekt in dit document is vertrouwelijke informatie van VITO. Zonder de voorafgaande schriftelijke toestemming van VITO mag dit document niet worden gereproduceerd of verspreid worden noch geheel of gedeeltelijk gebruikt worden voor het instellen van claims, voor het voeren van gerechtelijke procedures, voor reclame of antireclame en ten behoeve van werving in meer algemene zin aangewend worden.



# INHOUDSTABEL

<b>1</b>	<b>INLEIDING .....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>BELANG VAN DE RESPIROMETRISCHE METHODE .....</b>	<b>4</b>
2.1	ALGEMEEN PRINCIPE.....	4
2.2	UITVOERING VAN DE TEST .....	4
2.3	MOTIVERING .....	5
2.4	ONTWIKKELING VAN EEN NIEUWE METHODE – EVOLUTIE EN STAND VAN ZAKEN .....	5
2.5	IMPLEMENTATIE RESPIROMETRISCHE PROEF VOOR STABILITEITSBEPALING VAN COMPOST .....	6
<b>3</b>	<b>PLANNING EN ORGANISATIE.....</b>	<b>8</b>
3.1	WERKGROEPVERGADERINGEN COMPOST – INTRODUCTIE RESPIRATIEMETHODE.....	8
3.2	ORGANISATIE PROEFRONDEN.....	9
<b>4</b>	<b>PROEFRONDE 1: ORGANISATIE EN RESULTATEN .....</b>	<b>11</b>
4.1	ORGANISATIE PROEFRONDE 1 .....	11
4.2	RESULTATEN PROEFRONDE 1 .....	12
4.2.1	<i>Jonge groencompost.....</i>	<i>12</i>
4.2.2	<i>GFT compost.....</i>	<i>16</i>
4.2.3	<i>Controlemonster .....</i>	<i>18</i>
4.3	BESLUIT PROEFRONDE 1 .....	19
<b>5</b>	<b>PROEFRONDE 2: ORGANISATIE EN RESULTATEN .....</b>	<b>21</b>
5.1	ORGANISATIE PROEFRONDE 2 .....	21
5.2	RESULTATEN PROEFRONDE 2 .....	22
5.2.1	<i>Groencompost.....</i>	<i>24</i>
5.2.2	<i>GFT compost.....</i>	<i>25</i>
5.2.3	<i>Digestaat monster .....</i>	<i>27</i>
5.2.4	<i>Bijkomende opmerkingen .....</i>	<i>28</i>
5.2.5	<i>Besluit proefronde 2.....</i>	<i>30</i>
5.3	BEPALING VAN DE DROGE STOF EN ORGANISCHE STOF .....	30
5.4	TOETSING RIJPHEIDSGRAAD MET RESPIRATIEPROEF.....	32
5.5	BESLUIT PROEFRONDE 2 .....	35
<b>6</b>	<b>TESTEN CONTROLEMONSTER.....</b>	<b>37</b>
<b>7</b>	<b>BESLUIT .....</b>	<b>41</b>

## LIJST VAN TABELLEN

Tabel 1: Informatie laboratoria ivm uitvoering proef .....	12
Tabel 2: Resultaten groencompostvoor $n_{O_2}$ – verwerking 1 .....	13
Tabel 3: Groencompost - Gemiddeld zuurstofverbruik in functie van de begindruk.....	14
Tabel 4: Groencompost: Begindruk berekend uit stdev van de blancogecorrigeerde drukwaarden tussen 0 en 0,5 dagen.....	15
Tabel 5: Resultaten GFT compostvoor $n_{O_2}$ – verwerking 1.....	16
Tabel 6: GFT compost - Gemiddeld zuurstofverbruik in functie van de begindruk.....	17
Tabel 7: GFT compost: Begindruk berekend uit stdev van de blancogecorrigeerde drukwaarden tussen 0 en 0,5 dagen.....	18
Tabel 8: Controlemonster - Gemiddeld zuurstofverbruik in functie van de begindruk .....	19
Tabel 9: Resultaten proefronde 2 voor groencompost, GFT compost en digestaat.....	23
Tabel 10: Resultaten droge stof en organische stof van digestaat.....	28
Tabel 11: Voorbeeld bepaling begindruk van het reactieproces.....	29
Tabel 12: Bepaling van DS en OS vóór en na zeven < 10 mm.....	30
Tabel 13: DS en OS in functie van de zeeffractie van compost .....	31
Tabel 14: Bepaling van organische stof op schorscomposten.....	32
Tabel 15: Indeling compostmonsters i.f.v. stabiliteitsproef.....	33
Tabel 16: Voorstel klassenindeling bij Oxitop® resultaten.....	34
Tabel 17: Overzicht testen controlemonster .....	37

## LIJST VAN FIGUREN

Figuur 1. Foto van de Oxitop® op het schudtoestel: links blanco, rechts een compoststaal ...	5
Figuur 2: Jonge groencompost: drukdaling i.f.v. de tijd.....	13
Figuur 3: Invloed van het gewicht op de drukdaling .....	14
Figuur 4: Berekening $p_{begin}$ met bijhorende $t_{begin}$ (vb. data van Lab 1).....	15
Figuur 5: GFT compost: drukdaling i.f.v. de tijd .....	17
Figuur 6: Controlemonster: drukdaling i.f.v. de tijd.....	19
Figuur 7: Jonge groencompost: drukdaling i.f.v. de tijd.....	24
Figuur 8: Resultaten proefronde voor jonge groencompost .....	25
Figuur 9: GFT compost: drukdaling i.f.v. de tijd .....	26
Figuur 10: Resultaten proefronde voor GFT compost .....	26
Figuur 11: Digestaat monster: drukdaling i.f.v. de tijd.....	27
Figuur 12: Resultaten proefronde voor digestaat monster.....	27
Figuur 13: Evaluatie respiratieproef t.o.v. de rijpheidsgraad .....	34
Figuur 14: Drukverloop bij glucose standaard– test nr 1 .....	38
Figuur 15: Drukverloop bij glucose/glutamineuur mengsel – test nr 4.....	38
Figuur 16: Drukverloop bij glucose/glutaminezuur mengsel pH 8.4 – test nr 6 .....	39
Figuur 17: Drukverloop bij natriumbenzoaat oplossing pH 8.1 – test nr 7 .....	39



## SAMENVATTING

De huidige methode voor de bepaling van stabiliteit van compost laat geen differentiatie toe naar stabiliteit van compost voor een aantal nieuwe types compost (jonge VLACO compost). Uit onderzoek (uitgevoerd door OWS in opdracht van VLACO vzw) is gebleken dat Oxitop<sup>®</sup> (respirometrische methode) mogelijks voor alle compost producten kan worden ingezet. Door OVAM werd aan VITO gevraagd de uit het OWS onderzoek afgeleide procedure om te zetten in een CMA procedure en de methode te helpen implementeren in de erkende laboratoria

Een procedure voor het uitvoeren van de respiratieproef voor compost werd uitgeschreven in een ontwerp CMA methode CMA/2/IV/25 (versie september 2007) en is toegevoegd in Bijlage C. In 2007 werden 2 proefronden georganiseerd voor de implementatie van de uitgewerkte procedure in de erkende laboratoria. De praktische uitvoeringswijze van de respiratieproef werd door de verschillende laboratoria grotendeels zonder problemen geïmplementeerd. De voornaamste knelpunten situeerden zich rond de berekeningswijze en de keuze van een geschikte controlestandaard (QC).

*Berekeningswijze.* Het vastleggen van de begindruk voor de berekening van het zuurstofverbruik blijft een aandachtspunt bij de respiratieproef. Na proefronde 1 werd reeds een richtlijn hieromtrent opgenomen in het CMA en na proefronde 2 werd voorgesteld om deze verder te optimaliseren. Rekening houdend met deze richtlijnen voor de berekening van het tijdstip  $t_{\text{begin}}$ , daalde bij proefronde 1 (na herberekening) de relatieve standaard afwijking op het berekende zuurstofverbruik tussen de laboratoria voor jonge compost van 35 naar 10 % en voor GFT compost van 24 naar 8 %.

*Bepaling organische stof.* Het zuurstofverbruik wordt berekend t.o.v. het organisch stofgehalte. De vraag werd gesteld of deze bepaling dient uitgevoerd te worden op de totale compostfractie (conform CMA 2/IV/3) of op het analysemonster van < 10 mm (analyseportie respiratieproef). Mits afhankelijk van het monstertype verschillen mogelijk zijn in het organische stof gehalte en het zuurstofverbruik wordt uitgedrukt ten op zichte van het organisch stofgehalte, wordt geadviseerd om de bepaling van de organische stof uit te voeren op de fractie < 10 mm.

*Controlemonster.* Verschillende type monsters werden geëvalueerd naar hun inzetbaarheid als controlemonster voor de respiratietest. Rekening houdend met de specificaties om een controlemonster als geschikt te weerhouden i.e. vergelijkbare uitvoering mogelijk als compostmonster, beperkte lagfase (0 – 2 dagen) en drukverschil tussen -100 en -300 hPa, kan geen enkel van de geteste monsters weerhouden worden als controlemonster.

Tot op heden geeft de glucosestandaard van 40 mg de beste resultaten qua rendement en meetspreiding, echter het gemeten drukverschil ( $\pm$  -25 hPa) is niet gelegen in het relevante werkgebied.

*Relatie rijpheidsgraad – respiratieproef.* Voor beide compostmonsters (jonge groencompost en GFT compost) van proefronde 2 kan gesteld worden dat een vergelijkbare indeling (VLACO vzw) wordt bekomen bij toepassing van de rijpheidsgraad en de respiratieproef. Rekeninghoudend met de meetspreiding situeert de rijpheidsgraad bij de jonge groencompost zich in klasse I - II, en de Oxitop<sup>®</sup> meting geeft ‘relatief jong, vrij sterk actief’ en ‘jong, heel

actief, onstabiel' aan. Bij de GFT compost situeert de rijpheidsgraad zich in klasse IV - V, en de Oxitop<sup>®</sup> meting geeft 'Stabiel, beperkt actief ' en 'Matig stabiel, actief' aan.

*Analyse van digestaten.* In deze studie was het niet de intentie om de methode uit te werken voor digestaten. Echter gezien de groeiende vraag naar digestaat analyses, werd in de 2<sup>de</sup> proefronde reeds een digestaat monster mee geanalyseerd om een beeld te krijgen van de toepasbaarheid van de respiratieproef. De resultaten toonden dat voor het analyseren van digestaatmonsters de procedure verder dient geoptimaliseerd te worden. Verhoging van de monsterhoeveelheid is gewenst om een groter drukverschil te bekomen. Met de huidige procedure is dit niet mogelijk omdat de pH van de oplossing te hoog oploopt. Bijsturing van bv. de buffer met een hoger bufferend vermogen is gewenst.



# 1 INLEIDING

De huidige methode voor de bepaling van stabiliteit van compost laat geen differentiatie toe naar stabiliteit van compost voor een aantal nieuwe types compost (jonge VLACO compost). Uit onderzoek (uitgevoerd door OWS in opdracht van VLACO vzw) is gebleken dat de huidige methoden voor evaluatie stabiliteit (rijpheidsgraad, kiemremming en ammonium/nitraat verhouding) voldoen voor GFT en groencompost maar niet voor jonge groencompost. Het is eveneens belangrijk in het kader van kwaliteitsopvolging van andere producten in het kader van VLAREA (compost of digestaat van organische biologische bedrijfsafvalstoffen) over een alternatieve stabiliteitsmethode te beschikken. Oxitop<sup>®</sup> (respirometrische methode) kan mogelijks voor die producten ook ingezet worden.

Op basis van het uitgevoerde (OWS) onderzoek werd besloten dat Oxitop<sup>®</sup> een betere differentiatie maakt met betrekking tot de stabiliteit versus de klassieke methoden. In de studie werden eveneens een aantal verschillende experimentele factoren gevarieerd (monsterhoeveelheid, volume suspensie) waarbij telkens een analoog verloop werd vastgesteld maar met verschillende activiteit. Daarnaast werd een goede reproduceerbaarheid van de resultaten vastgesteld bij het uitvoeren van duplo analyses. De kwaliteitsnorm voor stabiliteit wordt momenteel op 10 mmol O<sub>2</sub>/ kg organische stof (volatile solids) per uur vooropgesteld door VLACO vzw.

Het doel van deze taak was de uit het OWS onderzoek afgeleide procedure om te zetten in een CMA procedure en de methode helpen te implementeren in de erkende laboratoria. De CMA methode werd technisch besproken binnen de OVAM werkgroep Compost in overleg met de geïnteresseerde laboratoria. Twee proefronden (juni en oktober) waaraan 8 laboratoria hebben deelgenomen, werden georganiseerd. Verschillende types compost werden telkens geanalyseerd en de methode werd praktisch geëvalueerd. De ringtestresultaten werden binnen de werkgroep Compost besproken en de CMA methode werd conform de opmerkingen/bevindingen aangepast.

## 2 BELANG VAN DE RESPIROMETRISCHE METHODE

Door Ward De Vliegheer (VLACO vzw) werd een nota opgesteld om het belang te schetsen van de respirometrische methode in het kader van stabiliteitsmetingen van compost. Deze nota werd toegelicht tijdens de OVAM werkgroepvergadering Anorganische Analyses van 7 maart 2006 aan de aanwezige laboratoria. De inhoud van deze nota dd 07.03.2006 is beschreven in paragraaf 2.1 t.e.m. 2.4.

### 2.1 Algemeen principe

Voor stabiliteitsbepaling van compost wordt reeds lang gebruik gemaakt van respiratiemetingen. Qua kostprijs, tijdsbesteding en/of complexiteit kenden deze testen een aantal nadelen. Recent is echter een nieuw toestel op de markt gekomen (Oxitop<sup>®</sup>) waardoor het meten van de respiratieactiviteit sterk kan vereenvoudigd worden.

De Oxitop<sup>®</sup>-test die in Vlaanderen wordt uitgevoerd maakt gebruik van ongeveer 15 à 20 g compost in 200 ml suspensievloeistof. Dit mengsel wordt gedurende een aantal dagen permanent geschud in een recipiënt dat afgesloten is met een druksensor. Door verbruik van zuurstof en doordat het gevormde CO<sub>2</sub> uit de lucht wordt weggenomen door NaOH-korrels in een bekertje, resulteert de microbiële activiteit in een drukdaling. De hoogte van deze drukdaling staat uiteraard in verhouding tot de hoogte van de microbiële activiteit.

### 2.2 Uitvoering van de test

De Oxitop<sup>®</sup>-methode die wordt gebruikt betreft een naar A. Veeken van Wageningen Universiteit aangepaste methode.<sup>i</sup>

In een recipiënt van 1 liter wordt compost (± 15-20 g vers gewicht), een bufferoplossing (200 ml) en een nitrificatierepmer toegevoegd (2,5 ml NTA). Het recipiënt wordt nadien gesloten en de geproduceerde CO<sub>2</sub> (door respiratie) wordt geabsorbeerd door NaOH-korrels (4-5 g). Dit resulteert in een drukdaling welke bepaald en gevolgd wordt via het Oxitop<sup>®</sup>-systeem. De test loopt 5 dagen en vindt plaats bij een temperatuur van 20 °C. Er wordt gebruik gemaakt van een schudtoestel (120 tpm) om de suspensie homogeen te houden. De netto drukdaling wordt bepaald door een blanco recipiënt met enkel pure buffer mee te nemen. Er wordt een lagfase aangenomen van 0,5 dag. De zuurstofconsumptie wordt cumulatief bekeken tussen dag 0,5 en dag 4,5. Hieruit wordt dan een zuurstofconsumptie berekend in mmol O<sub>2</sub>/ kg VS/h (of een andere eenheid). Bij stalen die lijken te 'plafonneren' qua respiratie naar het einde toe, te wijten aan een zuurstoftekort, wordt er voor de berekening van de respiratiewaarde gerekend naar de zuurstofconsumptie van dag 0,5 tot en met dag 3,5.

Bij actieve stalen (dus met grote zuurstofconsumptie) is er onvoldoende zuurstof in de kopruimte beschikbaar voor de totale looptijd van 5 dagen. Om een limiterend effect te vermijden, wordt het recipiënt op bepaalde tijdstippen kort geopend om de kopruimte te verversen. Er is wel een zekere ervaring vereist om te weten wanneer het recipiënt geopend dient te worden. Deze opening wordt natuurlijk in rekening gebracht bij het berekenen van de

---

<sup>i</sup> Dr. A.H.M. Veeken, V. de Wilde and Dr. H.V.M. Hamelers, *Oxitop<sup>®</sup> measuring system for standardised determination of the respiration rate and N-mineralisation rate of organic matter in waste material, compost and soil*, Wageningen University & NMI, 2003, <http://www.nmi-agro.nl/public/artikel/oxitop/Oxitop.pdf>.

zuurstofconsumptie. De gevolgde methode is gebaseerd op het protocol van A.H.M. Veeken (“Oxítóp® measuring system for standardised determination of the respiration rate and N-mineralisation rate of organic matter in waste, compost and soil”) met een aantal wijzigingen ter optimalisatie.



*Figuur 1. Foto van de Oxítóp® op het schudtoestel: links blanco, rechts een compoststaal.*

## 2.3 Motivering

- Momenteel zijn voor GFT- en groencompost verschillende stabiliteitstesten in gebruik. De gebruikelijke testen hebben naast een aantal voordelen, ook hun beperkingen. Er is al heel veel onderzoek gedaan naar betere alternatieven, tot dusver zonder eensluitend succes.
- Om een onderlinge vergelijking van stabiliteit van verschillende producten uit te voeren, voldoen de huidige stabiliteitstesten niet. Deze zijn niet of veel minder geschikt voor bijvoorbeeld mest, digestaat, andere compostsoorten,...
- Oxítóp® biedt potentieel een aantal voordelen:
  - Het is een relatief eenvoudige, standaardiseerbare stabiliteitsmeting;
  - Nutriënten kunnen gemakkelijk worden toegevoegd, bijvoorbeeld N bij producten met een zeer hoge C/N-verhouding;
  - Voor producten met een aanzienlijk ammoniumgehalte kan een nitrificatie-inhibitor goed worden gemengd met het testsubstraat. De omzetting van ammonium in nitraat verbruikt ook zuurstof, waardoor dit verkeerdelijk kan geïnterpreteerd worden als onstabiliteit. Vandaar dat in dergelijke gevallen de nitrificatie moet geblokkeerd worden;
  - Het is gemakkelijk om de pH tijdens de test te bufferen;
  - Een groot voordeel is dat de test onafhankelijk van het vochtgehalte van het testmonster kan uitgevoerd worden;
  - De combinatie van bovenstaande voordelen laat toe om de test uit te voeren bij verschillende soorten matrices (compost, slib, digestaat, mest,...).

## 2.4 Ontwikkeling van een nieuwe methode – evolutie en stand van zaken

Omwille van het veelbelovend potentieel van Oxítóp® werd in 2003 door OWS in opdracht van VLACO vzw een uitgebreid onderzoek verricht.

Een standaard testprotocol werd uitgewerkt. Het onderzoek bevestigde de aantrekkelijke eigenschappen van deze methode. De meerwaarde ervan bleek voor toepassing bij (heel) stabiele composten echter onvoldoende om invoering ervan (en noodzakelijke ingrijpende veranderingen in normering en analysemethoden) te rechtvaardigen.

Ondertussen werd de noodzaak van een alternatieve stabiliteitsmethode vanuit bijkomende invalshoeken gevoeld (nieuwe types van compostproducten, digestaten,...). Daar falen de huidige methoden, zodat de alternatieve Oxitop<sup>®</sup>-methode daar wel een maximale meerwaarde biedt. Bovendien is de methode onafhankelijk van het vochtgehalte van het monster, wat toelaat dat in principe alle soorten stalen onderzocht kunnen worden. Op dit ogenblik wordt daarom de Oxitop<sup>®</sup>-methode door VLACO vzw meer dan ooit naar voren geschoven als de stabiliteitsmethode van de toekomst.

De beperkte monstergrootte in de test kan een relatieve beperking zijn ten opzichte van andere stabiliteitsmethoden. Dit zou voor bijkomende variabiliteit kunnen zorgen. Om dit verder te bestuderen en mogelijke aanpassingen uit te werken, werd daarom eind vorig jaar (i.e. 2006) gestart met een vervolgonderzoek bij OWS. Het effect van dubbele analyses, grotere recipiënten en grotere monstervolumes wordt uitgetest.

Tot dusver gaf een aantal voorgestelde aanpassingen geen verbetering. De variabiliteit van de gebruikelijke methode bleek daarentegen goed mee te vallen. Voorlopig ziet het er dus naar uit dat de methode voldoende op punt staat. Het onderzoek wordt binnen een aantal maanden afgerond. De eindconclusies zullen nadien besproken worden, samen met een voorstel voor verdere strategie met betrekking tot aanpassing van stabiliteitsbepaling voor compost (en digestaat).

Ten slotte graag deze bemerking. De verdere ontwikkeling (exacte methodiek, timing) in een officiële methode is op dit ogenblik nog onduidelijk. Er zijn meerdere factoren die de uitkomst daarvan bepalen. VLACO vzw neemt zich wel voor om de methode zo snel mogelijk te gaan gebruiken als een bijkomende stabiliteitsparameter.

*Einde nota.*

## **2.5 Implementatie respirometrische proef voor stabiliteitsbepaling van compost**

Gezien de positieve beoordeling van de respirometrische proef voor stabiliteitsbepaling van compost, werd eveneens aan de Federale Overheidsdienst (FOD) Volksgezondheid, Veiligheid van de Voedselketen en Leefmilieu gevraagd of zij deze methode wensen te implementeren. In een schrijven van 22 januari 2007 wordt, zoals hieronder beschreven, bevestigd dat de FOD deze methode in de toekomst wensen te gebruiken.

Geachte,

De huidige methoden om de stabiliteit van groencompost en GFT-compost te bepalen zijn niet feilloos. De FOD is zich bewust van de gebreken van deze methoden en kan het ontwikkelen van een nieuwe methode die deze gebreken niet heeft en die tevens bruikbaar is om de stabiliteit van andere producten te bepalen, alleen maar aanmoedigen.

In het door de afdeling contractueel onderzoek van de FOD gefinancierde project "*Geïntegreerd en interdisciplinair onderzoek naar objectieve evaluatiemethoden voor het meten van maturiteit, hygiënisatie en kwaliteit van compost*" kreeg Oxitop® een positieve evaluatie als methode om de stabiliteit van compost te bepalen. Er werd geconcludeerd dat de respiratietest (Oxitop®) een veelbelovende absolute en directe meetmethode is die het mogelijk maakt om met 1 analyse de stabiliteit van de compost te karakteriseren.

De FOD Volksgezondheid, Veiligheid van de Voedselketen en Leefmilieu steunt daarom de verdere ontwikkeling van de Oxitop® methode en heeft de intentie deze methode in de toekomst te gebruiken om de stabiliteit van groencompost en GFT-compost te bepalen op voorwaarde dat er een officiële CMA-methode evenals een normenkader beschikbaar is.

Op federaal niveau wordt de stabiliteit van compost geanalyseerd door het Federaal Laboratorium voor de Voedselveiligheid Gentbrugge. Indien Oxitop® in de toekomst de huidige methoden om de stabiliteit van compost te bepalen, zal vervangen, is het noodzakelijk dat het laboratorium van Gentbrugge in staat is de Oxitop® methode uit te voeren. De FOD heeft daarom aan het FAVV gevraagd of het de verdere ontwikkeling van de Oxitop® methode steunt en of het bereid is de apparatuur voor het uitvoeren van de test aan te kopen. Het FAVV heeft positief geantwoord op deze vragen. Het laboratorium van Gentbrugge zal de apparatuur voor het uitvoeren van de Oxitop® methode aankopen en zal deelnemen aan de ringtest die VITO in 2007 zal organiseren in het kader van de verdere ontwikkeling van de methode.

Het diensthoofd,

### 3 PLANNING EN ORGANISATIE

#### 3.1 Werkgroepvergaderingen Compost – introductie respiratiemethode

Tijdens de OVAM werkgroepvergadering Compost van 12 januari 2007 werd het belang van de respirometrische proef (Oxitop<sup>®</sup>) toegelicht aan de deelnemende laboratoria.

Deelnemers werkgroepvergadering:

- OVAM : Luc Debaene, Raf Verlinden
- VLACO vzw : Pieter Vantieghem (vervanger Ward Devliegher)
- FAVV : Inge Van Hauteghem
- FOD Volksgezondheid : Nele Van Hauwe
- VITO : Kristof Tirez , Chris Vanhoof
- OWS : Isabella Wierinck
- Chemiphar : Johan Schaep
- ERC : Mia Clinckspoor
- LOVAP : Joke Smans
- Bodemkundige Dienst van België : Hilde Vandendriessche
- ILVO : Bart Vandecasteele

Tijdens deze vergadering werd de noodzaak van het gebruik van deze methode gesitueerd ter vervanging van de rijpheidsgraad voor de bepaling van de stabiliteit van compost. De stabiliteit is een maat voor de activiteit en bijgevolg van de hoeveelheid zuurstof die wordt verbruikt. Bij de bepaling van de stabiliteit is het van belang dat voldoende zuurstof moet kunnen worden toegevoegd. Naast de matrix compost kan de Oxitop<sup>®</sup> methode mogelijks eveneens worden gebruikt voor substraten. Tijdens het onderzoek naar de ontwikkeling van de Oxitop<sup>®</sup> methode, uitgevoerd door OWS, werd vastgesteld dat bij zeer actieve stalen te weinig zuurstof in de kopruimte aanwezig was. Om deze reden werd een methode ontwikkeld waarbij de kopruimte (lucht) vervangen werd door zuurstof. De analytische methode, uitgewerkt door OWS en beschreven in Bijlage A, werd overlopen en een aantal punten werden verder toegelicht.

Tijdens de OVAM werkgroepvergadering Compost van 27 maart 2007 werd de OWS procedure in detail overlopen en volgende opmerkingen en aanvullingen werden geformuleerd:

- *Relevantie van pH*: Optimaal dient de pH gelegen te zijn tussen pH 6 – 8 en op het einde van de proef kan dit met indicator kan getest worden (in de methode zal worden opgenomen: indicatieve meetwaarden pH 5.8 – 8.2)
- *Analysemonster*: Het verse voorbehandelde monster kan worden toegevoegd met een trechter en vervolgens wordt dit afgewogen. De analyseportie komt best overeen met een droog equivalent van 10 gram. Voorbehandelingsprocedure: analoog aan de bestaande CMA procedure voor rijpheidsbepaling (CMA/2/IV/22) i.e. compost kleiner dan 10 mm wordt in bewerking genomen. De toegevoegde hoeveelheid mineraal medium (200 ml) wordt ook gravimetrisch bepaald. Er wordt geen rekening gehouden met de dichtheid.
- *Bepalen headspace volume*: Voor het bepalen van het head-space volume kan best op 6 flessen het volume (gravimetrisch) worden bepaald door deze te vullen met water

en kop te monteren (overloop). Het gemiddeld volume wordt gebruikt voor de berekeningen.

- *Concentratie van NTA oplossing*: 5 g NTA/l
- *Natriumkalk*: Het gebruik van natriumkalk met indicator is essentieel om na te gaan of er voldoende CO<sub>2</sub> absorptie heeft plaatsgevonden.
- *Temperatuur*: de temperatuur van  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  is kritisch gezien als vuistregel kan gesteld worden dat per stijging van  $10^\circ\text{C}$  er een verdubbeling van de microbiële activiteit is.
- *Aantal uitlezingen*: Het Oxitop<sup>®</sup> instrument voorziet 360 metingen over tijdspanne van de proef (vastgelegd op 5 dagen).
- *Kalibratieprocedure*: Een pneumatische test is beschikbaar voor de uitvoering van de kalibratie van de Oxitop<sup>®</sup>. Deze wordt aanbevolen om Oxitop<sup>®</sup> te kalibreren.
- *Eenheden van rapportering*: Door VLACO vzw werd voorgesteld om te rapporteren in mmol O<sub>2</sub>/ kilogram organische stof/uur (organische stof uitgedrukt op droog materiaal) en dit tot op 2 decimalen.
- *Interpretatie en berekening van de drukdaling*: Bij elk monster treedt een lagfase op gezien het monster wordt herbevochtigd en de micro-organismen zich herstellen. Optimaal dient de drukdaling tussen 0.5 en 4.5 dag te worden gebruikt (wanneer dit een lineair gebied is). Als minimale tijdspanne om drukdaling te berekenen bij afwijking van het normale verloop van de drukdaling wordt 2 dagen vooropgesteld, in het andere geval moet een heranalyse gebeuren met een kleinere inweeghoeveelheid.
  - *Opmerking*: Na de evaluatie van de eerste proefronde werd deze beschrijving anders ingevuld.
- *Grafische weergave*: Gezien de grafiek wordt gebruikt ter visuele controle van het verloop, kan deze best worden uitgezet door steeds gebruik te maken van eenzelfde schaal (bv van 0 tot - 500 hPa).
- *Volume compost*: Bij de berekening wordt het volume van de compost in rekening gebracht. Bij benadering wordt hiervoor het gewicht van de compost gebruikt (veronderstelling dichtheid = 1).
- *Duplo analyses*: Bij duplo analyses kan een spreiding van 10-20% optreden (afh. van de homogeniteit van het monster)

Op basis van de geformuleerde opmerkingen/aanvullingen werd de OWS methode vertaald in een CMA methode. De ontwerp CMA methode CMA/2/IV/25 (versie juni 2007) is toegevoegd in Bijlage B.

### **3.2 Organisatie proefronden**

Een eerste proefronde werd georganiseerd in juni 2007. Tijdens deze proefronde werd 1 jonge groencompost, 1 GFT compost en 1 controlemonster verdeeld tussen de deelnemende laboratoria. Beide compostmonsters werden geanalyseerd in duplo.

De resultaten werden besproken tijdens de werkgroepvergadering Compost van 28 augustus 2007. Op basis van de bekomen resultaten werden een aantal verfijningen gedefinieerd in de CMA methode, voornamelijk wat betreft de berekeningswijze van het zuurstofverbruik. Een aangepaste CMA/2/IV/25 (versie september 2007) werd aan de laboratoria ter beschikking gesteld, zie Bijlage C.

Een tweede proefronde werd georganiseerd in oktober 2007. Tijdens deze proefronde werd nogmaals 1 jonge groencompost, 1 GFT compost en 1 digestaat verdeeld tussen de deelnemende laboratoria. Beide compostmonsters werden geanalyseerd in duplo.



## 4 PROEFRONDE 1: ORGANISATIE EN RESULTATEN

### 4.1 Organisatie proefronde 1

Een eerste proefronde werd georganiseerd in juni 2007. De monsters werden verdeeld op 19 juni 2007 aan de volgende laboratoria:

- LOVAP
- Chemiphar
- ERC
- Bodemkundige Dienst van België (BDB)
- Federaal Laboratorium voor de Voedselveiligheid Gentbrugge (FAVV)
- Instituut voor Landbouw- en Visserijonderzoek (ILVO) – (Agrolab)
- Organic Waste Systems (OWS)

Voor deze proefronde werd 1 jonge groencompost en 1 GFT-compost verdeeld. Beide compostmonsters werden door VITO voorbehandeld i.e. gehomogeniseerd en afgezeefd op 10 mm. Per compostmonster werd een recipiënt van 500 ml gevuld. De bepaling van de droogrest (105°C) en de organische stof werd door VITO uitgevoerd op de fractie < 10 mm, en de resultaten hiervan werden aan de laboratoria gerapporteerd.

	Vochtgehalte	Organische stof
Groencompost	35.8 g/100g verse compost	25.8 g/100 g verse compost
GFT compost	34.3 g/100g verse compost	27.1 g/100 g verse compost

Aanvullend werd een glucose standaard meegegeven die door alle laboratoria als controle diende meegenomen te worden. Van dit controlemonster diende rechtstreeks 5 ml gepipetteerd te worden in de reactiefles. Na toevoegen van entmateriaal doorliep dit controlemonster de volledige cyclus zoals de andere compostmonsters.

(Vrijblijvende informatie: als entmateriaal kan bv. 20 ml Polyseed toegevoegd worden (volgens Polyseed voorschrift wordt 1 capsule opgelost in 500 ml medium)).

De analyses dienden opgestart te worden op woensdag 20 juni 2007 waarbij de 6 Oxitop<sup>®</sup> posities als volgt werden ingevuld:

- blanco (1)
- glucose standaard + entmateriaal (1)
- jonge compost (in duplo)
- GFT compost (in duplo)

Volgende items dienen voor 2 juli 2007 gerapporteerd te worden aan VITO:

- resultaat in mmol O<sub>2</sub>/kg OS/uur
- grafiek
- massa van de verse compost (bij de compostmonsters) in de reactiefles
- exacte temperatuur waarbij de proef werd uitgevoerd
- drukken waarmee het resultaat berekend werd, indien afwijkend van p0.5 en p4.5
- minimum en maximum waarde van de blanco

## 4.2 Resultaten proefronde 1

De bekomen meetwaarden voor  $n_{O_2}$ , uitgedrukt in mmol/kg OS/uur, en zoals gerapporteerd door de verschillende laboratoria volgens onderstaande formule werden in eerste instantie als dusdanig verwerkt. Aansluitend werden een aantal bijkomende berekeningen uitgevoerd om de berekeningswijze verder te kunnen verfijnen.

$$n_{O_2} = \left[ \frac{(p_{0.5} - p_{4.5})}{R (273.15 + T)} \times V \right] / \left[ m_{compost} \times \% OS \right] / [N \times 24] \times 10^4$$

waarbij

p0.5 Druk bij dag 0.5 na blancocorrectie in hPa

p4.5 Druk bij dag 4.5 na blancocorrectie in hPa

R 8.31 J/mol K

T Omgevingstemperatuur in °C

V Volume van de headspace in ml

=  $V_{reactor} - V_{mineraal\ medium} - V_{compost} - V_{natronkalk + inhibitor}$

$V_{reactor}$ : effectieve volume van de reactiefles in ml

$V_{mineraal\ medium}$ : toegevoegd volume mineraal medium in ml

$V_{compost}$ : wordt gelijkgesteld aan het compostgewicht (mcompost) in ml

$V_{natronkalk + inhibitor} = 2$  ml

$m_{compost}$  Massa verse compost in g

% OS Organische stof, bepaald volgens CMA/2/IV/3 in g/ 100 g verse

compost

N Aantal dagen (standaard 4 dagen)

Naast de resultaten werden door de laboratoria gegevens verstrekt betreffende de massa compost, temperatuur tijdens de proef, minimum en maximum waarde van blanco. Deze gegevens zijn terug te vinden in Tabel 1.

Tabel 1: Informatie laboratoria ivm uitvoering proef

Input gegevens laboratoria			LAB 1	LAB 2	LAB 3	LAB 4	LAB 5	LAB 6	LAB 7
Additie glucose	g vers	Glucose	5	5	5	5	5	5	5
Additie compost	g vers	Groen A	15,5	16,7	15,1	10,2	17,4	15,3	20,0
	g vers	Groen B	15,8	16,8	14,6	11,9	16,7	14,8	20,0
	g vers	Groen C	-	-	-	13,6	-	-	-
Additie compost	g vers	GFT A	16,7	19,1	16,2	15,4	17,6	15,1	20,0
	g vers	GFT B	16,2	19,1	14,8	17,1	17,9	14,9	20,0
	g vers	GFT C	-	-	-	19,95	-	-	-
Temperatuur	°C		21,5	21,5	19,4-20,8	23	20,8	23,2	21
Min blanco	hPa		-5	-16	-21	-2	-7	-13	-8
Max blanco	hPa		3	0	4	4	11	2	0

### 4.2.1 Jonge groencompost

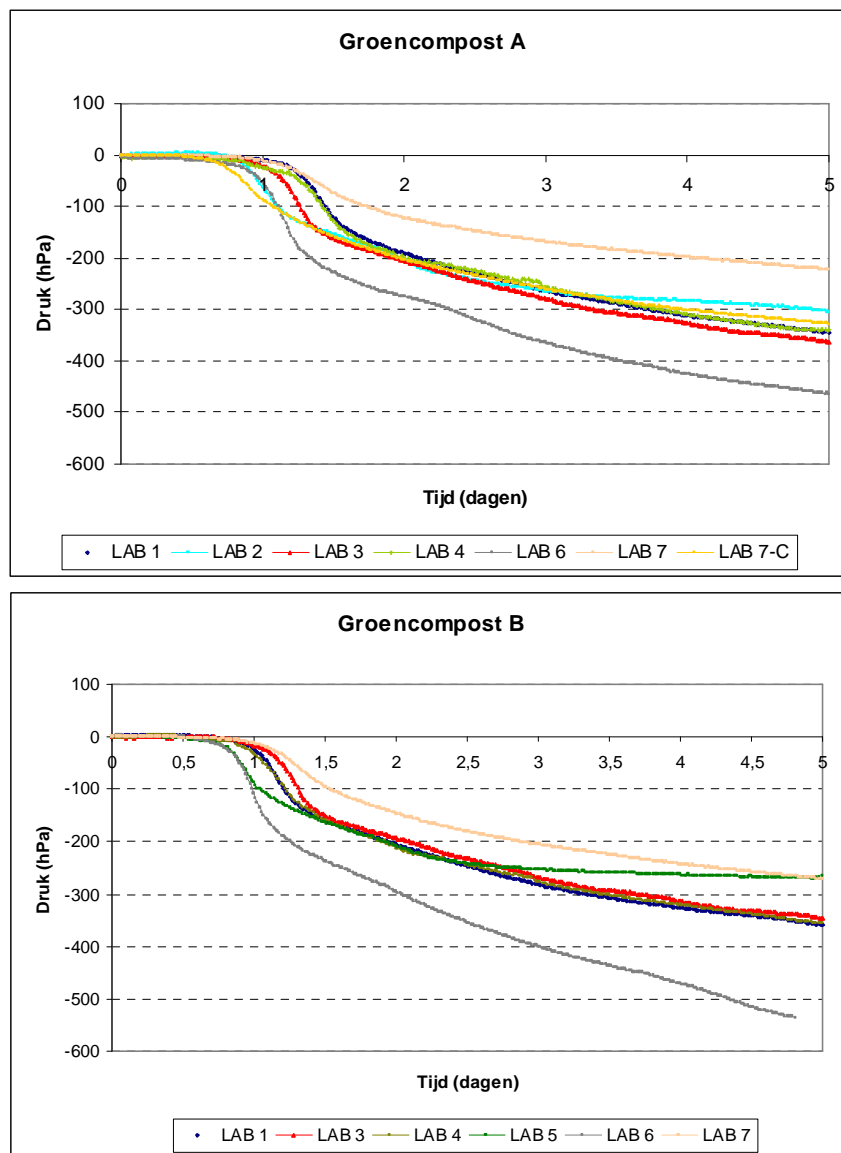
In Tabel 2 zijn de resultaten weergegeven van de groencompost zoals gerapporteerd door de verschillende laboratoria. Er wordt tevens vermeld bij welke dag de begindruk en de einddruk werd genomen. Van de verschillende meetwaarden werd het gemiddelde berekend

en de %RSD. Voor de jonge groencompost wordt een gemiddelde waarde van 26.3 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/uur bekomen met een %RSD van 35%. De grafische weergave van de drukkaling in functie van de tijd wordt getoond in Figuur 2.

Tabel 2: Resultaten groencompostvoor n<sub>O2</sub> – verwerking 1

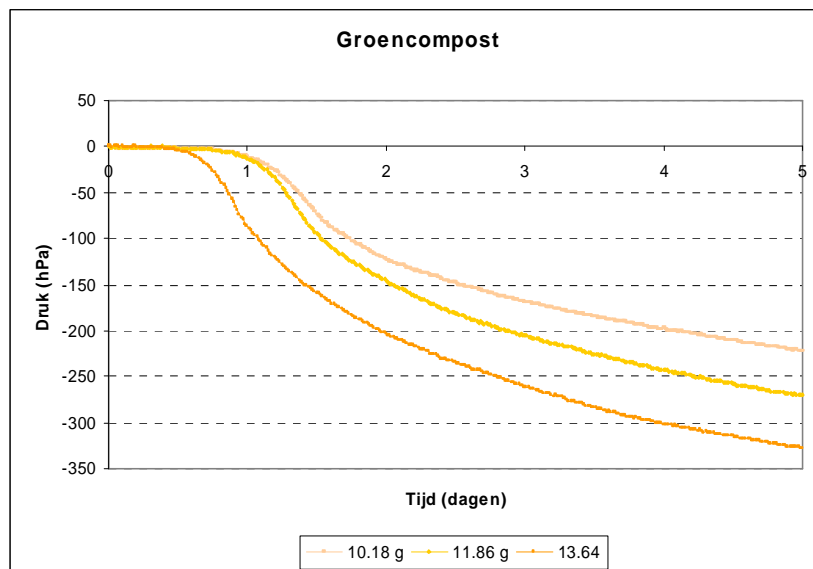
		LAB 1	LAB 3	LAB 4	LAB 7	LAB 2	LAB 5	LAB 6
Groencompost A	dag p1	p2	p0,5	p2,5	p2,8	p0,5	p0,5	p1
	dag p2	p4,5	p4,5	p4,5	p4,9	p4,5	p2,5	p4,5
	nO <sub>2</sub>	mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u	22,2	29,26	21,0	17	25,1	-
Groencompost B	dag p1	p2	p0,5	p2,5	p2,9	p0,5	p0,5	p1
	dag p2	p4,5	p4,5	p4,5	p4,9	p4,5	p2,5	p4,5
	nO <sub>2</sub>	mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u	21,3	28,02	19,7	17	-	49,1
Groencompost C	dag p1				p2			
	dag p2				p4,9			
	nO <sub>2</sub>	mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u			22			

Average	mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u	26,3
Stdev	mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u	9,1
% RSD	%	35



Figuur 2: Jonge groencompost: drukkaling i.f.v. de tijd

De verschillende grafieken tonen een vergelijkbaar patroon i.e. een S-curve met een lagfase, een sterke drukdaling en een uitvlakking van de curve. De grootte van de drukdaling kan verschillend zijn afhankelijk van de hoeveelheid gebruikte compost. In Figuur 3 is de invloed van het gewicht op de drukdaling weergegeven (de metingen werden uitgevoerd binnen 1 labo). Bij een grotere massa aan compost zal een grotere drukdaling optreden.



*Figuur 3: Invloed van het gewicht op de drukdaling*

Zoals kan afgeleid worden uit de grafiek speelt het een belangrijke rol op welk moment de begin- en de einddruk wordt genomen voor de berekening van het zuurstofverbruik. In Tabel 3 wordt voor de jonge groencompost het gemiddelde zuurstofverbruik van de interlaboratoriumresultaten weergegeven waarbij de begindruk op een verschillend tijdstip werd genomen. Vertrekkende vanuit de ruwe data van de verschillende laboratoriumresultaten werd een begindruk op respectievelijk tijdstip 0.5 dagen, 1 dag, 1.5 dagen, 2 dagen en 2.5 dagen weerhouden. Als einddruk werd steeds de einddruk op 4.5 dagen geselecteerd. Afhankelijk van de genomen begindruk kan het zuurstofverbruik variëren tussen 32.1 en 18.3 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/uur met een meetspreiding gaande van respectievelijk 11% tot 21%.

*Tabel 3: Groencompost - Gemiddeld zuurstofverbruik in functie van de begindruk*

Groencompost		Average	Stdev	%RSD
nO <sub>2</sub> (0,5-4,5)	mmol/kg OS/uur	32,1	3,6	11
nO <sub>2</sub> (1-4,5)	mmol/kg OS/uur	32,8	4,1	13
nO <sub>2</sub> (1,5-4,5)	mmol/kg OS/uur	23,9	3,9	16
nO <sub>2</sub> (2-4,5)	mmol/kg OS/uur	20,4	3,4	16
nO <sub>2</sub> (2,5-4,5)	mmol/kg OS/uur	18,3	3,8	21

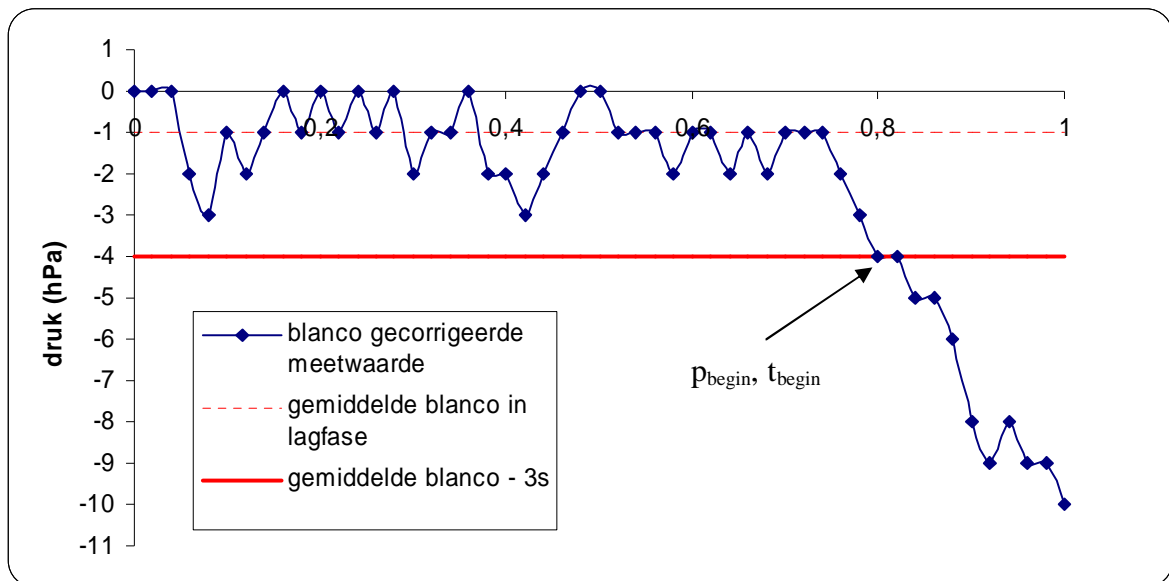
Opmerking: de resultaten van Labo 5 werden buiten beschouwing gelaten omdat de roerder tijdens de metingen werd afgezet en bijgevolg geen optimale zuurstofopname optrad.

Tijdens de bespreking van de resultaten werd vooropgesteld dat de begindruk moet gelegen zijn op het moment dat een significante drukdaling optreedt na de lagfase (knikpunt in de

curve na lagfase). Om deze te bepalen werd voorgesteld om de gemiddelde drukwaarde te berekenen van de blanco gecorrigeerde meetwaarden gelegen in de lagfase. Voor de groencompost werden de gemiddelde drukwaarden berekend tussen 0 en 0,5 dagen. Van deze waarden werd de standaarddeviatie berekend en  $3 \cdot \text{stdev}$  werd weerhouden als tijdstip 0 waarbij de begindruk wordt genomen. Als einddruk werd de druk op tijdstip  $0 + 3,5$  dagen genomen. In Tabel 4 zijn voor de diverse laboratoria de verschillende gegevens berekend uitgaande van de ruwe data. In Figuur 4 is hiervan een grafische weergave gegeven gebruikmakend van de gegevens van Lab 1.

Tabel 4: Groencompost: Begindruk berekend uit stdev van de blancogecorrigeerde drukwaarden tussen 0 en 0,5 dagen

	LAB 1	LAB 2	LAB 3	LAB 4	LAB 5	LAB 6	LAB 7
Gemidd.							
blanco	0,96	2,00	-1,20	-1,72	1,18	-3,15	-1,20
stdev	1,42	1,41	0,64	2,47	2,30	4,14	0,92
$3 \cdot \text{stdev}$	4,26	4,24	1,92	7,42	6,90	12,41	2,75
bl-3stdev	-3,30	-2,24	-3,12	-9,14	-5,73	-15,56	-3,94
<b>Roundup (i.e. begindruk)</b>	<b>-4</b>	<b>-3</b>	<b>-4</b>	<b>-10</b>	<b>-6</b>	<b>-16</b>	<b>-4</b>



Figuur 4: Berekening  $p_{\text{begin}}$  met bijhorende  $t_{\text{begin}}$  (vb. data van Lab 1)

Rekeninghoudend met deze begindruk voor het betreffende laboratoria en de einddruk (bij tijdstip  $0+3,5$  dagen), werd het zuurstofverbruik opnieuw berekend. Voor de groencompost werd een gemiddelde waarde bekomen van  $35,2 \text{ mmol O}_2/\text{kg OS/uur}$  met een % RSD van 10% (gebaseerd op 12 individuele resultaten).

#### Besluit:

De praktische uitvoering van de meting vormt in grote lijnen geen probleem. Enkel bij de berekening van het zuurstofverbruik is een bijkomende duiding noodzakelijk. Volgende methodiek werd vooropgesteld: Uit de meetgegevens (blanco gecorrigeerd) van de lagfase wordt per monstertype de gemiddelde druk berekend en  $3 \cdot$  standaard deviatie van deze

resultaten. De bekomen gemiddelde drukwaarde verminderd met 3\*standaard deviatie wordt weerhouden als  $p_{\text{begin}}$  met bijhorende  $t_{\text{begin}}$ . Als einddruk werd de druk op tijdstip 0 + 3.5 dagen genomen.

Bij toepassing van deze methodiek werd voor de groencompost een gemiddelde waarde bekomen van 35.2 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/uur met een % RSD van 10% (gebaseerd op 12 individuele resultaten).

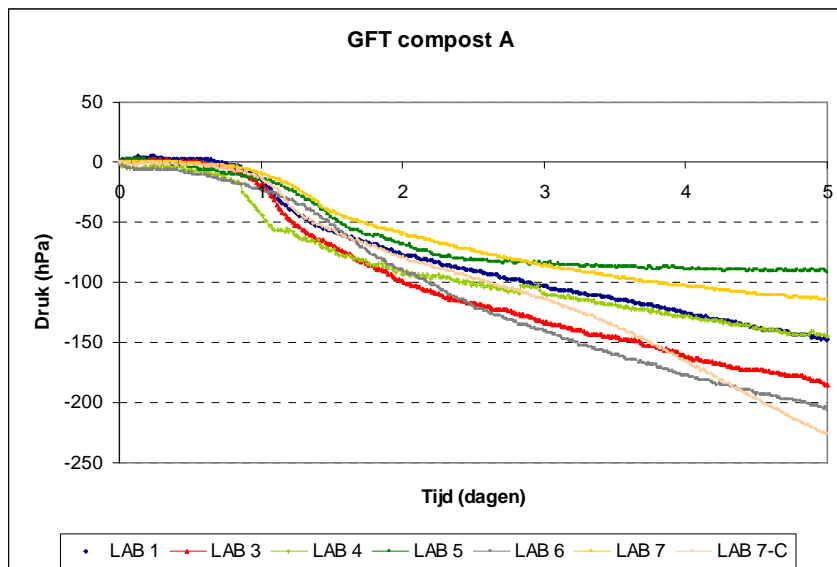
#### 4.2.2 GFT compost

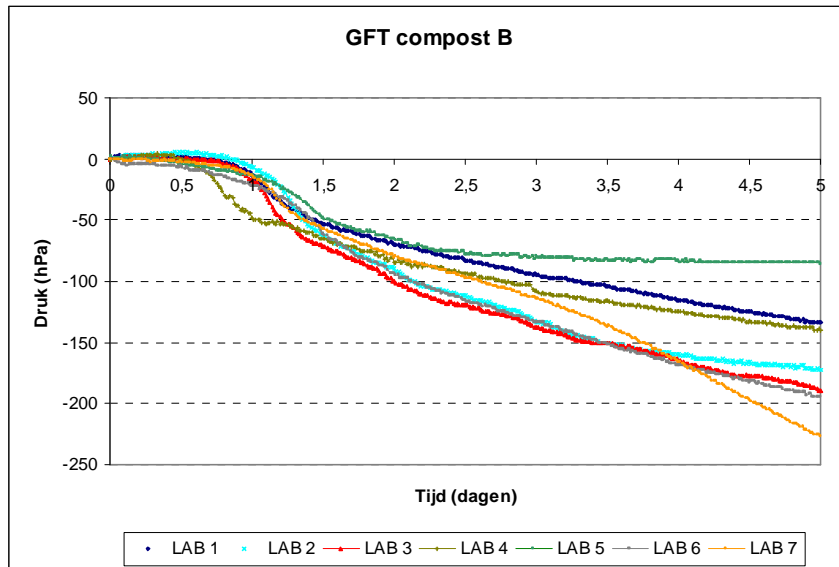
De verwerking van de GFT compost werd analoog uitgevoerd als voor de jonge groencompost. In Tabel 5 zijn de resultaten weergegeven van de GFT compost zoals gerapporteerd door de verschillende laboratoria, met vermelding van tijdstip van begindruk en deze van einddruk. Van de verschillende meetwaarden werd het gemiddelde berekend en de %RSD. Voor de GFT compost wordt een gemiddelde waarde van 11.2 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/uur bekomen met een %RSD van 24%. De grafische weergave van de drukdaling in functie van de tijd wordt getoond in Figuur 5.

Tabel 5: Resultaten GFT compostvoor nO<sub>2</sub> – verwerking 1

		LAB 1	LAB 3	LAB 4	LAB 7	LAB 2	LAB 5	LAB 6
GFT compost A	dag p1	p1,5	p0,5	p2,5	p1,7	p0,5	p0,5	p1
	dag p2	p4,5	p4,5	p4,5	p3,5	p4,5	p2,5	p4,5
	nO <sub>2</sub> mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u	9,5	12,21	6,6	9,4	-	15,4	14
GFT compost B	dag p1	p1,5	p0,5	p2,5	p1,5	p0,5	p0,5	p1
	dag p2	p4,5	p4,5	p4,5	p4,9	p4,5	p2,5	p4,5
	nO <sub>2</sub> mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u	8,7	12,51	7,6	9,8	10,8	14,8	13,2
GFT compost C	dag p1				p1,5			
	dag p2				p3,7			
	nO <sub>2</sub> mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u				11,8			

Average	mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u	11,2
Stdev	mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u	2,7
% RSD	%	24





Figuur 5: GFT compost: drukdaling i.f.v. de tijd

Naar analogie met de jonge groencompost heeft de curve van de GFT compost een S-vormig verloop. Bijgevolg speelt ook het tijdstip waarop de begindruk wordt genomen een belangrijke rol in het uiteindelijke resultaat.

Herberekening van de ruwe data waarbij verschillende begindrukken werden geselecteerd bevestigen deze bevinding. In Tabel 6 is het zuurstofverbruik weergegeven waarbij de begindruk werd geselecteerd op verschillende tijdstippen, respectievelijk tijdstip 0.5 dagen, 1 dag, 1.5 dagen, 2 dagen en 2.5 dagen weerhouden. Als einddruk werd steeds de einddruk op 4.5 dagen geselecteerd. Afhankelijk van de genomen begindruk kan het zuurstofverbruik variëren tussen 12.3 en 8.7 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/uur met spreidingen gaande van respectievelijk 9% tot 25%.

Tabel 6: GFT compost - Gemiddeld zuurstofverbruik in functie van de begindruk

GFT compost		Average	Stdev	%RSD
nO <sub>2</sub> (0,5-4,5)	mmol/kg OS/uur	12,3	1,1	9
nO <sub>2</sub> (1-4,5)	mmol/kg OS/uur	12,3	1,8	15
nO <sub>2</sub> (1,5-4,5)	mmol/kg OS/uur	10,2	2,0	19
nO <sub>2</sub> (2-4,5)	mmol/kg OS/uur	9,1	2,0	22
nO <sub>2</sub> (2,5-4,5)	mmol/kg OS/uur	8,7	2,1	25

Opmerking: de resultaten van Labo 5 werden buiten beschouwing gelaten omdat de roerder tijdens de metingen werd afgezet en bijgevolg geen optimale zuurstofopname optrad.

Analoog aan de jonge groencompost werd voor de GFT compost de gemiddelde waarde en de spreiding van de drukwaarden in de lagfase (dag 0 – dag 0.5) berekend. Voor de keuze van de begindruk in de formule werd deze druk weerhouden waarbij de 3\*stdev van de blanco waarden werd overschreden. De einddruk werd genomen op tijdstip 0+3.5 dagen.

Tabel 7: GFT compost: Begindruk berekend uit stdev van de blancogecorrigeerde drukwaarden tussen 0 en 0,5 dagen

	LAB 1	LAB 2	LAB 3	LAB 4	LAB 5	LAB 6	LAB 7
blanco	2,80	3,38	1,00	-0,95	-0,30	-5,11	-0,73
stdev	1,02	1,53	0,70	3,47	1,83	1,93	0,81
3*stdev	3,06	4,60	2,11	10,41	5,48	5,80	2,43
bl-3stdev	-0,26	-1,22	-1,11	-11,36	-5,78	-10,91	-3,16
<b>Roundup (i.e. begindruk)</b>	<b>-1</b>	<b>-2</b>	<b>-2</b>	<b>-12</b>	<b>-6</b>	<b>-11</b>	<b>-4</b>

Rekeninghoudend met deze begindruk voor het betreffende laboratoria en de einddruk bij tijdstip 0+3.5 dagen, werd het zuurstofverbruik opnieuw berekend. Voor de GFT compost werd een gemiddelde waarde bekomen van 13.0 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/uur met een % RSD van 8% (gebaseerd op 12 individuele resultaten).

#### Besluit:

Eenzelfde besluit als voor de groencompost kan voor de GFT compost geformuleerd worden. Voornamelijk het vastleggen van de begin- en einddruk voor de berekening van het zuurstofverbruik zijn kritisch. Niettegenstaande het vastleggen van de begindruk grotendeels gebaseerd is op ‘expert judgement’ kunnen een aantal richtlijnen beschreven worden. Bij berekening van de spreiding op de blanco drukwaarden (druk tijdens lagfase) kan de druk worden bepaald vanaf welk moment deze significant daalt (i.e. begindruk). De einddruk wordt steeds genomen bij tijdstip 0+3.5 dagen.

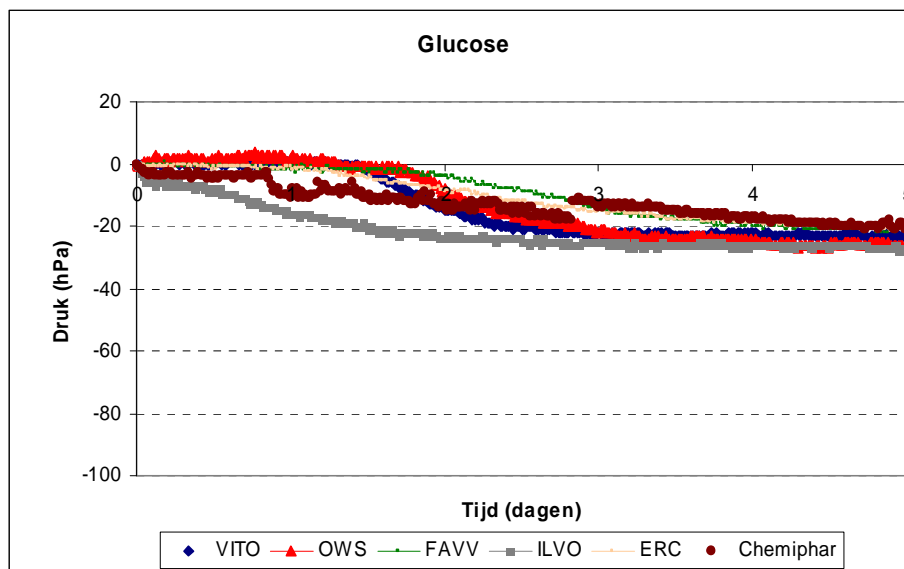
Bij toepassing van deze methodiek werd voor de groencompost een gemiddelde waarde bekomen van 13.0 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/uur met een % RSD van 8% (gebaseerd op 12 individuele resultaten).

#### 4.2.3 Controlemonster

Tijdens de ringtest werd een controlemonster meegegeven. Het controlemonster was samengesteld uit 4 g glucose opgelost in 500 ml ultra puur water. Van deze oplossing diende 5 ml genomen te worden voor het uitvoeren van de respiratieproef zodat het zuurstofverbruik van 40 mg glucose werd bepaald.

In Figuur 6 is de drukdaling weergegeven voor het controlemonster. Echter is de drukdaling beperkt tot ± -25 hPa en bijgevolg niet gesitueerd in het relevante meetgebied tussen -100 en -300 hPa).





Figuur 6: Controlemonster: drukdaling i.f.v. de tijd

Voor het controlemonster werd het zuurstofverbruik eveneens berekend in functie van de begindruk genomen op verschillende tijdstippen. In Tabel 8 zijn de resultaten hiervan weergegeven. Het zuurstofverbruik kan variëren tussen 1.65 en 0.98 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/uur met een spreiding gaande van resp. 14% tot 65%.

Tabel 8: Controlemonster - Gemiddeld zuurstofverbruik in functie van de begindruk

Glucose		Average	Stdev	%RSD
nO <sub>2</sub> (0,5-4,5)	mmol/kg OS/uur	1,65	0,2	14
nO <sub>2</sub> (1-4,5)	mmol/kg OS/uur	1,74	0,5	30
nO <sub>2</sub> (1,5-4,5)	mmol/kg OS/uur	1,73	0,7	40
nO <sub>2</sub> (2-4,5)	mmol/kg OS/uur	1,36	0,7	52
nO <sub>2</sub> (2,5-4,5)	mmol/kg OS/uur	0,98	0,6	65

#### Besluit:

De selectie van het controlemonster (glucose) is niet optimaal gezien de drukdaling beperkt blijft tot  $\pm$  -25 hPa. Bij voorkeur dient bij het controlemonster een drukdaling rond -300 hPa op te treden om een goede beoordeling te kunnen uitvoeren.

### 4.3 Besluit proefronde 1

Bij de uitvoering van de respiratieproef werden door de verschillende deelnemende laboratoria geen noemenswaardige problemen gemeld. De voornaamste knelpunten situeerden zich rond de berekeningswijze en de keuze van een geschikte controle standaard (QC).

De berekening van het zuurstofverbruik dient beter omschreven te worden in de CMA methode omdat de bepaling van de begindruk de einddruk een belangrijke rol spelen bij het uiteindelijke analyseresultaat. Op basis van de bevindingen van deze proefronde werd de berekeningswijze als volgt aangepast in het CMA/2/IV/25 (versie september 2007):

Het tijdstip  $t_{\text{begin}}$  is het moment waarbij de reactie (i.e. zuurstofopname) start en waarbij dus een significante drukdaling optreedt (i.e. daling van de curve). Het vastleggen van het tijdstip  $t_{\text{begin}}$  is grotendeels gebaseerd op 'expert judgement', echter volgende richtlijnen kunnen hiervoor gehanteerd worden:

- Het tijdstip  $t_{\text{begin}}$  is gelegen tussen 0 en 1.5 dagen.  
Opmerking: Indien de reactie na 1.5 dag niet is opgestart, dient een grotere hoeveelheid monster in bewerking genomen te worden of kan er een fout zijn opgetreden in de meetopstelling.
- Uit de grafische weergave kan afgeleid worden op welk tijdstip de reactie ongeveer start.
- Uit de meetgegevens (blanco gecorrigeerd) van de lagfase wordt per monstertype de gemiddelde druk berekend en 3\* standaard deviatie van deze resultaten.  
De bekomen gemiddelde drukwaarde verminderd met 3\*standaard deviatie wordt weerhouden als  $p_{\text{begin}}$  met bijhorende  $t_{\text{begin}}$ .  
Toetsing van de bekomen resultaten met de grafische weergave is aanbevolen.
- Als streefwaarde voor de 3\*standaard deviatie wordt een waarde kleiner dan 10 hPa vooropgesteld.

De CMA procedure versie september 2007 is weergegeven in Bijlage C.

Rekening houdend met deze richtlijnen voor de berekening van het tijdstip  $t_{\text{begin}}$ , daalde de relatieve standaard afwijking op het berekende zuurstofverbruik tussen de laboratoria voor jonge compost van 35 naar 10 % en voor GFT compost van 24 naar 8 %.

## 5 PROEFRONDE 2: ORGANISATIE EN RESULTATEN

### 5.1 Organisatie proefronde 2

Een tweede proefronde voor het evalueren van de respiratieproef werd uitgevoerd waarbij volgende aandachtspunten werden meegenomen:

- Evaluatie van de berekening van het zuurstofverbruik aan de hand van de nieuw geformuleerde richtlijnen.
- Evaluatie van de monstervoorbehandeling. De compostmonsters verdeeld aan de laboratoria tijdens deze proefronde werden door VITO enkel gehomogeniseerd, er werd geen zeping uitgevoerd over een zeef van 10 mm. Bijgevolg dienden de laboratoria zelf de monstervoorbehandeling uit te voeren in tegenstelling tot de eerste proefronde.
- Bepaling van de droge stof en de organische stof. Het is momenteel nog niet duidelijk op welke compostfractie de organische stof en de droge stof dient bepaald te worden. Idealiter dient deze bepaald te worden op de fractie < 10 mm, echter vraagt dit een bijkomende meting. Om de relevantie na te gaan of deze analyse dient uitgevoerd te worden op de < 10 mm fractie, of dat deze op de totale compostfractie mag uitgevoerd worden, werd aan de laboratoria gevraagd beide bepalingen uit te voeren.
- Toetsing rijpheidsgraad aan de respiratieproef. Gezien het de bedoeling is om op termijn de rijpheidsgraad te vervangen door de respiratieproef, is het aangewezen om een beeld te krijgen van de vergelijkbaarheid van data. Bijgevolg werd aan de laboratoria gevraagd om de rijpheidsgraad op de compostmonsters van deze proefronde te bepalen zodat een vergelijkende toetsing van beide methoden kan uitgevoerd worden.
- Digestaat analyses. Naast de analyses van compostmonsters dienen er op korte termijn ook analyses van digestaat monsters uitgevoerd te worden. Digestaten zijn de restproducten die gevormd worden bij de productie van biogas uit organische producten. Digestaten hebben een droge stof gehalte tussen 6% en 20%. Momenteel is in de CMA methode beschreven dat de analyse dient uitgevoerd te worden op 15 à 20 g verse compost (overeenkomend met een droogequivalent van 10 g). Gezien digestaten zeer weinig droge stof bevatten, dient mogelijks deze hoeveelheid aangepast te worden. Wegens gebrek aan experimentele data en invloed droge stof wordt in eerste instantie een hoeveelheid van 10 à 20 g digestaatmonster aangenomen.

De tweede proefronde werd georganiseerd in oktober 2007. De monsters werden verdeeld op 23 oktober 2007 aan dezelfde deelnemende laboratoria.

Voor deze proefronde werd 1 jonge groencompost, 1 GFT-compost en 1 digestaat verdeeld. De monsters werden door VITO gehomogeniseerd en verdeeld in emmers van 5 liter (digestaat 0.5l). De laboratoria dienden zelf de voorbehandeling uit te voeren i.e. zeven over 10 mm. Er werd gevraagd om de bepaling van droge stof en organische stof zowel op de totale fractie als op de < 10mm fractie uit te voeren. Op het voorbehandelde monster (< 10 mm) diende zowel de Oxitop<sup>®</sup> meting als de rijpheidsgraad bepaling uitgevoerd te worden.

De analyses dienden opgestart te worden op 25 oktober waarbij de 6 Oxitop<sup>®</sup> posities als volgt werden ingevuld:

- blanco (1)
- jonge compost (in duplo)
- GFT compost (in duplo)

- digestaat (1)

Aan de laboratoria werd gevraagd de resultaten te rapporteren voor 7 november met volgende gegevens:

- resultaat Oxitop<sup>®</sup> in mmol O<sub>2</sub>/kg OS/uur met aanduiding (t<sub>begin</sub>/p<sub>begin</sub> en t<sub>eind</sub>/p<sub>eind</sub>). (Opm. OS bepaalt op < 10 mm fractie)
- resultaat Droge stof en Organische stof op totale fractie en op < 10 mm fractie
- resultaat Rijpheidsgraad
- ruwe data Oxitop<sup>®</sup>, alsook gegevens V<sub>reactor</sub>, V<sub>minmed</sub>, V<sub>natron+inh</sub>, m<sub>compost</sub>, temperatuur,... om eventuele herberekeningen te kunnen uitvoeren.

## 5.2 Resultaten proefronde 2

In Tabel 8 zijn de resultaten weergegeven van de groencompost, de GFT compost en het digestaat monster. In deze tabel zijn gegevens opgenomen betreffende:

- de massa compost
- p<sub>begin</sub> en t<sub>begin</sub>
- p<sub>eind</sub>
- pH op het einde van de proef (indien beschikbaar)
- het eindresultaat van de individuele metingen van de laboratoria
- het gemiddelde van de duplo analyse van elk laboratorium
- het gemiddelde van alle laboresultaten met de bekomen meetspreiding (% RSD)
- resultaten rijpheidsgraad van de laboratoria.

Tabel 9: Resultaten proefronde 2 voor groencompost, GFT compost en digestaat

<b>Jonge compost</b>	LAB 1	LAB 2	LAB 3	LAB 4	LAB 5	LAB 6	LAB 8	Gemidd (alle res.)	%RSD
Tmax (°C)	61	III	61,4	54,4	54	50	53,6	55,7	8,11
pH eind	7,2 7,2				6,88 6,93			7,1	2,43
m compost	21,5 19,7	18,4 19,0	20,1 20,2	18,8 18,7	15,2 15,5	20 20	18,6 17,9		
Tijd bij pbeg (dagen)	0,07 0,07	0,5 0,5	0,18 0,15	0,18 0,18	1,0 1,0	0,15 0,18			
pbeg	-7 -5	-35 -40	-10 -10	-12 -11	-44 -44	-26 -35	-6 -7		
peind	-325 -298	-147 -200	-287 -303	-273 -246	-237 -205	-339 -230	-239 -247		
nO2 (mmol/kg OS/u)	29,5 29,7	14,9 20,6	26,4 27,7	30,0 33,8	25,6 21,0	35 21,8	27,5 29,5		
Gemidd. nO2	29,6	17,7	27,0	31,9	23,3	28,4	28,5	26,6	17,7

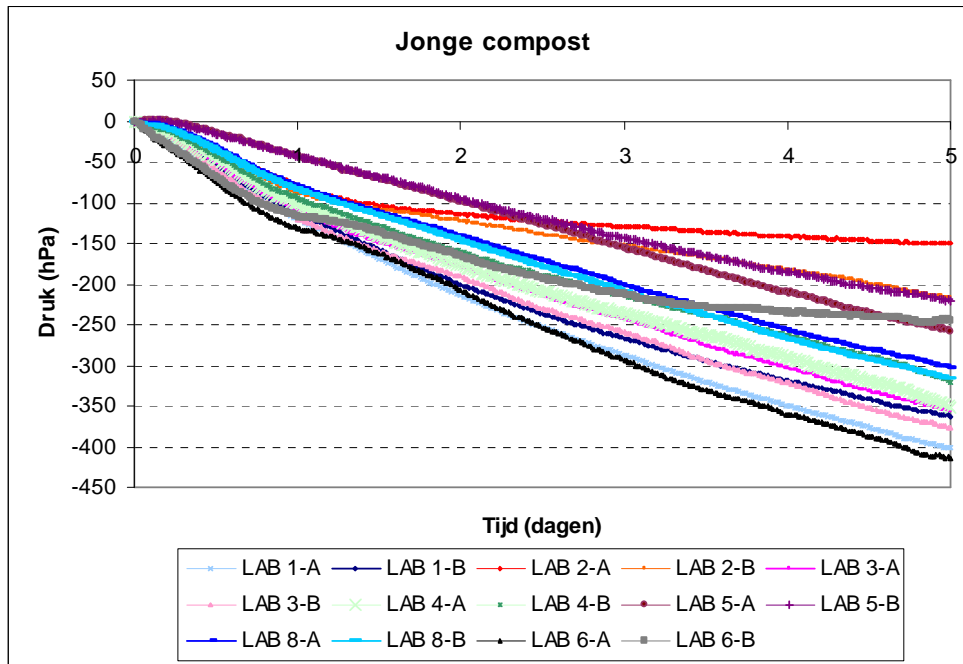
<b>GFT compost</b>	LAB 1	LAB 2	LAB 3	LAB 4	LAB 5	LAB 6	LAB 8	Gemidd (alle res.)	%RSD
Tmax (°C)	26		25,2	22	35	39,5	42,3	31,7	26,5
pH eind	7,9 7,9				7,32 7,39			7,6	4,1
m compost	24,7 23,8	16,7 18,9	20,5 20,0	18,6 19,3	15,6 15,7	20 20	19,5 19,0		
Tijd bij pbeg (dagen)	0,14 0,10	0,5 0,5	0,26 0,31	0,32 0,32	1,0 1,0	0,42 0,56			
pbeg	0 -2	-9 -6	-9 -9	-4 -4	-16 -21	-23 -23	-5 -4		
peind	-215 -176	-84 -91	-137 -177	-89 -100	-147 -183	-143 -65	-112 -116		
nO2 (mmol/kg OS/u)	14,6 12,3	7,7 7,7	10,3 13,8	8,0 10,9	15,0 18,4	11,4 4	10,3 11,0		
Gemidd. nO2	13,5	7,7	12,0	9,45	16,7	7,7	10,7	11,1	29,4

<b>Digestaat</b>	LAB 1	LAB 2	LAB 3	LAB 4	LAB 5	LAB 6	LAB 8	Gemidd (alle res.)	%RSD
pH eind	8,9		8,74 8,62		8,51				
m digestaat	17,1		20,4 10,2	15,8 18,4	21,1	10	17,2		
Tijd bij pbeg (dagen)	0,10	-	0,53 0,94	0,44 0,50	1,0	0,97			
pbeg	-1	-2	-7 -8	-7 -9	-15	-21	-1		
peind	-50	-14	-59 -33	-38 -44	-71	-41	-47		
nO2 (mmol/kg OS/u)	33,9		29,1 28,2	23,2 22,5	30,7	101,5 (24)*	31,3		
Gemidd. nO2	33,9	-	28,6	22,8	30,7	-	31,3	29,5	14,1

\* indien % OS = 3,8%, bedraagt nO2 24 mmol/kg/OS/u

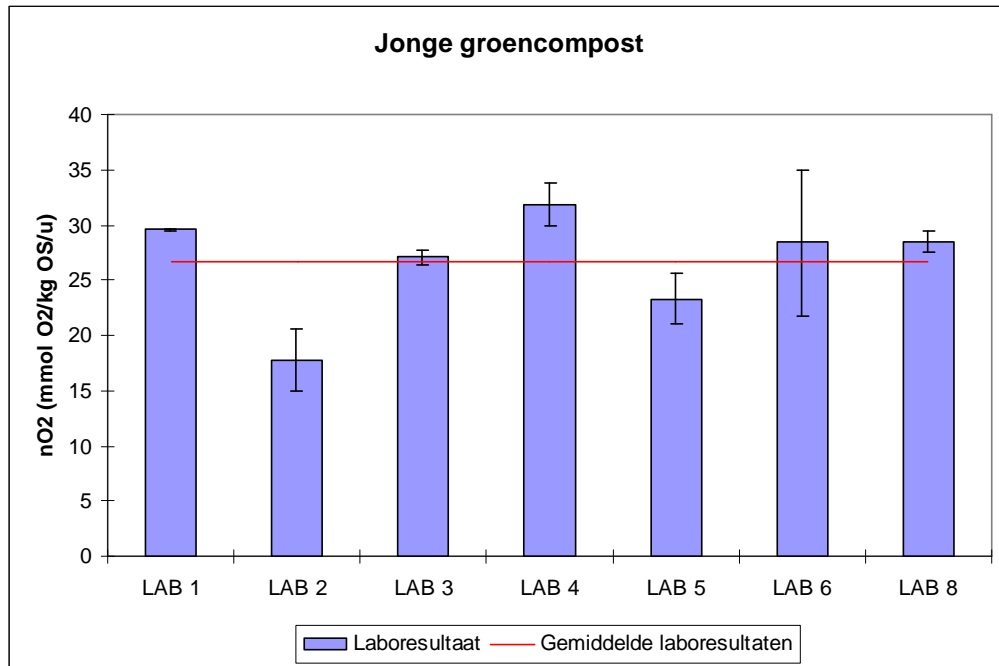
### 5.2.1 Groencompost

In Figuur 7 is het drukverloop in functie van de tijd weergegeven voor de jonge groencompost. Er kan gesteld worden dat alle laboratoria een vergelijkbaar drukverloop opmeten. Enkel bij Lab 2 (monster A) en bij Lab 6 (monster B) wordt een sterkere afvlakking van de curve waargenomen. Dit resulteert uiteindelijk ook in een lager zuurstofverbruik van resp. 14,9 en 21,8 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/u. Bij Lab 5 duurt de lagfase zowel voor monster A als B langer in vergelijking met de andere analysesresultaten.



*Figuur 7: Jonge groencompost: drukdaling i.f.v. de tijd*

In Figuur 8 zijn de resultaten voor de jonge groencompost per laboratorium weergegeven. Het gemiddelde van de duplo analyse is afgebeeld met aanduiding van de absolute afwijking van meting 1 en 2 t.o.v. het gemiddelde, wat een maat geeft van de spreiding van de duplo analyses. Voor de groencompost wordt een gemiddeld zuurstofverbruik bekomen van 27 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/u met een meetspreiding van 18%. Uit de resultaten van deze figuur kan afgeleid worden dat Lab 2 lagere resultaten bekomen en dat bij Lab 6 een grotere meetspreiding optreedt in vergelijking met de resultaten van de andere laboratoria.



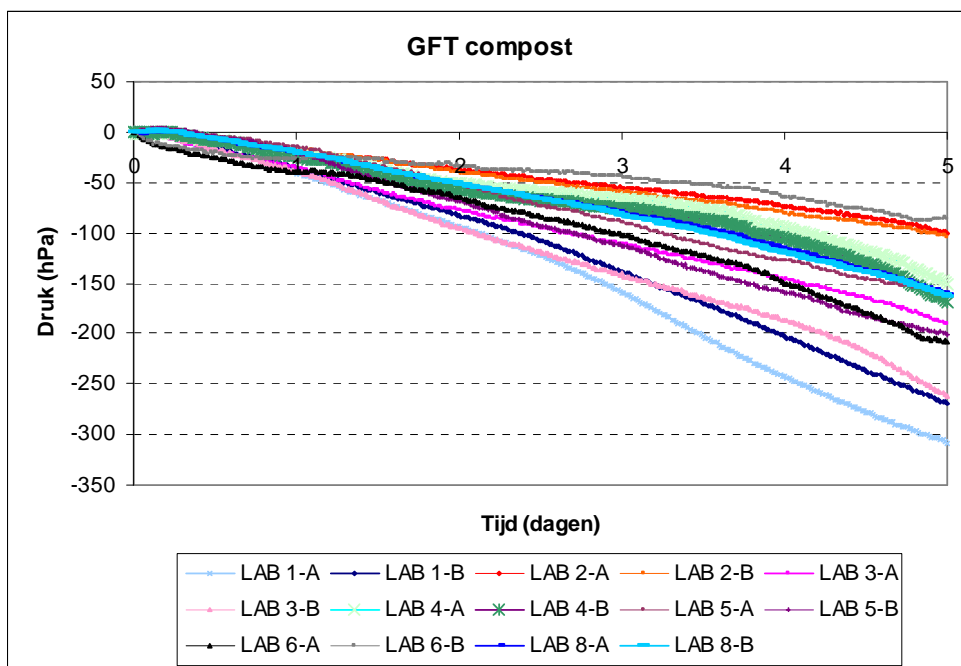
Foutenvlag: absolute afwijking van meting 1 en 2 t.o.v. gemiddelde

*Figuur 8: Resultaten proefronde voor jonge groencompost*

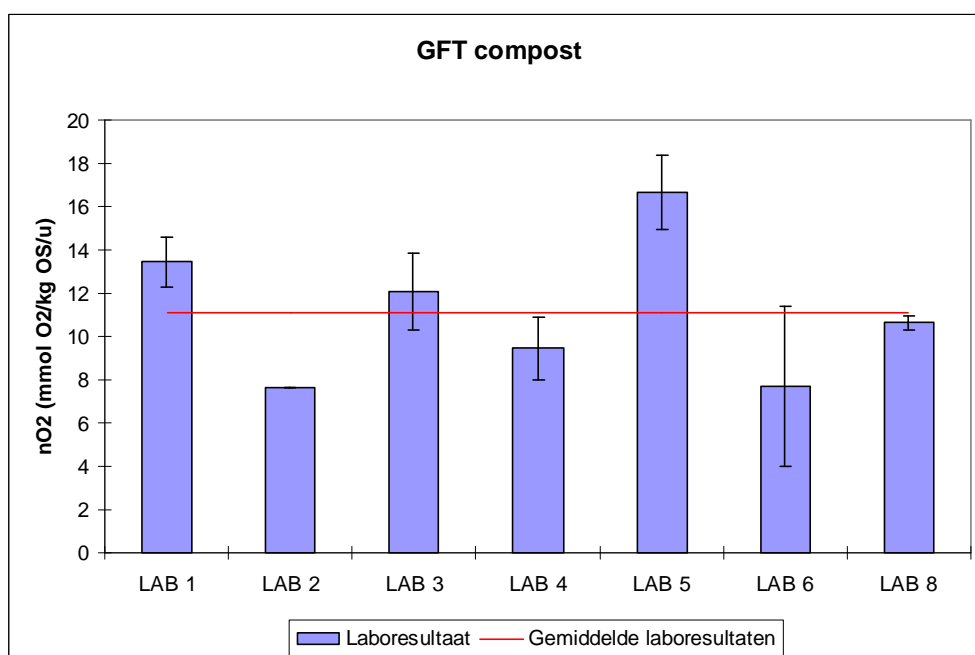
### 5.2.2 GFT compost

In Figuur 9 is het drukverloop in functie van de tijd weergegeven voor de GFT compost. Er kan gesteld worden dat alle laboratoria een vergelijkbaar drukverloop opmeten. Niettegenstaande wordt bij Lab 2 (monster A en B) en bij Lab 6 (monster B) een vlakkere curve waargenomen, terwijl bij Lab 1 (zowel monster A als B) een vrij groot drukverschil optreedt in vergelijking met de andere resultaten. Deze grotere drukval kan toegeschreven worden aan de grotere monsterhoeveelheid in vergelijking met de andere laboratoria.

In Figuur 10 zijn de resultaten voor de GFT compost per laboratorium weergegeven. Het gemiddelde van de duplo analyse is afgebeeld met aanduiding van de absolute afwijking van meting 1 en 2 t.o.v. het gemiddelde. Voor de GFT compost bedraagt de gemiddelde waarde 11 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/u met een spreiding van 29%. Uit de resultaten van deze figuur kan afgeleid worden dat zowel Lab 2 als Lab 6 lagere resultaten bekomen en dat bij Lab 6 bovendien een grotere meetspreiding optreedt in vergelijking met de resultaten van de andere laboratoria. Bij Lab 5 wordt een hoge waarde genoteerd in vergelijking met de andere resultaten.



*Figuur 9: GFT compost: drukkaling i.f.v. de tijd*



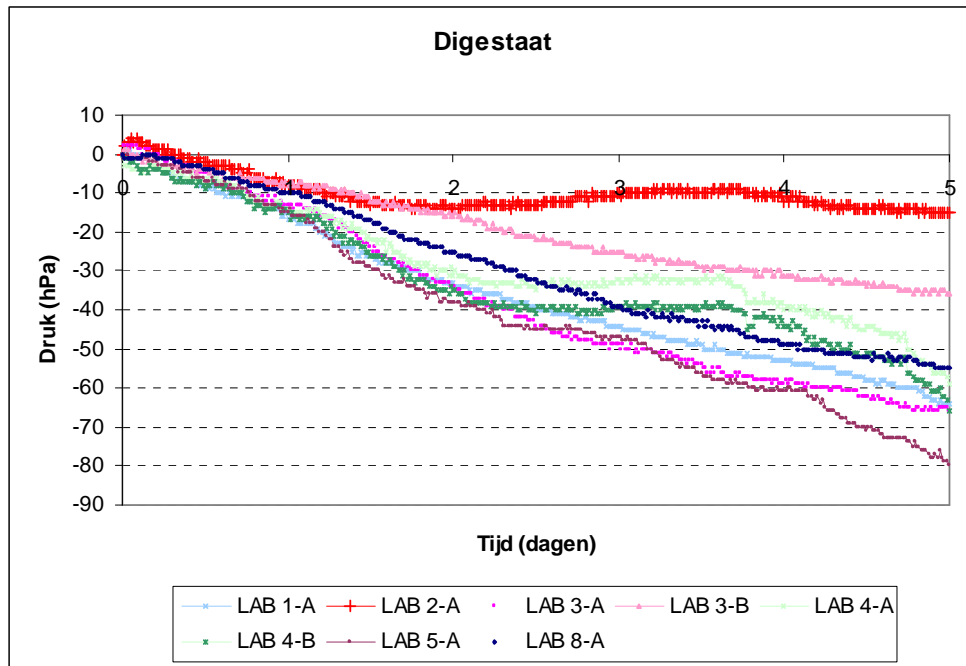
Foutenvlag: absolute afwijking van meting 1 en 2 t.o.v. gemiddelde

*Figuur 10: Resultaten proefronde voor GFT compost*

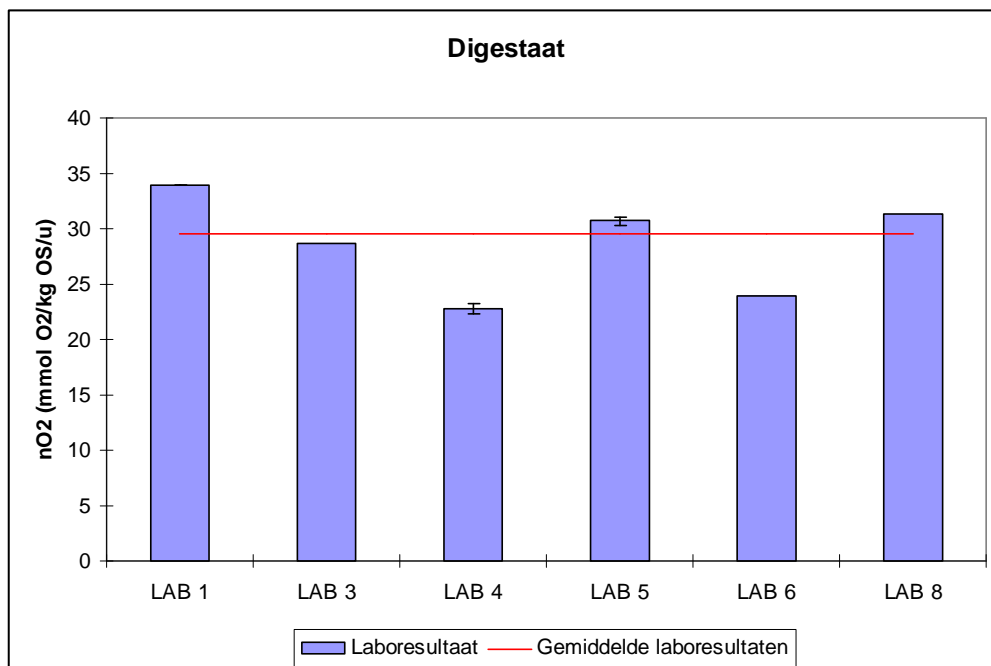


### 5.2.3 Digestaat monster

In Figuur 11 is het drukverloop in functie van de tijd weergegeven voor het digestaat monster. Voor de verschillende laboratoria wordt een vergelijkbaar drukverloop waargenomen met uitzondering van Lab 2. Een te vlakke curve wordt hier geobserveerd, dit resultaat werd bijgevolg niet mee opgenomen in de verwerking van de ringtestresultaten.



Figuur 11: Digestaat monster: drukdaling i.f.v. de tijd



Opmerking: Voor Lab 6 werd het resultaat weergegeven berekend t.o.v. 3.8% OS.

Figuur 12: Resultaten proefronde voor digestaat monster

In Figuur 12 zijn de resultaten voor het digestaat monster per laboratorium weergegeven. Lab 1, 3, 6 en 8 hebben de proef éénmaal uitgevoerd, terwijl lab 3 en 4 duplo analyses hebben uitgevoerd. Bij deze laatste werd het gemiddelde van de duplo analyse afgebeeld met de absolute afwijking van meting 1 en 2 t.o.v. het gemiddelde, wat een aanduiding geeft van de spreiding van de duplo analyses. Voor het digestaat monster bedraagt de gemiddelde waarde 29,5 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/u met een spreiding van 14%.

Er dient opgemerkt worden dat bij de analyse van digestaat monsters de bepaling van het gehalte aan organische stof zeer belangrijk is. Vermits het organisch stofgehalte laag is, heeft ze een significante impact bij de berekening van het zuurstofverbruik.

Het gehalte aan organische stof (en droge stof) werd op het ringtestmonster uitgevoerd door 5 laboratoria (Tabel 10) waarbij het resultaat van Lab 6 als uitschieter kan beschouwd worden. Gemiddeld wordt een droge stof gehalte (DS) van 6,7% bekomen en een organische stof gehalte (OS) van 3,8%.

Indien bij de verwerking van de resultaten van Lab 6 het zuurstofverbruik berekend wordt t.o.v. 0,9% OS, wordt een resultaat van 102 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/u bekomen. Herberekening van de ruwe data met een OS van 3,8% resulteert in een zuurstofverbruik van 24 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/u wat aansluit bij de resultaten van de andere laboratoria. Dit resultaat werd opgenomen in Tabel 10.

*Tabel 10: Resultaten droge stof en organische stof van digestaat*

Digestaat	LAB 1	LAB 3	LAB 4	LAB 5	LAB 6
DS op totale fractie (% VM)	6,8	6,6	6,7	6,8	1,5
OS op totale fractie (% VM)	3,8	3,7	3,8	3,8	0,9

Bij de respiratieproef van het digestaat monster werd een drukval bekomen van ongeveer 50 hPa. Aanbevolen zou zijn om de hoeveelheid analysemonster te verhogen om alzo een groter drukverschil te creëren. Echter is dit niet mogelijk omdat de eind pH zich reeds bevindt bij pH 8.5 – 8.9, wat reeds buiten het aanbevolen gebied ligt van pH 5.8 - 8.2. Verhoging van de hoeveelheid digestaat zou een nefast effect hebben op het reactieproces.

Bijkomend onderzoek is gewenst om de respiratieproef te optimaliseren voor digestaat monsters met volgende aandachtspunten:

- hoger drukverschil
- lagere eind pH
- aanpassing van de buffer met een hoger bufferend vermogen zou een mogelijk alternatief zijn.

#### **5.2.4 Bijkomende opmerkingen**

In de huidige CMA methode is een richtlijn opgenomen voor het berekenen van het tijdstip waarop de reactie start (i.e. zuurstofopname). Hierbij wordt beschreven dat uit de blanco gecorrigeerde meetdata van de lagfase de gemiddelde druk kan berekend worden en 3\* standaard deviatie van deze resultaten. De bekomen gemiddelde drukwaarde verminderd met 3\*standaard deviatie wordt weerhouden als  $p_{\text{begin}}$  met bijhorende  $t_{\text{begin}}$ .

Bij de monsters verdeeld voor proefronde 2 was de lagfase kort waardoor de berekening van de standaarddeviatie niet evident was.

Een mogelijk alternatief is de drukwaarde van de individuele metingen te toetsen aan 3\*de overeenkomstige blancowaarden (beiden niet blanco gecorrigeerd). Vanaf het moment dat de drukwaarde continue lager is dan 3\*blanco kan dit tijdstip als starttijd aangewend worden. Echter bij deze procedure moet de blanco waarde goed onder controle zijn. Bij te hoge blancowaarden bv. 5 hPa zal het beginpunt pas aanvangen vanaf een drukwaarde van -15 hPa, waarbij de reactie mogelijks al lopende is.

Een geschikter alternatief is een uitbreiding van de huidige richtlijn. Bedoeling is om op basis van blanco gecorrigeerde drukwaarden van de lagfase van diverse monsters (Bv. 10) een vaste overschrijdingswaarde vast te leggen. Naar analogie met de huidige richtlijn zal 3\*de standaarddeviatie worden berekend uit blanco gecorrigeerde meetdata van de lagfase, en dit voor verschillende monsters (bv. 10). De maximale waarde voor 3\*stdev zal weerhouden worden als de significante drukdaling waarbij aangenomen wordt dat de reactie start. Bij een willekeurig monster zal de (blanco gecorrigeerde) drukwaarde waarbij de waarde van de initiële druk verminderd met 3\*standaard deviatie overschreden wordt, worden weerhouden als  $p_{\text{begin}}$  met bijhorende  $t_{\text{begin}}$ . Voordeel van deze procedure is dat voor alle monsters een vaste waarde kan gehanteerd worden voor het significante drukverschil waarbij de reactie start.

Een voorbeeld van deze berekeningswijze, weergegeven in Tabel 11, werd uitgewerkt op basis van meetresultaten bekomen binnen het VITO laboratorium. Tien monsters (verschillende origine, met een lagfase minimaal tussen  $p_0$  en  $p_{0.5}$ ) werden geselecteerd. Van de blanco gecorrigeerde drukwaarden in deze periode werd de standaarddeviatie berekend, alsook 3\*stdev. De maximale waarde van 3\*stdev, i.e. 4 hPa, werd weerhouden als de significante drukdaling waarbij wordt aangenomen dat de reactie start. In de rechterkolommen wordt een meetreeks van een willekeurig monster gegeven waarbij de blanco gecorrigeerde initiële drukwaarde -3 hPa bedraagt. Indien een drukdaling van 4hPa als significant wordt beschouwd, zal  $p_{\text{begin}}$  -7 hPa bedragen.

Tabel 11: Voorbeeld bepaling begindruk van het reactieproces

Eenheid: hPa	Gemidd. van de blanco gecorr. drukken tussen $p_0$ en $p_{0.5}$	Stdev van de blanco gecorr. drukken tussen $p_0$ en $p_{0.5}$	3*stdev	Tijd	Meting 1
				(dagen)	Na blanco correctie
Monster 1	-0,69	0,71	2,13	0,000	0
Monster 2	-0,47	0,56	1,68	0,014	-3
Monster 3	5,28	1,32	3,97	0,028	-3
Monster 4	2,42	0,73	2,20	0,042	-4
Monster 5	2,69	0,75	2,25	0,056	-6
Monster 6	0,39	0,55	1,65	0,069	-7
Monster 7	-0,28	0,45	1,36	0,083	-8
Monster 8	2,25	0,81	2,42	0,097	-11
Monster 9	3,39	0,87	2,61	0,111	-12
Monster 10	2,36	0,64	1,92	0,125	-12
Max	5,28	1,32	<b>3,97</b>	...	....
Gemidd.	1,73	0,74	2,22		
Min	-0,69	0,45	1,36		

### 5.2.5 Besluit proefronde 2

Op basis van de resultaten van deze proefronde kunnen volgende besluiten geformuleerd worden:

- De praktische uitvoering van de proef verloopt bij de verschillende laboratoria grotendeels zonder problemen, geen specifieke knelpunten werden gemeld.
- Voor het analyseren van digestaat monsters dient de procedure verder geoptimaliseerd te worden. Verhoging van de monsterhoeveelheid is gewenst om een groter drukverschil te bekomen. Met de huidige procedure is dit niet mogelijk omdat de pH van de oplossing te hoog oploopt. Bijsturing van bv. de buffer is gewenst.
- Voor de berekening van de begindruk is in de huidige CMA methode een richtlijn beschreven. Een aanpassing van de richtlijn waarbij een vaste waarde wordt vastgelegd voor het bepalen van het significant drukverschil als start van de reactie, wordt voorgesteld.

### 5.3 Bepaling van de droge stof en organische stof

Voor de berekening van het zuurstofverbruik wordt het resultaat verrekend t.o.v. het gehalte aan organische stof. Idealiter zou deze bepaling moeten uitgevoerd worden op de compostfractie < 10 mm, i.e. analyseportie voor de respiratieproef, echter hiervoor dient een bijkomende analyse te worden uitgevoerd. Routinematig wordt immers het gehalte aan droge stof en organische stof bepaald op de totale compostfractie (na verfijning en zeven over 1 mm).

Om de mate van verschil na te gaan van het organisch stofgehalte op de < 10 mm compostfractie en de totale compost werd tijdens deze proefronde op beide fracties het droge stofgehalte en het organische stofgehalte bepaald. In Tabel 12 zijn de individuele resultaten van de laboratoria weergegeven alsook de gemiddelde waarde en de %RSD voor de verschillende bepalingen.

Bij de droge stofbepaling wordt zowel voor de jonge groencompost als voor de GFT compost geen significant verschil waargenomen tussen het resultaat (en de meetspreiding) bekomen op de totale fractie en op de < 10 mm fractie.

*Tabel 12: Bepaling van DS en OS vóór en na zeven < 10 mm*

<b>Jonge compost</b>	LAB 1	LAB 2	LAB 3	LAB 4	LAB 5	LAB 6	LAB 8	Gemidd.	%RSD	
DS op totale fractie (% VM)	60,9	61,0	59,5	59,4	61,0	60,8	61,0	59,8	60,4	1,20
DS op fractie < 10 mm (% VM)	60,4	61,3	60,9		62,7	61,0	62,6	62,3	61,6	1,49
OS op totale fractie (% VM)	20,3	13,5	28,2	23,9	23,9	19,1	21,1	22,0	21,5	19,9
OS op fractie < 10 mm (% VM)	22,3	15,8	21,8		20,7	21,9	20	20,2	20,4	10,8

<b>GFT compost</b>	LAB 1	LAB 2	LAB 3	LAB 4	LAB 5	LAB 6	LAB 8	Gemidd.	%RSD	
DS op totale fractie (% VM)	69,2	69,6	70,8	66,6	70,1	69,3	69,2	68,9	69,2	1,76
DS op fractie < 10 mm (% VM)	69,2	69,6	70,0		70,5	69,5	70,4	70,5	70,0	0,76
OS op totale fractie (% VM)	24,1	21,1	32,2	11,2	26,4	26	24,8	26,1	24,0	25,2
OS op fractie < 10 mm (% VM)	26,4	22,7	25,3		25,4	24,8	23,8	23,7	24,6	5,1

DS: droge stof ; OS: organische stof

Bij de bepaling van het gehalte aan organische stof verschillen de meetwaarden van de <10 mm fractie en de totale fractie zowel in positieve als negatieve richting. Bijgevolg wordt een vergelijkbare gemiddelde waarde bekomen voor het gehalte organische stof voor de jonge

groencompost en voor de GFT compost. Een gepaarde T-test van het gehalte (95% betrouwbaarheidsinterval, 2-zijdig) resulteert in niet significant verschillende resultaten. Echter de meetspreiding bij de analyse op de totale fractie is beduidend hoger dan op de fractie < 10 mm. Deze spreiding is hoofdzakelijk toe te schrijven aan de resultaten van LAB 3. Indien deze resultaten buiten beschouwing worden gelaten, wordt een vergelijkbaar resultaat gevonden tussen < 10 mm fractie en totale fractie.

Door VLACO vzw werden in 2002 een beperkt aantal testen uitgevoerd voor de bepaling van het organisch stofgehalte op verschillende zeeffracties van compost. De resultaten hiervan zijn weergegeven in Tabel 13.

*Tabel 13: DS en OS in functie van de zeeffractie van compost*

Code staal	fractie	% /totaal	DS (%)	OS (VS (% on ww))
HOOP 46 13/12/02	0-15 mm	74,0	45,4	20,9
	0-25 mm	85,3	46,4	21,2
	0-2 mm	10,9	51,4	16,5
	2-5 mm	29,8	48,3	17,9
	5-10 mm	19,2	45,4	20,3
	10-16 mm	14,1	38,7	22,5
	16-20 mm	6,3	39,4	31,1
	20-25 mm	5,0	41,0	31,9
	25-40 mm	6,0	41,7	31,4
HOOP 43 29/11/02	0-15 mm	74,2	44,9	24,8
	0-25 mm	81,9	45,1	23,7
HOOP okt 02	0-15 mm	72	50,0	23,2
	0-2 mm	40,9	60,4	20,3
	2-5 mm	9,9	52,8	27,4
	5-10 mm	11	50,6	32,3
	10-16 mm	10,2	50,9	37,3
	16-20 mm	4,9	48,8	38,5
	20-25 mm	4,9	46,5	37,7
	25-40 mm	4,6	49,8	39,9

DS: droge stof ; OS: organische stof

Volgende bevindingen werden afgeleid van deze resultaten:

- Het inschatten van de invloed van fijner of grover afzeven is een combinatie van het organisch stofgehalte in iedere zeeffractie en het aandeel van die zeeffractie.
- Een grovere zeeffractie heeft weliswaar een hoger organisch stofgehalte, maar het aandeel ervan is tamelijk beperkt.
- Zodra een zeeffractie van 20 (of zelfs 15) mm wordt gehanteerd, is er relatief weinig verhoging van het organisch stofgehalte door een grovere zieving toe te passen.
- Bij zeeffracties van 10 mm of minder is er wel een duidelijke daling van het gehalte aan organische stof naarmate een kleinere maaswijdte wordt gehanteerd.
- Ten slotte nog deze bemerking: dit zijn besluiten op basis van een beperkte analyse. Dit hoeft uiteraard niet altijd overeen te komen met andere bevindingen. Aard van het verwerkte materiaal (grofheid), zal hierin zeker een rol spelen.

Door ILVO werden van 3 type schorscomposten droge stof en organische stof bepalingen uitgevoerd op de < 10 mm fractie en de < 20 mm fractie. In Tabel 14 zijn de resultaten hiervan weergegeven. Voor de bepaling van de droge stof worden er geen significante verschillen waargenomen tussen de fractie < 10 mm of de fractie < 20 mm.

Bij de bepaling van de organische stof daarentegen wordt een beduidend verschil geconstateerd bij 1 schorscompost nl schorscompost populier. In de fractie < 10 mm bedraagt het organische stofgehalte 41.1% op verse compost, terwijl in de < 20 mm fractie deze 47.3% op verse compost bedraagt.

Tabel 14: Bepaling van organische stof op schorscomposten

staal	% fractie < 10 mm	% vocht 0-10 mm	% vocht 0-20 mm	%OS fractie 0-20 mm (VM)	%OS fractie 0-10 mm (VM)
schorscompost eik	83,3	63,8	63,2	39,3	39,4
schorscompost populier	69,7	68,7	67,2	47,3	42,1
schorscompost spar	78,2	69,5	68,6	52,7	50,8

OS: organische stof; VM: vers materiaal

#### Besluit:

(Beperkte) testen tonen soms significante verschillen aan tussen bepalingen uitgevoerd op de < 10 mm fractie en de totale compostfractie. Niettegenstaande zijn deze bevindingen sterk gecorreleerd aan de aard van het te analyseren compostmonster.

Vermits afhankelijk van het monstertype verschillen mogelijk zijn en het zuurstofverbruik wordt uitgedrukt ten op zichte van het organisch stofgehalte, wordt geadviseerd om de bepaling van de organische stof uit te voeren op de fractie < 10 mm, i.e. analyseportie voor de respiratieproef.

## 5.4 Toetsing rijpheidsgraad met respiratieproef

Voor de bepaling van de compoststabiliteit wordt momenteel de rijpheidsgraad uitgevoerd conform CMA/2/IV/22. De bepaling van de rijpheidsgraad van een compostmonster laat toe om uitspraak te doen over de graad van uitgerijptheid van de compost. De test maakt gebruik van een Dewarvat waarin het compostmonster bij een optimaal, gestandaardiseerd vochtgehalte wordt geïncubeerd. Naarmate het monster minder uitgerijpt is (hogere microbiële activiteit en/of meer beschikbare voedingsstoffen) zal de temperatuur in het Dewarvat hoger oplopen. De rijpheid wordt hierbij afgeleid uit de maximale temperatuur die tijdens de incubatie wordt geregistreerd. Belangrijk bij de test is de instelling van het vochtgehalte. Te vochtige of te droge monsters belemmeren de zelfverhitting, wat een overschatting van de uitgerijptheid (te hoge rijpheid) tot gevolg heeft. Een optimaal, aan het waterhoudend vermogen van het compostmonster aangepast vochtgehalte, kan gestandaardiseerd worden ingesteld d.m.v. de zgn. knijptest.

De rijpheid wordt ingedeeld in klassen volgens de gemeten maximale temperatuur:

Rijpheid	Tmax (°C)
I	>60
II	50.1 – 60.0
III	40.1 – 50.0
IV	30.1 – 40.0
V	≤ 30

Tijdens de werkgroepvergadering Compost van 22.06.2006 werd door Ward Devliegher (VLACO vzw) informatie verstrekt ivm vergelijkbaarheid rijpheidsgraad en resultaten respiratieproef. Op basis van literatuurgegevens, voornamelijk via [www.woodsend.org](http://www.woodsend.org), werd een volgende indeling en vergelijking gemaakt tussen oa. de rijpheidsgraad en de respiratieproef (zie Tabel 15).

Tabel 15: Indeling compostmonsters i.f.v. stabiliteitsproef

	SOLVITA <sup>(1)</sup>		Rijpheidsgraad		Respiratieproef
	Korte typering van de compost	Klasse	°C	Klasse	Oxitop <sup>®</sup> (mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u)
Afgewerkte compost	Inactief, zeer matuur	8	22	V	< 3.9
	Goed gestabiliseerd	7	33	IV	6.5
Actieve compost	Matig actief, quasi gestabiliseerd	6	45	III	14.3
	Gematigd actief, beperkt gestabiliseerd	5	53	II	20.8
	Actief, tamelijk jong	4	59	II	27.3
	Zeer actief, jong	3	64	I	35.1
Ongecomposteerd	Uitermate actief, weinig gecomposteerd	2	67	I	41.6
	Vers, ongecomposteerd	1	> 67	I	52

<sup>(1)</sup> Bij de Solvita –test wordt aan de hand van 2 strips met kleurencode het CO<sub>2</sub>-gehalte en het NH<sub>3</sub>-gehalte bepaald. De combinatie van de 2 kleuren resulteert in een welbepaalde maturiteitsklasse. Testen uitgevoerd in de studie *Geïntegreerd en inderdisciplinair onderzoek naar objectieve evaluatiemethoden voor het meten van maturiteit, hygiëniseren en kwaliteit van compost (project gefinancierd door FOD)* toonden een sprongsgewijs verloop van de maturiteit en foutieve beoordeling van de maturiteit (regelmatig indicatie van hoge stabiliteit terwijl de compost nog niet stabiel was).

In het Oxitop<sup>®</sup> onderzoek van A. Veecken (Wageningen) werd volgende indeling aangegeven:

- zeer stabiele compost: < 5 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/u
- stabiele compost: 5 - 15 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/u
- onstabiele compost: 15 - 30 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/u
- zeer onstabiele compost: > 30 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/u

Een voorlopig voorstel naar klassenindeling op basis van de Oxitop<sup>®</sup> resultaten werd door VLACO vzw geformuleerd en is weergegeven in Tabel 16.

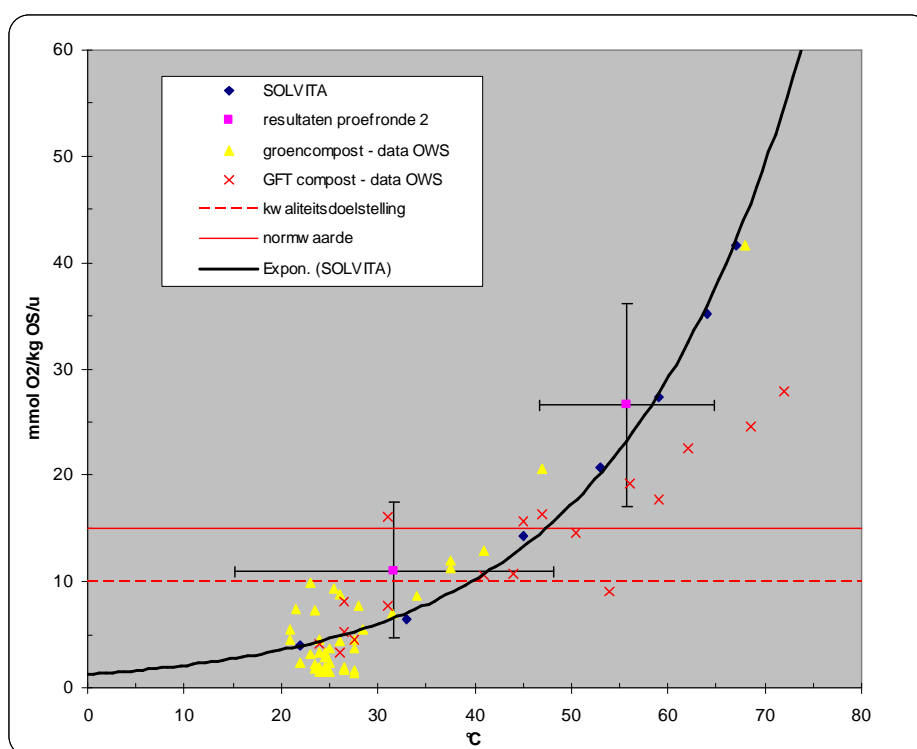
Tabel 16: Voorstel klassenindeling bij Oxitop<sup>®</sup> resultaten

Zuurstofverbruik	Typering
< 5 mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u	Heel stabiel, weinig actief
5 – 10 mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u	Stabiel, beperkt actief
10 – 15 mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u	Matig stabiel, actief
15 – 25 mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u	Relatief jong, vrij sterk actief
> 25 mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u	Jong, heel actief, onstabiel

Als kwaliteitsdoelstelling zou de waarde van 10 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/u worden vooropgesteld, en 15 mmol O<sub>2</sub>/kg OS/u als normwaarde.

In Figuur 13 zijn vergelijkende gegevens afgebeeld uit het onderzoeksrapport van OWS<sup>2</sup> waarbij van verschillende groen- en GFT composten de rijpheidsgraad werd bepaald, alsook een respiratieproef werd uitgevoerd. De relatie van de Solvita test met de rijpheidsgraad is ook aangegeven en duidt op een exponentieel verloop.

Bijkomend op deze figuur werden de vergelijkende resultaten van de GFT compost en de groencompost van proefronde 2 opgenomen met aanduiding van de foutenvlag (2 x stdev) voor beide meetprocedures.



Figuur 13: Evaluatie respiratieproef t.o.v. de rijpheidsgraad

<sup>2</sup> E. De Wael, B. De Wilde en I. Wierinck, *Evaluatie van de Oxitop respiratietest voor bepaling van de rijpheid van groen- en GFT compost*, oktober 2003.



Bij evaluatie van de resultaten bekomen bij deze proefronde waarbij zowel de rijpheidsgraad als de respiratieproef (Oxitop<sup>®</sup>) werd uitgevoerd, kan een volgend vergelijk worden opgesteld:

	Rijpheidsgraad	Oxitop <sup>®</sup>
Jonge groencompost	55.7°C ± 8.1% (n=6) Klasse II	26.6 mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u ± 18% (n=14) Jong, heel actief, onstabiel
GFT compost	31.7°C ± 26% (n=6) Klasse IV	11.1 mmol O <sub>2</sub> /kg OS/u ± 29% (n=14) Matig stabiel, actief

Rekeninghoudend met de meetspreiding situeert de rijpheidsgraad bij de jonge groencompost zich in klasse I - II, en de Oxitop<sup>®</sup> meting geeft 'relatief jong, vrij sterk actief' en 'jong, heel actief, onstabiel' aan. Bij de GFT compost situeert de rijpheidsgraad zich in klasse IV - V, en de Oxitop<sup>®</sup> meting geeft 'Stabiel, beperkt actief' en 'Matig stabiel, actief' aan. Voor beide compostmonsters kan gesteld worden dat een vergelijkbare indeling wordt bekomen bij toepassing van de rijpheidsgraad en de respiratieproef.

## 5.5 Besluit proefronde 2

De praktische uitvoeringswijze van de respiratieproef werd door de verschillende laboratoria grotendeels zonder problemen geïmplementeerd.

*Berekeningswijze.* Bij de berekening van het zuurstofverbruik in de CMA methode wordt voorgesteld om voor het vastleggen van de begindruk een bijkomende richtlijn op te nemen. Gezien bij deze ringtestmonsters de lagfase zeer kort was, was het uitvoeren van de huidige richtlijn moeilijk i.e. *“Uit de meetgegevens (blanco gecorrigeerd) van de lagfase wordt per monstertype de gemiddelde druk berekend en 3\* standaard deviatie van deze resultaten. De bekomen gemiddelde drukwaarde verminderd met 3\*standaard deviatie wordt weerhouden als  $p_{begin}$  met bijhorende  $t_{begin}$ .”*

Voorstel tot aanpassing (wijzigingen zijn onderlijnd):

Het tijdstip  $t_{begin}$  is het moment waarbij de reactie (i.e. zuurstofopname) start en waarbij dus een significante drukdaling optreedt (i.e. daling van de curve). Het vastleggen van het tijdstip  $t_{begin}$  is grotendeels gebaseerd op 'expert judgement', echter volgende richtlijnen kunnen hiervoor gehanteerd worden:

- Het tijdstip  $t_{begin}$  is gelegen tussen 0 en 1.5 dagen.  
Opmerking: Indien de reactie na 1.5 dag niet is opgestart, dient een grotere hoeveelheid monster in bewerking genomen te worden of kan er een fout zijn opgetreden in de meetopstelling.
- Uit de grafische weergave kan afgeleid worden op welk tijdstip de reactie ongeveer start.
- Op basis van blanco gecorrigeerde drukwaarden van de lagfase van diverse monsters (Bv. 10) wordt een vaste overschrijdingswaarde vastgelegd. Uit de meetgegevens (blanco gecorrigeerd) van de lagfase wordt van x monsters 3\* standaard deviatie berekend. De grootste waarde van 3\*stdev wordt weerhouden als het significante drukverschil waarbij wordt aangenomen dat de reactie start. Deze waarde wordt als vaste overschrijdingswaarde gehanteerd voor alle te analyseren monsters.

- De initiële drukwaarde van het te analyseren monster verminderd met 3\*standaard deviatie wordt weerhouden als  $p_{\text{begin}}$  met bijhorende  $t_{\text{begin}}$ .  
Als streefwaarde voor de 3\*standaard deviatie wordt een waarde kleiner dan 10 hPa vooropgesteld.
- Toetsing van de bekomen resultaten met de grafische weergave is steeds aanbevolen.

*Bepaling organische stof.* Vermits afhankelijk van het monstertype verschillen mogelijk zijn en de meetwaarde wordt uitgedrukt ten op zichte van het organisch stofgehalte, wordt geadviseerd om de bepaling van de organische stof uit te voeren op de fractie < 10 mm.

*Analyse van digestaten.* Voor het analyseren van digestaatmonsters dient de procedure verder geoptimaliseerd te worden. Verhoging van de monsterhoeveelheid is gewenst om een groter drukverschil te bekomen. Met de huidige procedure is dit niet mogelijk omdat de pH van de oplossing te hoog oploopt. Bijsturing van bv. de buffer met een hoger bufferend vermogen is gewenst.

*Relatie rijpheidsgraad – respiratieproef.* Rekeninghoudend met de meetspreiding situeert de rijpheidsgraad bij de jonge groencompost zich in klasse I - II, en de Oxitop<sup>®</sup> meting geeft ‘relatief jong, vrij sterk actief’ en ‘jong, heel actief, onstabiel’ aan. Bij de GFT compost situeert de rijpheidsgraad zich in klasse IV - V, en de Oxitop<sup>®</sup> meting geeft ‘Stabiel, beperkt actief’ en ‘Matig stabiel, actief’ aan. Voor beide compostmonsters kan gesteld worden dat een vergelijkbare indeling wordt bekomen bij toepassing van de rijpheidsgraad en de respiratieproef.

## 6 TESTEN CONTROLEMONSTER

Voor het uitvoeren van de respiratietest is het aangewezen om bij elke analysereeks een controlemonster mee te nemen zodat de kwaliteit van de analyse in functie van de tijd kan opgevolgd worden.

Momenteel is in de beschikbare procedures geen beschrijving gegeven van een geschikt controlemonster. Volgende vereisten werden vooropgesteld om een controlemonster als geschikt te weerhouden:

- vergelijkbare uitvoering mogelijk als compostmonster
- beperkte lagfase (0 – 2 dagen)
- drukverschil tussen – 100 en -300 hPa

Een aantal testen werden binnen het VITO laboratorium hieromtrent uitgevoerd. In Tabel 17 is een overzicht gegeven van de bekomen resultaten van deze testen.

Opmerking: Voor het gemeten drukverschil en de berekening van het rendement werd steeds het maximale drukverschil genomen.

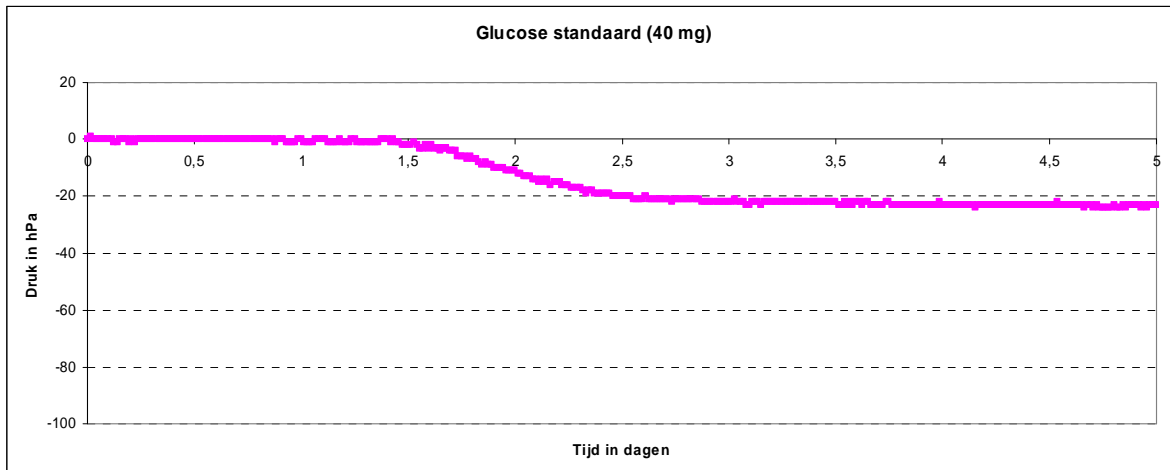
*Tabel 17: Overzicht testen controlemonster*

Nr	Standaard	Theoretische conc. (mg)	Gemeten drukverschil (hPa)	Rendement t.o.v. theor. conc. (%)
1	Glucose	40 mg	± -25 hPa	64.5% ± 2.8% (n=6)
2	Glucose	200 mg	± -50 hPa	20%
3	Glucose	300 mg	± -40 hPa	15%
4	Glucose/glutaminezuur (vast)	75 mg/75 mg	± -6 hPa	4%
5	Glucose/glutaminezuur (oplossing in H <sub>2</sub> O)	75 mg/75 mg	± -60 hPa	40%
6	Glucose/glutaminezuur (oplossing in H <sub>2</sub> O, pH gecorrigeerd)	150 mg/150 mg	± -150 hPa	53% ± 5% (n=2)
7	Na-benzoaat	250 mg	± 100 hPa	31% ± 20% (n=2)

In een eerste reeks testen werd een glucose standaard geëvalueerd als controlemonster. Glucoseoplossingen werden aangemaakt met een eindconcentratie van 40 mg (test nr 1). Bij het uitvoeren van de respiratietest werd een rendement bekomen van ± 64.5% met een drukverschil van -25 hPa (zie Figuur 14). Meervoudige experimenten uitgevoerd op de 40 mg glucose standaard tonen aan dat deze standaard reproduceerbaar (2.8% RSD) kan gemeten worden, echter het bekomen drukverschil van -25 hPa is te laag om als geschikt bevonden te worden.

Indien wordt aangenomen dat naar analogie met BOD metingen de maximale zuurstofopname bij gebruik van een nitrificatieremmer ± 66% van de theoretische waarde bedraagt<sup>3</sup>, kan gesteld worden dat het bekomen gemiddelde rendement van 64.5% aansluit bij het te verwachten resultaat.

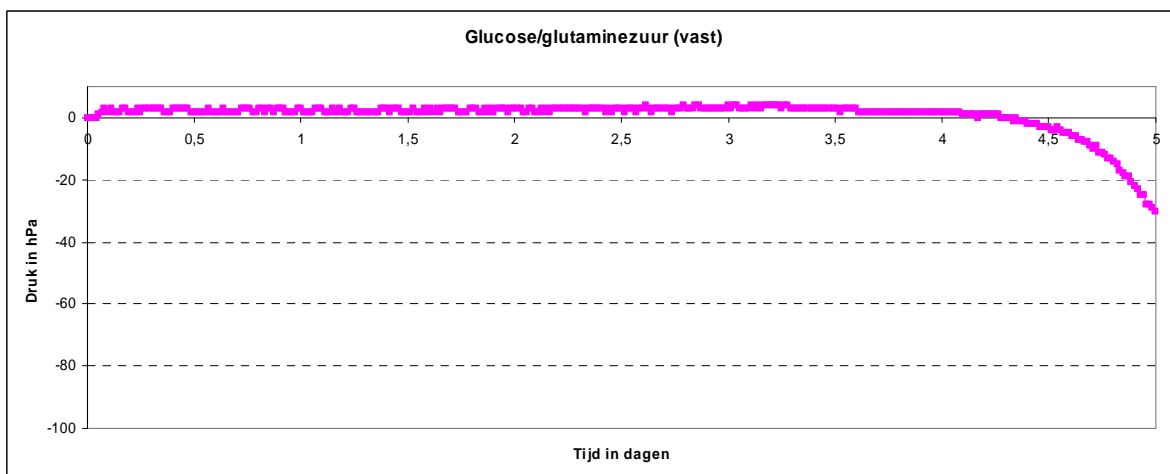
<sup>3</sup> Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th Edition, 1998, Part 5210 – Biological Oxygen Demand (BOD).



*Figuur 14: Drukverloop bij glucose standaard– test nr 1*

Het verhogen van de concentratie van de glucose standaard naar 200 mg (test nr 2) en 300 mg (test nr 3), resulteerde niet in een overkomstige verhoging van het drukverschil. Rendementen van respectievelijk 20% en 15% werden bekomen. Vermoedelijk was te weinig N aanwezig of trad er een verzuring van het medium op waardoor de reactie (opname van O<sub>2</sub>) stagneerde.

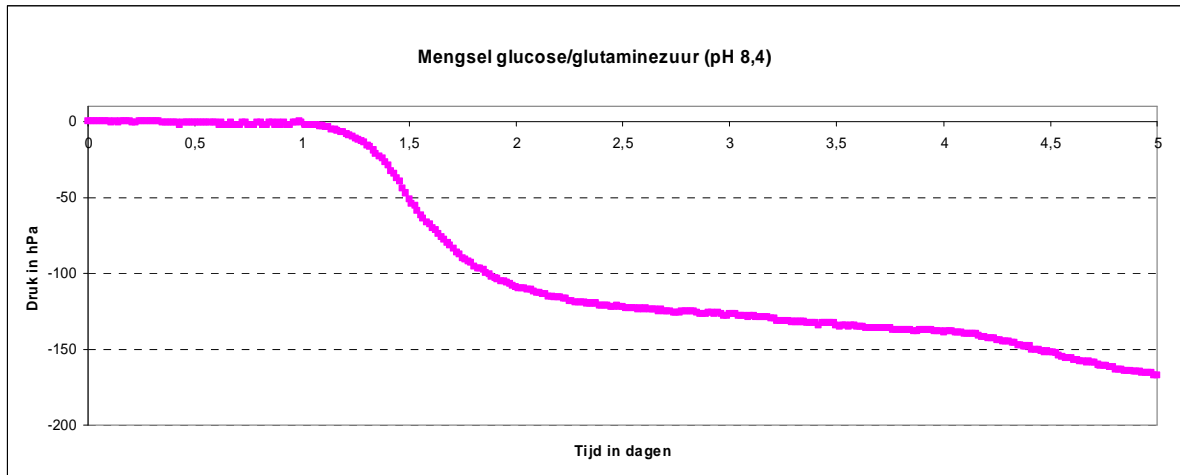
In een volgende reeks testen werd een mengsel van glucose/glutaminezuur (i.e. controlemonster voor BOD analyses) geëvalueerd. Bij de analyse van dit mengsel glucose/glutaminezuur, vertrekkende van het vast product en als dusdanig toegevoegd in het mineraal medium, in een concentratie van 75 mg/75 mg, wordt een rendement van slechts 4% bekomen (test nr 4). Na 4 dagen was de reactie nog niet opgestart (zie Figuur 15). Vermoedelijk loste het vaste mengsel te traag op in het mineraal medium zodat de eigenlijke respiratietest te laat opstartte.



*Figuur 15: Drukverloop bij glucose/glutaminezuur mengsel – test nr 4*

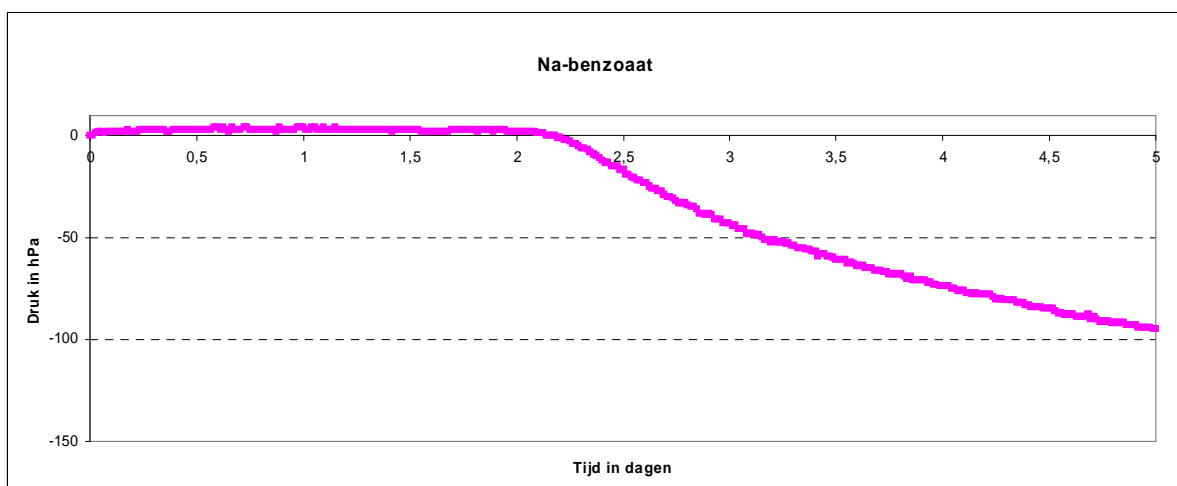
Bij een volgende test (test nr. 5) werd voorafgaandelijk aan de respiratieproef een oplossing glucose/glutaminezuur in H<sub>2</sub>O aangemaakt. Hiervan werd 10 ml gepipetteerd resulterend in een concentratie van 75 mg/75 mg glucose/glutaminezuur. De respiratieproef werd opgestart en resulteerde in een rendement van 40 % en een drukdaling van ± -60 hPa.

Gezien de pH van de reactieoplossing belangrijk is bij het verloop van de respiratietest werd bij het volgende experiment een bijsturing van de pH uitgevoerd. Een mengsel van glucose/glutaminezuur (oplossing) in een concentratie van 150 mg/150 mg, werd genomen. De pH van deze oplossing werd bijgestuurd van pH 4 naar pH 8.4 (test nr 6). Het uiteindelijke rendement van de respiratieproef bedroeg  $\pm 53\%$  (5% RSD, n=2) met een drukverschil van  $\pm 150$  hPa (zie Figuur 16).



*Figuur 16: Drukverloop bij glucose/glutaminezuur mengsel pH 8.4 – test nr 6*

Op basis van literatuurgegevens<sup>4</sup> werd als controlemonster geëvalueerd of natriumbenzoaat kan gebruikt worden. In de literatuur werd aangegeven dat dit type product een korte lagfase heeft. Een oplossing van 1.25 g natriumbenzoaat werd in 100 ml aangemaakt. Hiervan werd 20 ml genomen voor verdere analyse. Het drukverloop van dit monster is weergegeven in Figuur 17. Zoals kan afgeleid worden uit de figuur start de reactie pas op na meer dan 2 dagen en is na 5 dagen de reactie nog lopende. Dit resulteert in een rendement van 31% (20% RSD bij n=2).



*Figuur 17: Drukverloop bij natriumbenzoaat oplossing pH 8.1 – test nr 7*

<sup>4</sup> P. Reuschenbach, U. Pagga, U. Strotmann, *A critical comparison of respirometric biodegradation tests based on OECD 301 and related test methods*, Water Research 37, 2003, 1571-1582.

### *Besluit*

Verskillende type monsters werden geëvalueerd naar hun inzetbaarheid als controlemonster voor de respiratietest. Rekening houdend met de specificaties om een controlemonster als geschikt te weerhouden i.e. vergelijkbare uitvoering mogelijk als compostmonster, beperkte lagfase (0 – 2 dagen) en drukverschil tussen – 100 en -300 hPa, kan geen enkel van de geteste monsters weerhouden worden als controlemonster.

Tot op heden geeft de glucosestandaard van 40 mg de beste resultaten qua rendement en meetspreiding, echter het gemeten drukverschil ( $\pm$  -25 hPa) is niet gelegen in het relevante werkgebied.

## 7 BESLUIT

De procedure voor het uitvoeren van de respiratieproef voor compost werd uitgeschreven in een ontwerp CMA methode CMA/2/IV/25 (versie september 2007) en is toegevoegd in Bijlage C.

In 2007 werden 2 proefronden georganiseerd voor de implementatie van de uitgewerkte procedure in de erkende laboratoria. De praktische uitvoeringswijze van de respiratieproef werd door de verschillende laboratoria grotendeels zonder problemen geïmplementeerd. De voornaamste knelpunten situeerden zich rond de berekeningswijze en de keuze van een geschikte controle standaard (QC).

*Berekeningswijze.* Het vastleggen van de begindruk voor de berekening van het zuurstofverbruik blijft een aandachtspunt bij de respiratieproef. Na proefronde 1 werd reeds een richtlijn hieromtrent opgenomen in het CMA en na proefronde 2 wordt voorgesteld om deze verder te optimaliseren. Rekening houdend met deze richtlijnen voor de berekening van het tijdstip  $t_{\text{begin}}$ , daalde bij proefronde 1 (na herberekening) de relatieve standaard afwijking op het berekende zuurstofverbruik tussen de laboratoria voor jonge compost van 35 naar 10 % en voor GFT compost van 24 naar 8 %.

*Bepaling organische stof.* Het zuurstofverbruik wordt berekend t.o.v. het organisch stofgehalte. De vraag werd gesteld of deze bepaling dient uitgevoerd te worden op de totale compostfractie (conform CMA 2/IV/3) of op het analysemonster van < 10 mm (analyseportie respiratieproef). Mits afhankelijk van het monstertype verschillen mogelijk zijn in het organische stof gehalte en het zuurstofverbruik wordt uitgedrukt ten op zichte van het organisch stofgehalte, wordt geadviseerd om de bepaling van de organische stof uit te voeren op de fractie < 10 mm.

*Analyse van digestaten.* Voor het analyseren van digestaatmonsters dient de procedure verder geoptimaliseerd te worden. Verhoging van de monsterhoeveelheid is gewenst om een groter drukverschil te bekomen. Met de huidige procedure is dit niet mogelijk omdat de pH van de oplossing te hoog oploopt. Bijsturing van bv. de buffer met een hoger bufferend vermogen is gewenst.

*Relatie rijpheidsgraad – respiratieproef.* Voor beide compostmonsters (jonge groencompost en GFT compost) van proefronde 2 kan gesteld worden dat een vergelijkbare indeling (VLACO vzw) wordt bekomen bij toepassing van de rijpheidsgraad en de respiratieproef. Rekeninghoudend met de meetspreiding situeert de rijpheidsgraad bij de jonge groencompost zich in klasse I - II, en de Oxitop<sup>®</sup> meting geeft ‘relatief jong, vrij sterk actief’ en ‘jong, heel actief, onstabiel’ aan. Bij de GFT compost situeert de rijpheidsgraad zich in klasse IV - V, en de Oxitop<sup>®</sup> meting geeft ‘Stabiel, beperkt actief’ en ‘Matig stabiel, actief’ aan.

*Controlemonster.* Verschillende type monsters werden geëvalueerd naar hun inzetbaarheid als controlemonster voor de respiratietest. Rekening houdend met de specificaties om een controlemonster als geschikt te weerhouden i.e. vergelijkbare uitvoering mogelijk als compostmonster, beperkte lagfase (0 – 2 dagen) en drukverschil tussen -100 en -300 hPa, kan geen enkel van de geteste monsters weerhouden worden als controlemonster.

Tot op heden geeft de glucosestandaard van 40 mg de beste resultaten qua rendement en meetspreiding, echter het gemeten drukverschil ( $\pm$  -25 hPa) is niet gelegen in het relevante werkgebied.



# BIJLAGEN



**PROTOCOL: BEPALING COMPOSTSTABILITEIT MET OXITOP® OC 110**

Gebaseerd op “OxiTop® measuring system for standardised determination of the respiration rate and N-mineralisation rate of organic matter in waste material, compost and soil”; Wageningen University & NMI, 2003.

**Aanmaak van minerale oplossingen (gebaseerd op ISO 14851:1999)**

Oplossing 1 bestaat uit:

- 8,5 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$
- 21,75 g  $\text{K}_2\text{HPO}_4$
- 33,4 g  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- 2,0 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$

in 1 liter gedemineraliseerd water.

Oplossing 2 bestaat uit:

- 22,50 g  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  in 1 liter gedemineraliseerd water.

Oplossing 3 bestaat uit:

- 36,40 g  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  in 1 liter gedemineraliseerd water.

Oplossing 4 bestaat uit:

- 0,25 g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  in 1 liter gedemineraliseerd water.

**Aanmaak van mineraal medium (1 liter) (ISO 14851:1999)**

1. Vul een kolf van 1000 ml voor de helft met gedemineraliseerd water. Voeg achtereenvolgens 10 ml van oplossing 1 en 1 ml elk van oplossing 2 tot en met 4 samen in een grote kolf. Vul deze verder aan met gedemineraliseerd water tot 1000 ml.
2. Bepaal de pH van het mineraal medium (aanlengen met HCl tot  $\text{pH} = 6,5 \pm 0,2$ ).

**Aanmaak suspensie (vullen van de reactors, 1 liter)**

1. Vul de reactor met 15-20 g verse compost (representatief staal, < 20 mm) na goed mengen (bij het vermoeden van een onstabiel staal de hoeveelheid verlagen tot 10-15 g).
2. Voeg 200 ml mineraal medium toe.
3. Voeg 1,25 ml nitrificatieremmer (NTA) toe.
4. Vul het sluitstuk met 2,5 g “Natronkalk plaatjes met indicator” en sluit het af met een zwart rubberen buisje (na de test moet er nog een voldoende hoeveelheid van de plaatjes wit, dus niet verkleurd, zijn). Plaats dit nog niet op de reactor maar draai reeds de OxiTop®-meetkop vast op het sluitstuk.
5. Flush de headspace met zuivere zuurstof. Het darmpje wordt hierbij tot net boven het vloeistofoppervlak gebracht (niet in de vloeistof!). De headspace moet minimum 30 keer vernieuwd worden. Het flushen wordt onmiddellijk gevolgd door het plaatsen van de OxiTop®-meetkop + sluitstuk op de reactor (zo kan er geen zuurstof meer ontsnappen).

### **Opstarten (detailbeschrijving)**

1. Plaats het geheel op het schudtoestel en laat eerst eventjes (15 minuten) schudden om de lag-fase te verminderen. Stop het schudtoestel en draai iedere kop van de reactoren eventjes open en weer dicht. Op die manier wordt er een nieuwe evenwichtstoestand (wanneer bv de voorbereiding van de reactoren gebeurd is in een lokaal met een andere temperatuur dan het lokaal waar de rest gedurende 5 dagen zal lopen) bereikt.
2. Iedere reactor wordt apart opgestart met het toestel OxiTop<sup>®</sup>-OC2:
  - knop GLP: bij 'settings' *operation mode* via enter op pressure zetten + kijken bij *measuring time* of tijdsduur 5 dagen ingesteld is
  - knop met tekening toestel en kop erop: *start sample* (toestel dicht bij kop houden) + 'enter' drukken
3. Schudtoestel aanzetten (120 tpm)
4. Dagelijks aflezen kan via:
  - knop met tekening toestel en kop erop: *call up all data* (toestel dicht bij koppen houden) + 'enter' drukken
5. Indien de limietwaarde van -500 hPa benaderd wordt voor een bepaalde reactor is het nodig deze te openen (kop gewoon losdraaien maar niet verwijderen daarna terug goed sluiten) om de maximaal bereikte onderdruk weg te werken en terug op omgevingsdruk te brengen. Het openen van de fles dient dan wel in rekening gebracht te worden voor de bepaling van de totale drukvermindering.

### **Noodzakelijke apparatuur & chemicaliën**

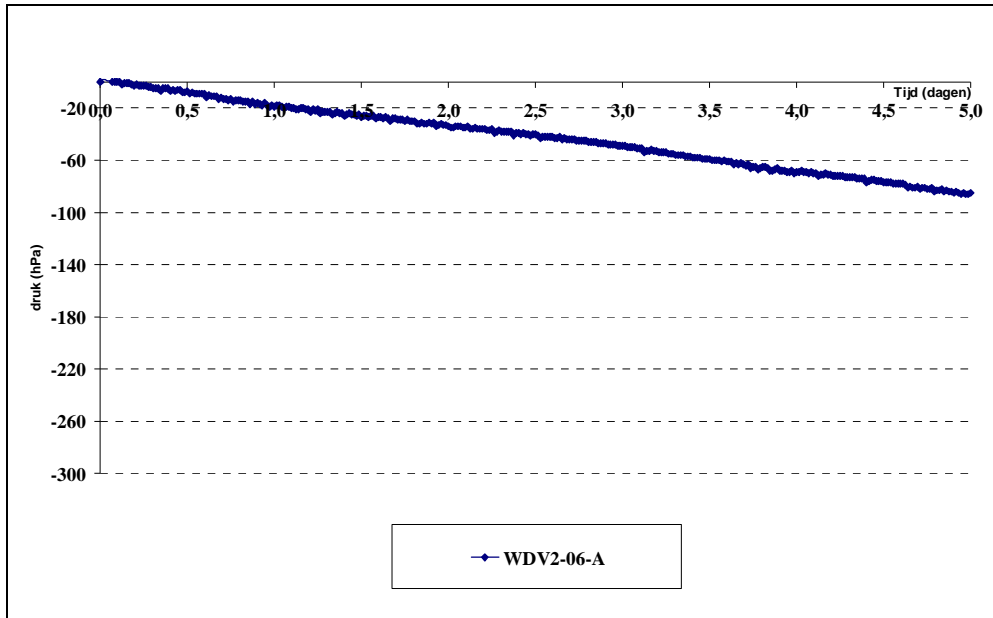
- Geclimatiseerde ruimte (met temperatuur van  $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ )
- Schudtoestel en spanrollen (schudtoestel GFL 3015, orbital motion, 20-300 / min)
- Fles 1000 ml waarop adaptor + meetkop past (OxiTop<sup>®</sup> fles (PF 45/1000), 1000ml, Duran)
- Adapter (adapter OxiTop<sup>®</sup> AD/SK)
- OxiTop<sup>®</sup>- meetkop (OxiTop<sup>®</sup>-C)
- OxiTop<sup>®</sup> controller OC 110
- Nitrificatie-inhibitor NTH 600 (N-Allylthio urea)
- Gedemineraliseerd water
- Zuivere zuurstof (industriële zuurstof met een zuiverheid van meer dan 99 volume-% is voldoende)
- Chemicaliën voor aanmaak mineraal medium:
  - $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ,  $\text{K}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$
  - $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
  - $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
  - $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
  - waterige HCl-oplossing (25%; 7,7 mol/l)

### **Berekening + interpretatie van de resultaten**

De gegevens betreffende de (cumulatieve) drukdaling tov de tijd kunnen afgelezen worden van het OxiTop<sup>®</sup>-toestel op de computer.

Er wordt steeds ook een blanco reactor (met mineraal medium, maar exclusief compost) meegenomen. Deze blanco-waarden worden dan afgetrokken van de drukdaling bij de reactoren mét compost. Dit gebeurt om eventuele temperatuurseffecten te elimineren.

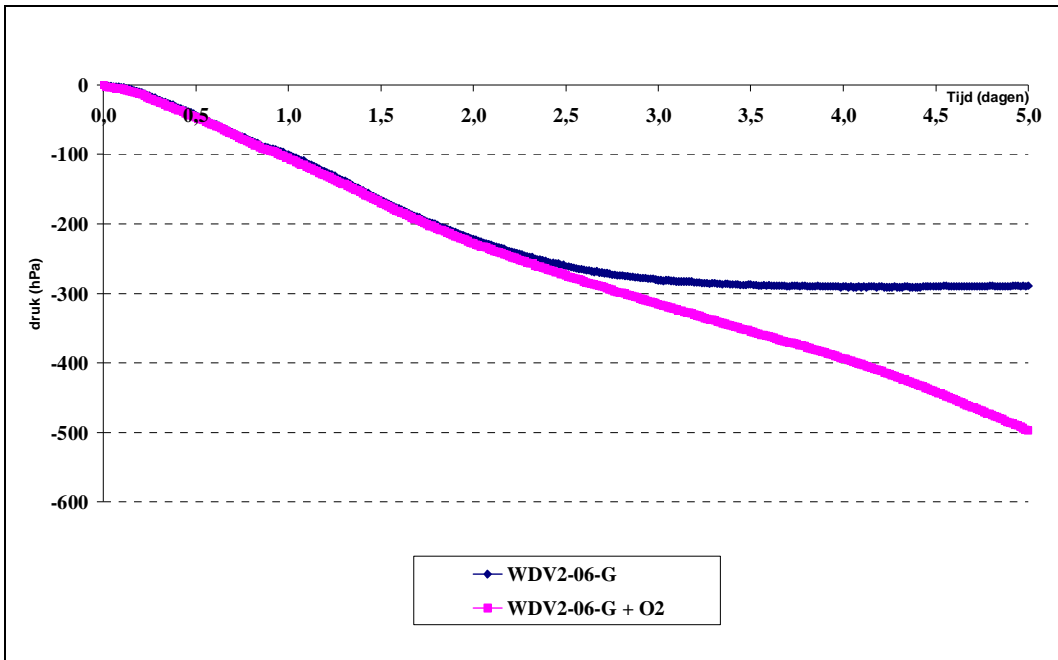
Voor de berekening van de zuurstofconsumptie wordt de cumulatieve drukkaling (in mbar of hPa) bekeken tussen dag 0,5 (lag-fase) en dag 4,5 welke in principe een mooi lineair verloop kent (zie Figuur 1). Dit resultaat wordt dan omgerekend naar een zuurstof consumptie (in mg) per reactor en vervolgens met behulp van de exact toegevoegde hoeveelheid compost (op vers gewicht, DS en VS) naar  $\text{mg O}_2 / \text{g vers} / 4 \text{ dagen}$ ;  $\text{mg O}_2 / \text{g DS} / 4 \text{ dagen}$  en  $\text{mg O}_2 / \text{g VS} / 4 \text{ dagen}$ . De eigenlijke (huidige) uitdrukkingseenheid is  $\text{mmol O}_2 / \text{kg VS} / \text{h}$ .



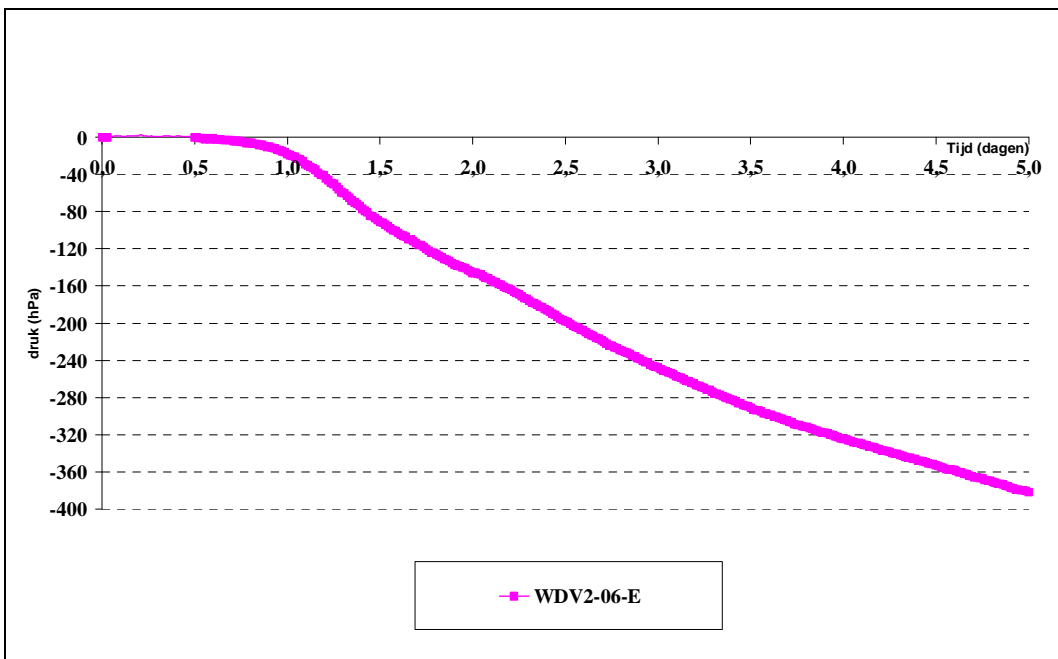
Figuur 1. “ideale” grafiek met lineair verloop

Wanneer een reactor niet geflusht wordt met zuurstof, kan er bij erg actieve stalen een zuurstoftekort in de headspace optreden. Dit is te zien in Figuur 2 (blauwe lijn). Een andere reactor met hetzelfde compoststaal werd wel geflusht met zuurstof hetgeen resulteert in een mooie lineaire drukkaling (roze lijn) zonder zuurstoflimitatie.

Soms duurt de lag-fase langer dan de vooropgestelde dag 0,5 (zie Figuur 3). Indien dit het geval is wordt de drukkaling bepaald vanaf bv dag 1 tot dag 5 (= 4 dagen) of dag 1 tot dag 4 (= 3 dagen). Bij deze laatste optie is er dan wel een omrekening vereist indien de resultaten worden uitgedrukt / 4 dagen.



Figuur 2. Vergelijking tussen reactor geflusht met zuurstof (roze lijn) en een reactor die niet geflusht is (blauwe lijn)



Figuur 3. Grafiek met lag-fase > 0,5 dag

Stalen met een hoge zuurstofconsumptie kunnen als minder rijp (nog actief) beschouwd worden. Hoe steiler de grafiek, hoe actiever het geteste compoststaal.

Het is pas zinvol om grafieken onderling te vergelijken indien éénzelfde hoeveelheid compost in de reactors gebruikt is.

Bijlage B: CMA/2/IV/25 ontwerpversie juni 2007

## BEPALING VAN DE COMPOSTSTABILITEIT MET EEN GESLOTEN RESPIROMETER

### 1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

Deze methode beschrijft een procedure voor de bepaling van de stabiliteit van compostmonsters door het zuurstofverbruik onder welbeschreven condities te meten in een gesloten respirometer.

### 2 PRINCIPE

Bij de gesloten respirometrische test wordt 15 à 20 g compost gemengd met 200 ml gebufferd mineraal medium. Dit mengsel wordt gedurende 5 dagen permanent geschud in een recipiënt dat afgesloten is met een druksensor. Door verbruik van zuurstof en doordat het gevormde CO<sub>2</sub> uit de lucht wordt weggenomen door NaOH-korrels in een bekertje, resulteert de microbiële activiteit in een drukdaling. De hoogte van deze drukdaling staat uiteraard in verhouding tot de hoogte van de microbiële activiteit.

### 3 MONSTERBEWARING

De test dient zo snel mogelijk na ontvangst van het monster te worden uitgevoerd. Indien dit om praktische redenen evenwel niet kan gerealiseerd worden, dient de compost in de koelkamer bewaard te worden (zie CMA/5/B.1).

### 4 APPARATUUR EN MATERIAAL

#### 4.1 Apparatuur

- 4.1.1 Geklimatiseerde ruimte met temperatuur van 20°C ± 2°C
- 4.1.2 Schudtoestel (120 tpm)
- 4.1.3 Gesloten respirometer met drukmeetekop, adapter en controller (zie Figuur 1)
- 4.1.4 Glazen fles van 1000 ml waarop adapter en drukmeetekop passen
- 4.1.5 pH meter
- 4.1.6 Analytische balans



*Figuur 1: Foto van een gesloten respirometer met drukmeetekop en adapter*

## 4.2 Materiaal

- 4.2.1 Maatkolven
- 4.2.2 Pipetten
- 4.2.3 Trechter
- 4.2.4 Zeef met een maaswijdte van 10 mm

## 5 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

### 5.1 Reagentia

All gebruikte reagentia hebben een *pro analyse* zuiverheidsgraad.

- 5.1.1 Gedestilleerd of gedemineraliseerd water, vrij van toxische substanties
- 5.1.2 Watervrij kaliumdiwaterstoffosfaat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )
- 5.1.3 Watervrij dikaliumdiwaterstoffosfaat ( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ )
- 5.1.4 Dinatriumwaterstoffosfaat dihydraat ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )
- 5.1.5 Ammoniumchloride ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )
- 5.1.6 Magnesiumsulfaat heptahydraat ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )
- 5.1.7 Calciumchloride dihydraat ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )
- 5.1.8 Ijzer(III)chloride hexahydraat ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )
- 5.1.9 Nitrificatie-inhibitor NTH 600 (N-Allylthioureum)
- 5.1.10 Waterstofchloride (HCl), geconcentreerd
- 5.1.11 Zuivere zuurstof (industriële zuurstof met zuiverheid meer dan 99%)
- 5.1.12 Koolstof dioxide absorbens, bij voorkeur natronkalk korrels met indicator

### 5.2 Oplossingen

- 5.2.1 Minerale oplossing A: Los 8.5 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , 21.75 g  $\text{K}_2\text{HPO}_4$ , 33.4 g  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  en 2.0 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  op in 1 liter gedemineraliseerd water.
- 5.2.2 Minerale oplossing B: Los 22.50 g  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  op in 1 liter gedemineraliseerd water.
- 5.2.3 Minerale oplossing C: Los 36.40 g  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  op in 1 liter gedemineraliseerd water.
- 5.2.4 Minerale oplossing D: Los 0.25 g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  op in 1 liter gedemineraliseerd water.
- 5.2.5 Mineraal medium: Vul een maatkolf van 1000 ml voor de helft met gedemineraliseerd water. Voeg achtereenvolgens 10 ml van minerale oplossing A toe, en 1 ml van oplossing B, C en D. De pH, indien nodig, bijstellen met HCl tot  $\text{pH } 6.5 \pm 0.2$ . Leng aan met gedemineraliseerd water tot de maatstreep.
- 5.2.6 Verdunde HCl oplossing e.g. 1:10
- 5.2.7 Allylthioureumoplossing 5 g/l: Los 0.5 g ATU op in 100 ml gedemineraliseerd water.

## 6 ANALYSEPROCEDURE

### 6.1 Monstervoorbereiding

De verse compost (minimaal 1 l) dient gezeefd te worden over een zeef met een maaswijdte van 10 mm. De fractie <10 mm wordt gebruikt voor het uitvoeren van de respiratietest.

### 6.2 Volumebepaling reactor

- Bepaal bij ingebruikname van de reactiefles gravimetrisch het werkelijk volume van de reactiefles.
- Vul de fles volledig met water en monteer het sluitstuk alsook de drukmeetkop. Weeg de hoeveelheid water in de reactiefles.



- Het gemiddelde volume van de verschillende flessen ( $V_{\text{reactor}}$ ) wordt gebruikt voor de verdere berekeningen.

### 6.3 Analyseprocedure

- Vul de reactor m.b.v. een trechter met 15 à 20 g gezeefde verse compost (overeenkomend met een droog equivalent van ongeveer 10 gram) en weeg het exacte gewicht tot op 0.1 g ( $m_{\text{compost}}$ ).

Opmerking: Bij vermoeden van een onstabiel compoststaal de hoeveelheid verlagen tot 10 à 15 gram.

- Voeg 200 ml mineraal medium toe ( $V_{\text{mineraal medium}}$ ).
- Voeg 1.25 ml allylthiouremoplossing toe.
- Vul het sluitstuk met 2.5 g Natronkalk en sluit het af met een zwart rubberen buisje. Draai de drukmeetkop vast op het sluitstuk.

Opmerking: Op het einde van de proef dienen nog voldoende witte (niet verkleurde) Natronkalk korrels aanwezig te zijn.

- Purgeer de headspace van de reactor met zuivere zuurstof. Het darmpje wordt hierbij tot net boven het vloeistofoppervlak gebracht (niet in de vloeistof). De headspace moet gedurende  $\pm 15$  sec gepurgeerd worden. Na het purgeren onmiddellijk de drukmeetkop met het sluitstuk op de reactiefles monteren en vastdraaien.
- Plaats het geheel op de schudtafel en schud (120 tpm) gedurende  $\pm 15$  minuten om de lag fase te verminderen. Stop het toestel en draai de kop van de reactor even open en weer dicht (instellen evenwichtstoestand).
- Start de reactor op met de controller van de respirometer. Voor de juiste werking van de gesloten respirometer wordt verwezen naar de handleiding van de fabrikant. Een tijdsduur van 5 dagen wordt ingesteld. Tijdens deze periode worden 360 metingen geregistreerd gelijk verdeeld over deze 5 dagen.
- Schudden (120 tpm) gedurende 5 dagen.
- De mogelijkheid bestaat om een dagelijkse aflezing van de drukdaling uit te voeren.

Opmerking: Indien de limietwaarde van -500 hPa benaderd wordt voor een reactor, is het noodzakelijk om de drukmeetknop even los te draaien en opnieuw te sluiten. Hierdoor zal de maximaal bereikte onderdruk weggewerkt worden en zal de reactor terug op omgevingsdruk gebracht worden. Het openen van de reactor dient wel in rekening gebracht te worden voor de bepaling van de totale drukvermindering.

Opmerking: Bij een optimaal verloop van de proef dient de pH waarde na 5 dagen gesitueerd te zijn tussen pH 5.8 – 8.2; pH controle is aangewezen.

- Breng op het einde van de proef (na 5 dagen) de gegevens van de (cumulatieve) drukdaling t.o.v. de tijd van de respirometer over naar de computer, volgens de richtlijnen van de fabrikant.
- Voer bij elke reeks een blanco meting uit. De blanco meting doorloopt hetzelfde proces als een monster, met dit verschil dat er geen compostmonster wordt toegevoegd in de reactor.

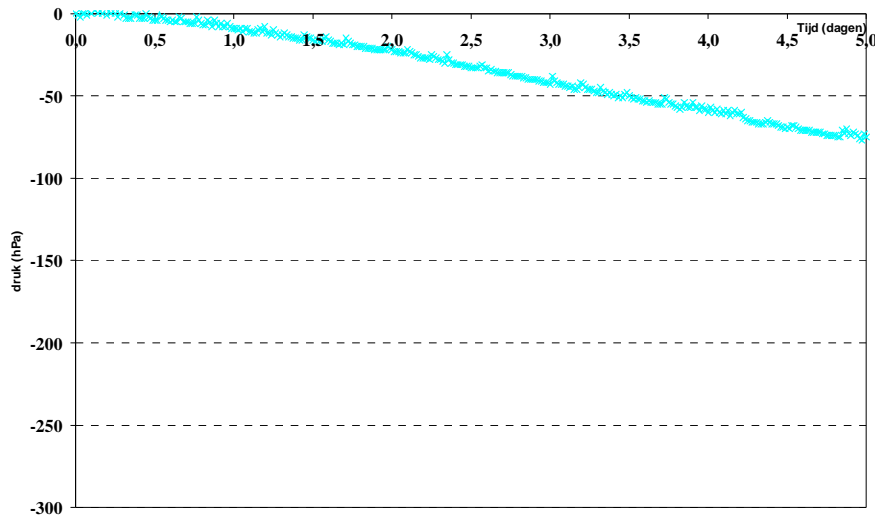
## 7 BEREKENINGEN

### 7.1 Blanco correctie

- Breng de bekomen meetwaarden in vermindering met de overeenkomstige blanco waarden.

## 7.2 Grafische weergave

- Zet een grafisch verloop uit van de cumulatieve drukkaling i.f.v. tijd waarbij een standaard X-as van 0 tot 5 dagen wordt gebruikt en een standaard Y-as van 0 tot -300 hPa. Voor de berekening van de zuurstofconsumptie wordt de cumulatieve drukkaling bekeken tussen dag 0.5 (lag fase) en dag 4.5, welke in principe een lineair verloop kent.



Figuur 2: Voorbeeld van de cumulatieve drukkaling i.f.v. de tijd

Opmerking: Bij actieve stalen kan men de Y-as vergroten.

## 7.3 Berekeningen

De hoeveelheid zuurstofverbruik ( $n_{O_2}$ ) in mmol/kg OS/uur bedraagt

$$n_{O_2} = \left[ \frac{(p_{0.5} - p_{4.5})}{R (273.15 + T)} \times V \right] / \left[ m_{compost} \times \% OS \right] / [N \times 24] \times 10^4$$

waarbij

$p_{0.5}$  Druk bij dag 0.5 na blancocorrectie in hPa

$p_{4.5}$  Druk bij dag 4.5 na blancocorrectie in hPa

R 8.31 J/mol K

T Omgevingstemperatuur in °C

V Volume van de headspace in ml  
 $= V_{reactor} - V_{mineraal\ medium} - V_{compost} - V_{natronkalk + inhibitor}$

$V_{reactor}$  effectieve volume van de reactiefles in ml

$V_{mineraal\ medium}$  toegevoegd volume mineraal medium in ml

$V_{compost}$  wordt gelijkgesteld aan het compostgewicht ( $m_{compost}$ ) in ml

$V_{natronkalk + inhibitor} = 2$  ml

$m_{compost}$  Massa verse compost in g

% Vocht Vochtgehalte, bepaald volgens CMA/2/IV/1 in g/100 g verse compost

% OS      Organische stof, bepaald volgens CMA/2/IV/3 in g/ 100 g verse compost

N      Aantal dagen (standaard 4 dagen)

Opmerking:

- Optimaal dient voor de berekening van het zuurstofverbruik de drukdaling tussen 0.5 en 4.5 dagen, indien dit een lineair gebied is, te worden gebruikt. Bij afwijking van het normale verloop van de drukdaling kan een kortere tijdsperiode in rekening gebracht worden, met een minimum van 2 dagen.

## **8    CONTROLE ANALYSEN**

- Als controleoplossing kan een glucose oplossing waaraan een commercieel verkrijgbaar entmateriaal werd toegevoegd, gebruikt worden.
- Controle van de respirometer kan uitgevoerd worden met een pneumatische tester (commercieel beschikbaar).

## **9    REFERENTIES**

- ISO 14851:1999 Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials in an aqueous medium – Method by measuring the oxygen demand in a closed respirometer.
- Dr. A.H.M. Veecken, V. de Wilde en Dr. H.V.M. Hamelers, *OxiTop® measuring system for standardised determination of the respiration rate and N-mineralisation rate of organic matter in waste material, compost and soil*, Wageningen University & NMI, 2003.



Bijlage C: CMA/2/IV/25 ontwerpversie september 2007

## BEPALING VAN DE COMPOSTSTABILITEIT MET EEN GESLOTEN RESPIROMETER

### 1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze methode beschrijft een procedure voor de bepaling van de stabiliteit van compost- en digestaat monsters door het zuurstofverbruik onder welbeschreven condities te meten in een gesloten respirometer.

### 2 PRINCIPE

Bij de gesloten respirometrische test wordt 15 à 20 g compost of 10 à 20 g digestaat gemengd met 200 ml gebufferd mineraal medium. Dit mengsel wordt gedurende 5 dagen permanent geschud in een recipiënt dat afgesloten is met een druksensor. Door verbruik van zuurstof en doordat het gevormde CO<sub>2</sub> uit de lucht wordt weggenomen door NaOH-korrels in een bekertje, resulteert de microbiële activiteit in een drukdaling. De hoogte van deze drukdaling staat uiteraard in verhouding tot de hoogte van de microbiële activiteit.

### 3 MONSTERBEWARING

De test dient zo snel mogelijk na ontvangst van het monster te worden uitgevoerd. Indien dit om praktische redenen evenwel niet kan gerealiseerd worden, dient de compost in de koelkamer bewaard te worden (zie CMA/5/B.1).

### 4 APPARATUUR EN MATERIAAL

#### 4.1 Apparatuur

- 4.1.1 Geklimatiseerde ruimte met temperatuur van 20°C ± 2°C
- 4.1.2 Schudtoestel (120 tpm)
- 4.1.3 Gesloten respirometer met drukmeetkop, adapter en controller (zie Figuur 1)
- 4.1.4 Glazen fles van 1000 ml waarop adapter en drukmeetkop passen
- 4.1.5 pH meter
- 4.1.6 Analytische balans



*Figuur 1: Foto van een gesloten respirometer met drukmeetkop en adapter*

## 4.2 Materiaal

- 4.2.1 Maatkolven
- 4.2.2 Pipetten
- 4.2.3 Trechter
- A.1.1 Zeef met een maaswijdte van 10 mm

## 5 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

### 5.1 Reagentia

All gebruikte reagentia hebben een *pro analyse* zuiverheidsgraad.

- 5.1.1 Gedestilleerd of gedemineraleerd water, vrij van toxische substanties
- 5.1.2 Watervrij kaliumdiwaterstoffosfaat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )
- 5.1.3 Watervrij dikaliumdiwaterstoffosfaat ( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ )
- 5.1.4 Dinatriumwaterstoffosfaat dihydraat ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )
- 5.1.5 Ammoniumchloride ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )
- 5.1.6 Magnesiumsulfaat heptahydraat ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )
- 5.1.7 Calciumchloride dihydraat ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )
- 5.1.8 Ijzer(III)chloride hexahydraat ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )
- 5.1.9 Nitrificatie-inhibitor NTH 600 (N-Allylthioureum)
- 5.1.10 Waterstofchloride (HCl), geconcentreerd
- 5.1.11 Zuivere zuurstof (industriële zuurstof met zuiverheid meer dan 99%)
- 5.1.12 Koolstof dioxide absorbens, bij voorkeur natronkalk korrels met indicator

### 5.2 Oplossingen

- 5.2.1 Minerale oplossing A: Los 8.5 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , 21.75 g  $\text{K}_2\text{HPO}_4$ , 33.4 g  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  en 2.0 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  op in 1 liter gedemineraleerd water.
- 5.2.2 Minerale oplossing B: Los 22.50 g  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  op in 1 liter gedemineraleerd water.
- 5.2.3 Minerale oplossing C: Los 36.40 g  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  op in 1 liter gedemineraleerd water.
- 5.2.4 Minerale oplossing D: Los 0.25 g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  op in 1 liter gedemineraleerd water.
- 5.2.5 Mineraal medium: Vul een maatkolf van 1000 ml voor de helft met gedemineraleerd water. Voeg achtereenvolgens 10 ml van minerale oplossing A toe, en 1 ml van oplossing B, C en D. De pH, indien nodig, bijstellen met HCl tot  $\text{pH } 6.5 \pm 0.2$ . Leng aan met gedemineraleerd water tot de maatstreep.
- 5.2.6 Verdunde HCl oplossing e.g. 1:10
- A.1.2 Allylthioureumoplossing 5 g/l: Los 0.5 g ATU op in 100 ml gedemineraleerd water.

## 6 ANALYSEPROCEDURE

### 6.1 Monstervoorbereiding

De verse compost (minimaal 1 l) dient gezeefd te worden over een zeef met een maaswijdte van 10 mm. De fractie <10 mm wordt gebruikt voor het uitvoeren van de respiratietest.

### 6.2 Volumebepaling reactor

- Bepaal bij ingebruikname van de reactiefles gravimetrisch het werkelijk volume van de reactiefles.

- Vul de fles volledig met water en monteer het sluitstuk alsook de drukmeetkop. Weeg de hoeveelheid water in de reactiefles.
- Het gemiddelde volume van de verschillende flessen ( $V_{\text{reactor}}$ ) wordt gebruikt voor de verdere berekeningen.

### 6.3 Analyseprocedure

- Vul de reactor m.b.v. een trechter met 15 à 20 g gezeefde verse compost (overeenkomend met een droog equivalent van ongeveer 10 gram) en weeg het exacte gewicht tot op 0.1 g ( $m_{\text{compost}}$ ).

Opmerking:

- Bij vermoeden van een onstabiel compoststaal de hoeveelheid verlagen tot 10 à 15 gram.
  - Bij digestaatmonsters wordt 10 à 20 g vers monster ingewogen.
- Voeg 200 ml mineraal medium toe ( $V_{\text{mineraal medium}}$ ).
  - Voeg 1.25 ml allylthiouremoplossing toe.
  - Vul het sluitstuk met 2.5 g Natronkalk en sluit het af met een zwart rubberen buisje. Draai de drukmeetkop vast op het sluitstuk.

Opmerking: Op het einde van de proef dienen nog voldoende witte (niet verkleurde) Natronkalk korrels aanwezig te zijn.

- Purgeer de headspace van de reactor met zuivere zuurstof. Het darmpje wordt hierbij tot net boven het vloeistofoppervlak gebracht (niet in de vloeistof). De headspace moet gedurende  $\pm 15$  sec gepurgeerd worden. Na het purgeren onmiddellijk de drukmeetkop met het sluitstuk op de reactiefles monteren en vastdraaien.
- Plaats het geheel op de schudtafel en schud (120 tpm) gedurende  $\pm 15$  minuten om de lag fase te verminderen. Stop het toestel en draai de kop van de reactor even open en weer dicht (instellen evenwichtstoestand).
- Start de reactor op met de controller van de respirometer. Voor de juiste werking van de gesloten respirometer wordt verwezen naar de handleiding van de fabrikant. Een tijdsduur van 5 dagen wordt ingesteld. Tijdens deze periode worden 360 metingen geregistreerd gelijk verdeeld over deze 5 dagen.
- Schudden (120 tpm) gedurende 5 dagen.
- De mogelijkheid bestaat om een dagelijkse aflezing van de drukdaling uit te voeren.

Opmerking: Indien de limietwaarde van -500 hPa benaderd wordt voor een reactor, is het noodzakelijk om de drukmeetknop even los te draaien en opnieuw te sluiten. Hierdoor zal de maximaal bereikte onderdruk weggewerkt worden en zal de reactor terug op omgevingsdruk gebracht worden. Het openen van de reactor dient wel in rekening gebracht te worden voor de bepaling van de totale drukvermindering.

Opmerking: Bij een optimaal verloop van de proef dient de pH waarde na 5 dagen gesitueerd te zijn tussen pH 5.8 – 8.2; pH controle is aangewezen.

- Breng op het einde van de proef (na 5 dagen) de gegevens van de (cumulatieve) drukdaling t.o.v. de tijd van de respirometer over naar de computer, volgens de richtlijnen van de fabrikant.
- Voer bij elke reeks een blanco meting uit. De blanco meting doorloopt hetzelfde proces als een monster, met dit verschil dat er geen compostmonster wordt toegevoegd in de reactor.

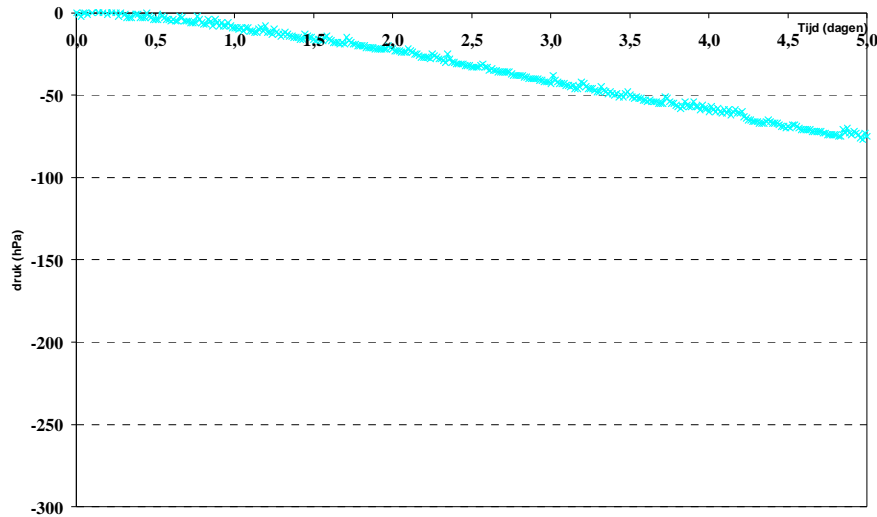
## 7 BEREKENINGEN

### 7.1 Blanco correctie

- Breng de bekomen meetwaarden in vermindering met de overeenkomstige blanco waarden.

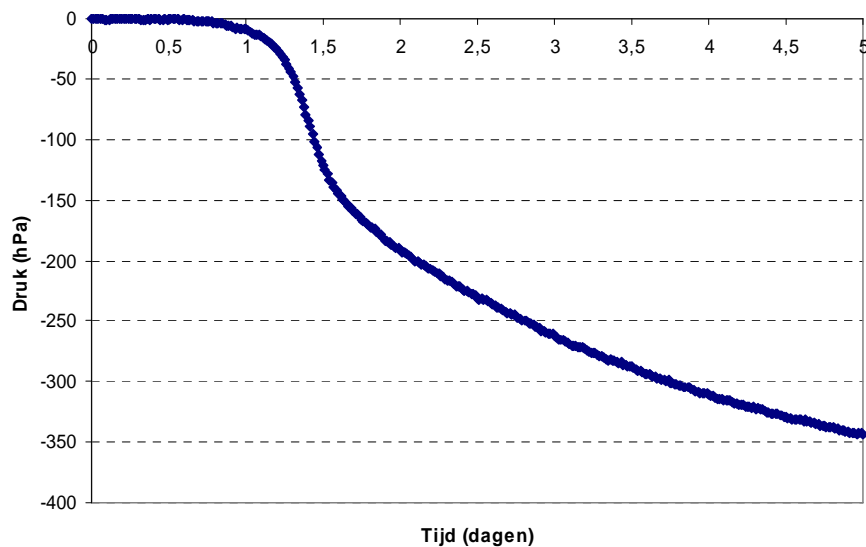
## 7.2 Grafische weergave

- Zet een grafisch verloop uit van de cumulatieve drukdaling i.f.v. tijd waarbij een standaard X-as van 0 tot 5 dagen wordt gebruikt en een standaard Y-as van 0 tot -300 hPa.



Figuur 2: Voorbeeld van de cumulatieve drukdaling i.f.v. de tijd

Opmerking: Bij actieve stalen kan men de Y-as vergroten.



Figuur 3: Voorbeeld van de cumulatieve drukdaling i.f.v. de tijd

## 7.3 Berekening zuurstofverbruik

De hoeveelheid zuurstofverbruik ( $n_{O_2}$ ) in mmol/kg OS/uur bedraagt



$$n_{O_2} = \frac{\left[ \frac{(p_{begin} - p_{eind})}{R (273.15 + T)} \times V \right]}{(m_{compost} \times \% OS) (N \times 24)} \times 10^4$$

waarbij

$p_{begin}$  Druk na blancocorrectie op het tijdstip  $t_{begin}$  i.e. tijdstip in dagen waarbij de reactie start (na lagfase), in hPa  
 $p_{eind}$  Druk na blancocorrectie op het tijdstip ( $t_{begin} + 3.5$  dagen), in hPa

R 8.31 J/mol K

T Omgevingstemperatuur in °C

V Volume van de headspace in ml  
 $= V_{reactor} - V_{mineraal\ medium} - V_{compost} - V_{natronkalk + inhibitor}$

$V_{reactor}$  effectieve volume van de reactiefles in ml  
 $V_{mineraal\ medium}$  toegevoegd volume mineraal medium in ml  
 $V_{compost}$  wordt gelijkgesteld aan het compostgewicht ( $m_{compost}$ ) in ml  
 $V_{natronkalk + inhibitor} = 2$  ml

$m_{compost}$  Massa verse compost in g

% Vocht Vochtgehalte, bepaald volgens CMA/2/IV/1 in g/100 g verse compost

% OS Organische stof, bepaald volgens CMA/2/IV/3 in g/ 100 g verse compost

N Aantal dagen (standaard 3.5 dagen)

Het tijdstip  $t_{begin}$  is het moment waarbij de reactie (i.e. zuurstofopname) start en waarbij dus een significante drukdaling optreedt (i.e. daling van de curve). Het vastleggen van het tijdstip  $t_{begin}$  is grotendeels gebaseerd op 'expert judgement', echter volgende richtlijnen kunnen hiervoor gehanteerd worden:

- Het tijdstip  $t_{begin}$  is gelegen tussen 0 en 1.5 dagen.  
Opmerking: Indien de reactie na 1.5 dag niet is opgestart, dient een grotere hoeveelheid monster in bewerking genomen te worden of kan er een fout zijn opgetreden in de meetopstelling.
- Uit de grafische weergave kan afgeleid worden op welk tijdstip de reactie ongeveer start. Bv. In Figuur 2 start de reactie op  $\pm 0.5$  dagen, bij Figuur 3 op  $\pm 0.8$  dagen.
- Uit de meetgegevens (blanco gecorrigeerd) van de lagfase wordt per monstertype de gemiddelde druk berekend en 3\* standaard deviatie van deze resultaten.  
Bv. Bij Figuur 2 is de lagfase ongeveer gelegen tussen tijdstip 0 en 0.3 dagen, bij Figuur 3 is deze gelegen tussen 0 en 0.5 dagen. De bekomen drukresultaten tussen 0 en 0.3 dagen, resp. 0 en 0.5 dagen, zullen gebruikt worden voor de berekening van de gemiddelde druk en 3\*de standaard deviatie.  
De bekomen gemiddelde drukwaarde verminderd met 3\*standaard deviatie wordt weerhouden als  $p_{begin}$  met bijhorende  $t_{begin}$ .  
Toetsing van de bekomen resultaten met de grafische weergave is aanbevolen.
- Als streefwaarde voor de 3\*standaard deviatie wordt een waarde kleiner dan 10 hPa vooropgesteld.

## 8 CONTROLE ANALYSEN

- Controle van de respirometer kan uitgevoerd worden met een pneumatische tester (commercieel beschikbaar).

## **9 REFERENTIES**

- ISO 14851:1999 Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials in an aqueous medium – Method by measuring the oxygen demand in a closed respirometer.
- Dr. A.H.M. Veecken, V. de Wilde en Dr. H.V.M. Hamelers, OxiTop® measuring system for standardised determination of the respiration rate and N-mineralisation rate of organic matter in waste material, compost and soil, Wageningen University & NMI, 2003.