

Voor Studenten

Struviet uit urine

Module 1: theoretische achtergrond

Urine project bij Wetsus

Eén van de onderzoeksprojecten bij Wetsus is het terugwinnen van voedingsstoffen en energie uit urine. In de urine die wij achteloos door het toilet wegspoelen, zitten veel bruikbare en kostbare voedingsstoffen zoals fosfaat- en stikstofverbindingen. Bovendien kost het verwijderen van deze stoffen in de rioolwaterzuiveringsinstallatie veel energie: 70% van het totale energieverbruik van deze installatie.

Fosfor

Fosfor is een onvervangbaar en onmisbaar element is voor dierlijk en plantaardig leven. Fosfor is een onderdeel van het DNA en het speelt een rol bij de energievoorziening in organismen.

Fosfor wordt gewonnen in mijnen. Vervolgens wordt het erts verwerkt in kunstmest. Een deel van de fosforverbindingen komt na uitstrooien direct, door uitspoelen, in ons milieu terecht. Een ander deel belandt via dierlijke ontlasting en via consumptie en uitscheiding door de mens in het milieu.

Het winnen van fosfor uit mijnen is eindig. De vraag naar fosfor zal toenemen door de sterke groei van de wereldbevolking en de verbouw van energiegewassen voor biobrandstof. De voorraad fosfor zal op deze manier over 100 jaar opraken.

Fosfor is moeilijk terug te winnen doordat het door gebruik verspreid wordt over de wereld. Omdat fosfor een essentieel element is voor leven, moeten we efficiënter bemesten en een methode vinden om het terug te winnen voor hergebruik om leven op aarde mogelijk te houden.

Fosfaat kan in Nederland deels worden teruggewonnen in rioolwaterzuiveringen (afbeelding 1).

Stikstof

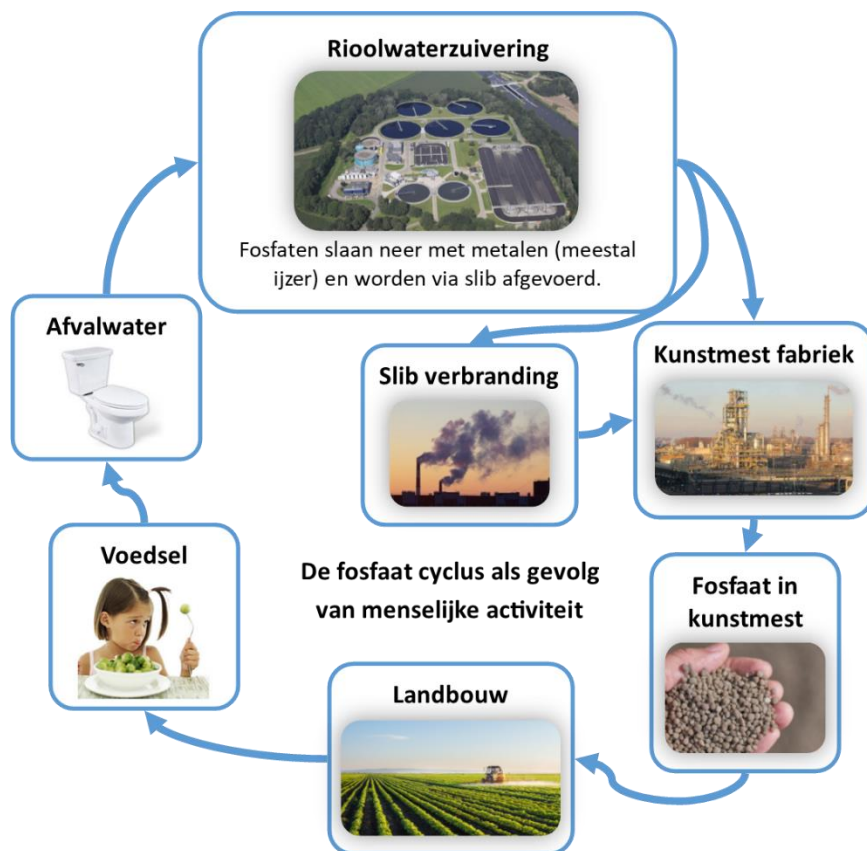
Lucht bestaat voor 80% uit stikstof. Stikstof is een onmisbaar element bij de vorming van eiwitten. Mensen scheiden stikstof uit via urine. Stikstof is in urine aanwezig in de vorm van ureum.

In tegenstelling tot fosfor is er bij stikstof geen sprake van een eindige voorraad. Het probleem bij stikstof is de hoeveelheid energie die nodig is om het weer in een vorm te brengen zodat het opnieuw gebruikt kan worden door organismen.

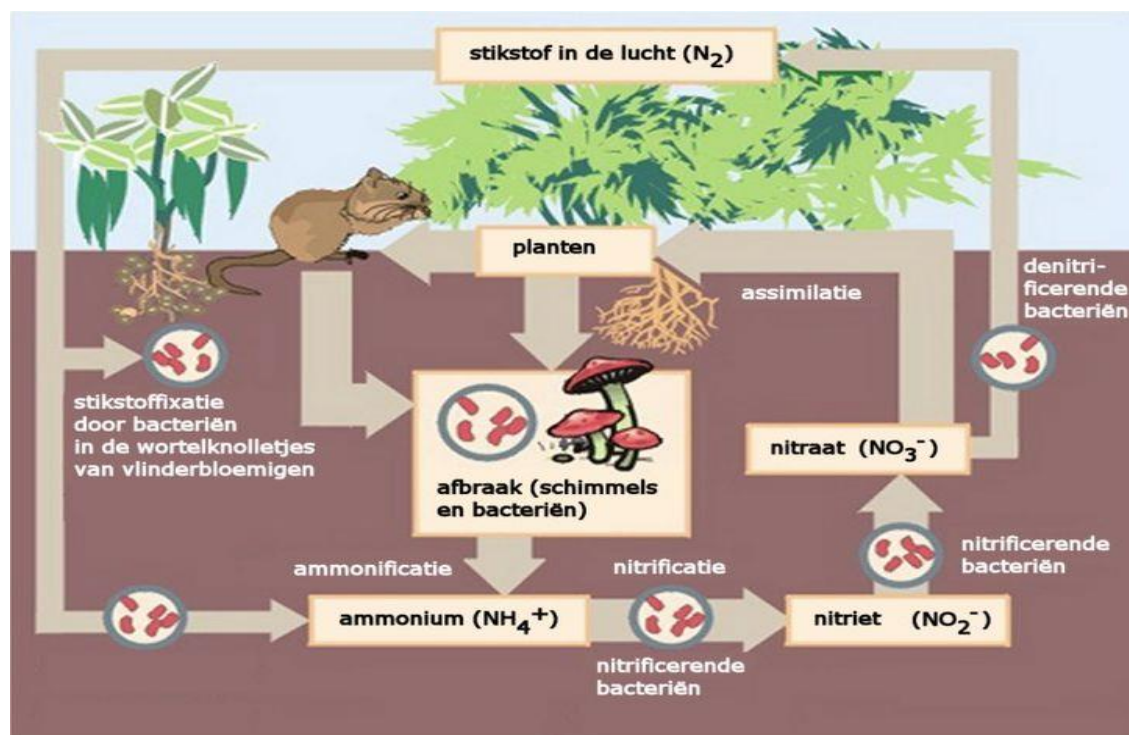
In de natuur wordt stikstof van de ene in de andere vorm omgezet in de zogenaamde stikstofkringloop (afbeelding 2).

Voor Studenten

Struviet uit urine



Figuur 1, de fosfaatcyclus als gevolg van menselijke activiteit.

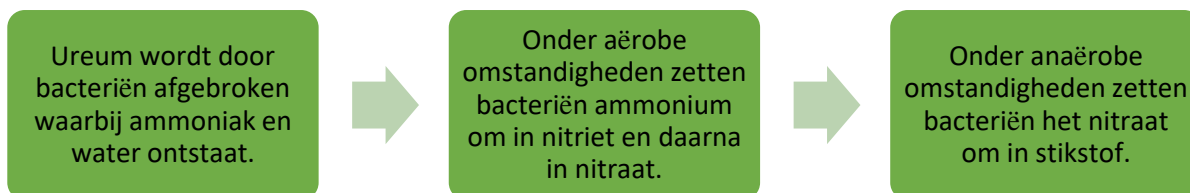


Figuur 2, de natuurlijke stikstofkringloop.

Voor Studenten

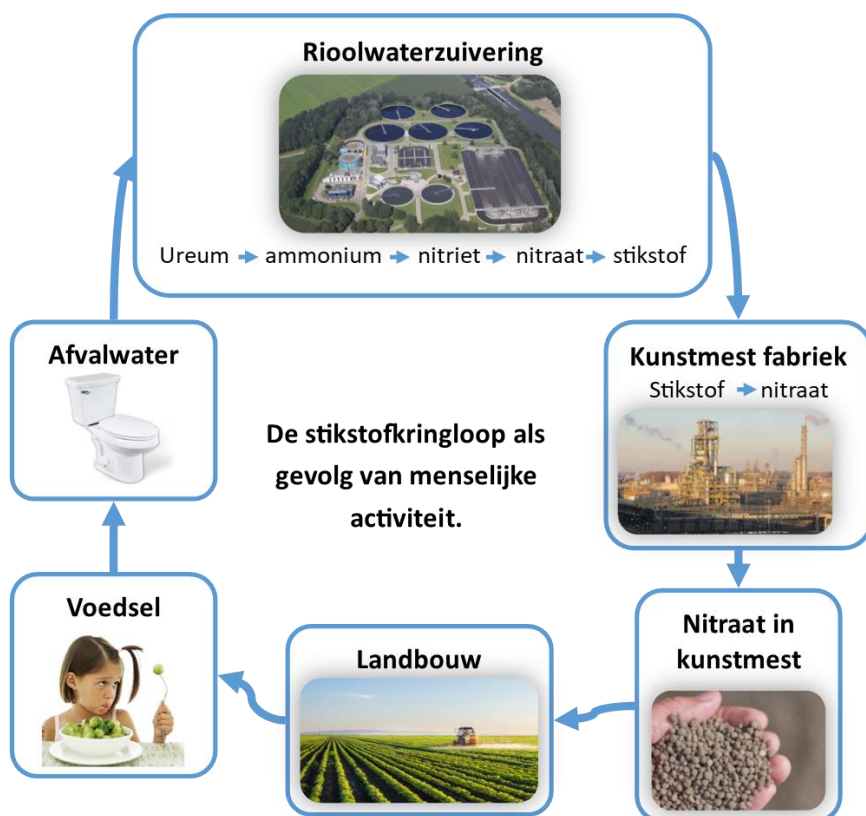
Struviet uit urine

Stikstof in de vorm van ureum in menselijke urine komt in Nederland in de rioolwaterzuivering terecht. In het afvalwaterzuiveringsproces wordt ureum in een aantal stappen omgezet in stikstof (afbeelding 3). De gevormde stikstof wordt geloosd in het milieu waar het weer deel uitmaakt van de stikstofcyclus.



Figuur 3, het stikstofproces in een rioolwaterzuivering.

Stikstof is een essentieel element bij de productie van kunstmest. Stikstof uit de lucht wordt omgezet in nitraat, een bestanddeel van kunstmest. Bij het bestuderen van het schema van de weg die stikstof aflegt bij menselijk leven in Nederland, valt op dat in de rioolwaterzuivering ureum via de nitraatvorm wordt omgezet in stikstof en dat de kunstmestindustrie de stikstof weer omzet in de nitraatvorm (afbeelding 4).



Figuur 4, de stikstofkringloop als gevolg van menselijke activiteit.

Struviet

Struviet ($(\text{NH}_4) \text{Mg PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) is een mineraal samengesteld uit ammonium, fosfaat en magnesium en uitstekend te gebruiken als meststof. Struviet kan op eenvoudige wijze uit urine gesynthetiseerd worden. De voordelen van het rechtstreeks maken van kunstmest uit urine zijn:

- Energie besparen doordat fosfaat en stikstof niet uit urine hoeven te worden verwijderd.

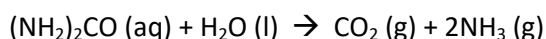
Voor Studenten

Struviet uit urine

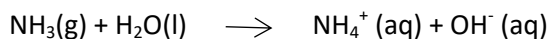
- Fosfor in de kringloop houden.
- Een waardevol en duurzaam product (kunstmest) overhouden.

In deze module maak je struviet uit ochtendurine. Een alternatief voor ochtendurine is synthetische urine (zie module 2 – Struviet synthese).

Aan de urine wordt eerst het enzym urease toegevoegd. Urease zorgt voor de omzetting van ureum in ammoniak.

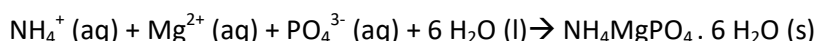


De ammoniak zal reageren met water waarbij ammonium ontstaat:



Een stijging van de pH is het gevolg.

Vervolgens wordt magnesiumchloride toegevoegd en bij deze stap ontstaat struviet:



Van de verkregen struviet kan vervolgens het fosfaatgehalte bepaald worden met behulp van colorimetrie. Daarnaast is het mogelijk te testen of de gemaakte struviet een positieve werking heeft op de groei van planten.

Vragen

1. **Waarom is stikstof en fosfaat terugwinning uit afvalwater belangrijk?**
2. **Welke stap in het rioolwaterzuiveringsproces is niet logisch als je de stikstof en fosforkringloop van afbeelding 1 en 4 bekijkt?**
3. **Kun je een aantal voordelen bedenken wanneer struviet direct uit urine wordt gemaakt?**
4. **Waar zou jij urine in struviet omzetten? Denk groot: hoe kan deze manier van grondstof terugwinning in Nederland en in het buitenland vorm krijgen?**

Voor Studenten

Struviet uit urine

Module 2: Struviet Synthese

Benodigdheden

- beker met deksel om urine op te vangen
- 200 ml ochtendurine of synthetische urine (zie tabel 1.)
- 2 bekeerglazen (250 mL)
- roerstaaf
- lepel
- pH-papier of pH-meter
- sojabonen
- bonenmolen
- parafilm
- magnesiumchloride
- afzuigkolf met trechter
- filterpapier (rond)
- waterstraalpomp
- koelkast

Stof	Formule	Molmassa g/mol	Concentratie g/L
ureum	CH ₄ N ₂ O	60,062	20
natriumwaterstofcarbonaat	NaHCO ₃	84,008	2,1
natriumsulfaat	Na ₂ SO ₄ ·10 H ₂ O	322,16	3,2
ammoniumchloride	NH ₄ Cl	53,49	1,3
natriumchloride	NaCl	58,44	5,2
kaliumdiwaterstoffosfaat	KH ₂ PO ₄	136,086	0,95
dikaliumwaterstoffosfaat	K ₂ HPO ₄	174,78	1,2
calciumchloride	CaCl ₂ · 2 H ₂ O	147,032	0,37
magnesiumsulfaat	MgSO ₄	120,37	0,499

Tabel 1, Recept voor 1 liter synthetische urine

Procedure

Besluit eerst of je met echte ochtendurine wilt werken, of synthetische urine wilt maken.

Werkwijze:

1. Breng 200 mL urine in het bekeerglas.
2. Noteer de kleur en de geur.
3. Bepaal de pH.
4. Vermaal de sojabonen in een koffiemolen.
5. Voeg twee lepels sojameel toe aan de urine en roer goed.
6. Dek het bekeerglas af met parafilm en plaats het in de koelkast.
7. Haal het bekeerglas na 1,5 uur uit de koelkast.
8. Noteer de geur van het mengsel.
9. Bepaal de pH van het mengsel.
10. De pH-waarde moet 9 of hoger zijn. Als dit niet het geval is, moet het mengsel weer enige tijd in de koelkast. Pas als de pH-waarde 9, kan er verder gewerkt worden.

Voor Studenten

Struviet uit urine

11. Bij pH > 9: filtreer het mengsel over een afzuigtrechter met behulp van een waterstraalpomp. Zorg hierbij dat er zo min mogelijk sojabonenmaas in de trechter komt.
12. Breng het filtraat over in een bekeerglas en voeg vervolgens aan het filtraat twee theelepels magnesiumchloride toe en roer goed. Na enige minuten ontstaat een wit neerslag. Deze neerslag is struviet. Het duurt enkele uren voordat alle struviet gevormd is.
13. Filtreer de verkregen suspensie over een afzuigtrechter met filter met behulp van een waterstraalpomp.
14. Laat het filtraat aan de lucht drogen. Verwarm niet om het droogproces te versnellen.

Vragen en berekeningen

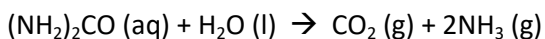
Struviet is een dubbelzout: het bestaat uit twee soorten positieve ionen en één soort negatief ion. Het struviet molecuul bevat daarnaast zes watermoleculen.

1. **Schrijf de formules op van de ionen waaruit struviet bestaat.**
2. **Geef de formule van struviet.**

Omdat urine onder andere bestaat uit fosfaat en ammonium, kan struviet, op eenvoudige wijze, hieruit gemaakt worden. Struviet zou gemaakt kunnen worden door urine op te vangen via decentrale sanitatie (het apart opvangen van urine in elk huishouden) of door struviet te laten neerslaan in de rioolwaterzuiveringsinstallaties.

3. **Als jij betrokken zou zijn bij dit project, welke van de twee genoemde manieren van struvietproductie, via het apart opvangen van urine of door het laten neerslaan van struviet in de rioolwaterzuivering, zou je dan verkiezen en waarom?**

In de lab procedure staat beschreven hoe struviet uit urine gemaakt kan worden. In de eerste stap wordt urease toegevoegd aan de urine. Er vindt hydrolyse plaats van ureum volgens de volgende vergelijking:



4. **Welke rol speelt urease bij deze reactie en hoe noemen we dit soort stoffen?**

De pH van de oplossing neemt toe bij de hydrolysestap.

5. **Schrijf de reactie op die deze pH-waarde stijging veroorzaakt.**

Je kunt uitrekenen hoeveel magnesiumchloride je moet toevoegen aan de urine om al het aanwezige fosfaat neer te laten slaan als struviet. Hiervoor heb je de volgende gegevens en die vermeld staan in de Binas (tabel 85B) nodig:

- voor de dichtheid van urine mag je $1,0 \text{ g.ml}^{-1}$ invullen;

Voor Studenten

Struviet uit urine

- na de hydrolyse is ammonium in overmaat aanwezig.

6. Bereken hoeveel magnesiumchloride toegevoegd moet worden.

Als magnesiumchloride toegevoegd wordt aan de urine, kan het mengsel gaan bruisen.

7. Geef een verklaring voor dit eventuele verschijnsel.

8. Bereken hoeveel mol stikstof 1 gram struviet bevat als het 100% zuiver is.

Voor Studenten

Struviet uit urine

Module 3: Colorimetrische Fosfaat Bepaling

Colorimetrie is een kwantitatieve analyse methode die gebruik maakt van de licht-absorptie van een gekleurde vloeistof om de concentratie te bepalen. Hoe hoger de concentratie van een gekleurde stof in een vloeistof, hoe meer licht er geabsorbeerd wordt. In andere woorden, de hoeveelheid licht-absorptie is een maat voor de hoeveelheid gekleurde stof.

Als struviet wordt opgelost in water, ontstaat er geen gekleurde oplossing. Fosfaat kan echter zichtbaar gemaakt worden door het een complex te laten vormen met de stoffen natriummolybdaat en tinchloride. Er ontstaat dan een blauwe oplossing.

Een colorimeter meet de hoeveelheid licht-absorptie (E). Om absorptie om te rekenen naar een specifieke concentratie gebruik je een ijklijn als referentie. Als je op school geen colorimeter hebt, kun je de spectrofotometer gebruiken die is bijgeleverd in deze toolkit. Je meet hiermee de hoeveelheid licht wat wordt doorgelaten in Lux.

Een ijklijn, ook wel een standaard-curve of referentielijn genoemd, is een veel gebruikte manier om een concentratie te bepalen binnen de analytische chemie. Een onbekend monster met onbekende concentratie wordt vergeleken met een set bekende monsters met een bekende concentratie waardoor je een lijn trekt. Bekijk afbeelding 5 goed en probeer het principe van een ijklijn te begrijpen.

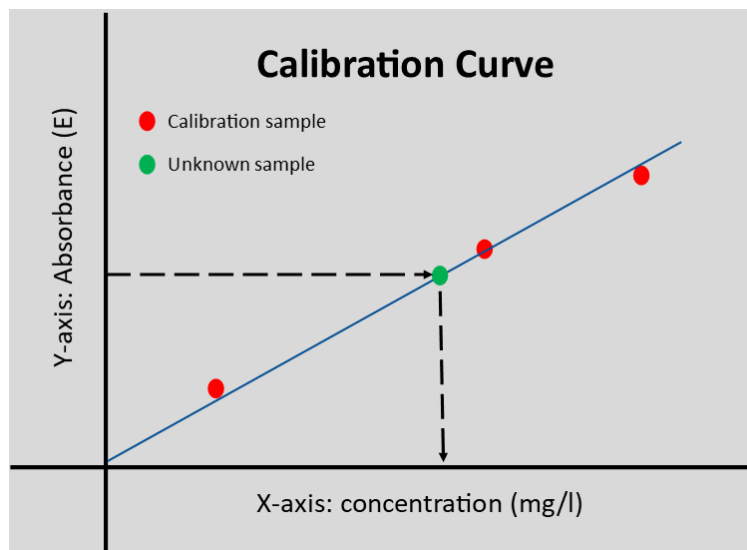


Figure 5, principe van een ijklijn.

Voor Studenten

Struviet uit urine

Benodigheden



Materialenlijst

- Glaswerk (erlenmeyers/maatbekers 20 mL – 500 mL)
- Roereieren
- Roerders
- Weegschaal (0.01 g significant)
- Maatcilinder (10-100 mL)
- Lepels
- Fosfaat test kit
- Spectrofotometer
- Plastic cuvetten



Extra veiligheidsvoorschriften

Draag een labjas en veiligheidsbril. Draag handschoenen wanneer je met de fosfaat test kit werkt.

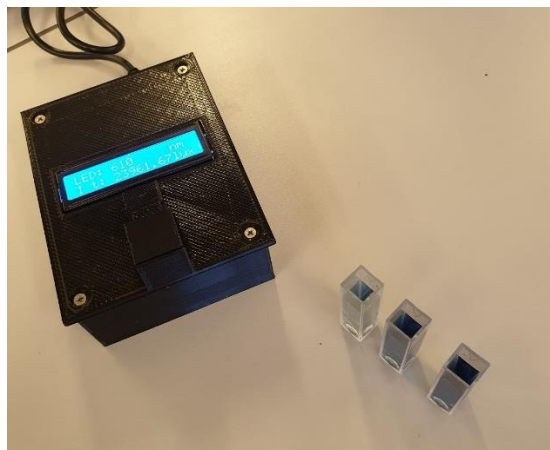
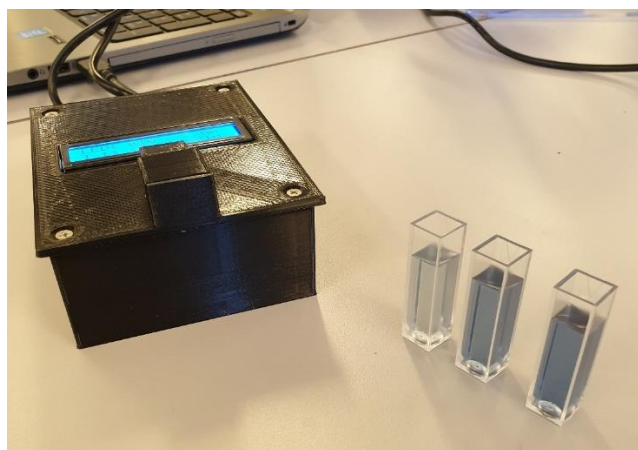
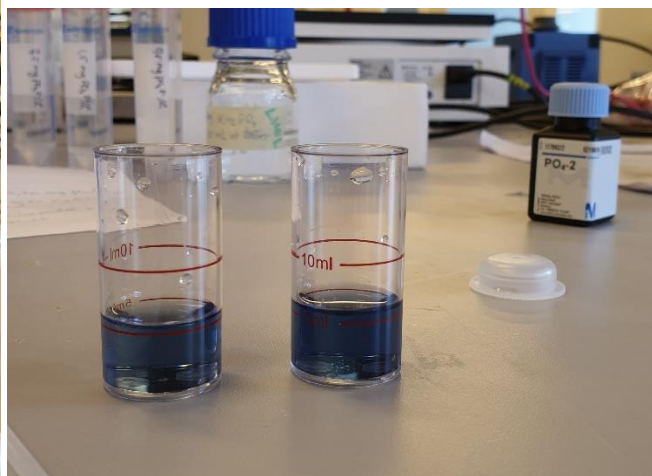
Afval: meet de pH van de oplossingen voordat je ze weggooit. Verzamel het afval in het juiste vaatje volgens de pH. De lepels etc. kun je afwassen in de gootsteen.

Procedure

1. *Maak allereerst een ijklijn: maak 4 of 5 oplossingen van PO_4^{3-} in verschillende concentraties tussen de 0-5 mg PO_4^{3-} /L (dit zijn de concentraties die de kit kan meten).*
2. *Kleur met behulp van de fosfaat test kit de verschillende monsters. Lees de instructies van de kit en volg de stappen: Voeg 10 mL van een monster toe aan een van de plastic bekertjes die zijn meegeleverd. Voeg 5 druppels van potje 1 toe (draag handschoenen!) en vervolgens een lepeltje (zit in het potje) van potje 2 toe. Roer totdat alles is opgelost. De oplossing kleurt nu blauw. Hoe hoger de concentratie fosfaat, hoe blauwer de oplossing zal kleuren.*
3. *Meet met behulp van de fotospectrometer de hoeveelheid lux die wordt doorgelaten: sluit de spectrofotometer aan op een computer. Voeg de gekleurde (of in het geval van de controle de transparante) oplossing van je monster toe aan een plastic cuvet en plaats deze in de spectrofotometer. Lees de hoeveelheid lux af. Na het testen van de verschillende concentraties met behulp van de kit, kun je een ijklijn maken.*
4. *Meet nu je struviet monster. Bepaal met behulp van de ijkgrafiek de onbekende concentratie.*

Voor Studenten

Struviet uit urine



Voor Studenten

Struviet uit urine

Module 4: Gebruik van struviet in een experimenteel ontwerp

In deze module ga je een experiment met bonenplantjes opzetten om hun struviet als kunstmest te testen. De bonenplant, *Lathyrus Odoratus*, is een snelgroeiende plant en geschikt om verschillen in groeisnelheid te meten. Wanneer er zaden gebruikt worden, moeten de bonen eerst ontkiemen en blad krijgen voordat er met bemesting gestart kan worden.

Wat voor experiment er opgezet wordt, bepaal je zelf; wat is er mogelijk en wat wil je onderzoeken en waarom?

Experimenten zijn belangrijk om de causale relatie te onderzoeken tussen een variabele (verschillen in bemesting) en een effect (groeisnelheid). In een experimenteel ontwerp bedenk je een proefopzet om je hypothese te testen, de verschillende variabelen te testen en het effect ervan te meten.



Afbeelding 7, bonenplantjes tijdens een experiment

Er zijn een aantal stappen in een experimenteel ontwerp:

1. Welke variabelen zijn er en waar hebben ze effect op? In deze module kun je denken aan:
 - Verschillende bronnen/samenstellingen van urine
 - Verschillende manieren om struviet te maken
 - Verschillende manieren om struviet te gebruiken
 - Verschillende omstandigheden voor de plant om te groeien
 Die een effect hebben op:
 - De opbrengst, samenstelling of potentie van de struviet
 - De groeisnelheid van de planten
2. Bedenk een hypothese. De hypothese moet specifiek en uitvoerbaar zijn. Bijvoorbeeld:
 - Struviet van koeien urine is een betere bemester dan struviet van menselijke urine.
 - Struviet werkt beter als bemesting in korrels in de grond dan als toevoeging bij bewatering.
3. Bedenk de uitvoerende stappen van je experiment. Specificeer hoeveelheden, tijden etc. Zorg dat elke stap duidelijk is en maak keuzes. Denk bijvoorbeeld na over:
 - Ga je bemesten op een bepaalde dag of bij een bepaalde ontwikkelingsstap van je plant?
4. Zorg dat er geen andere variabelen zijn dan de variabelen die je wilt testen. De voorwaarden waaraan je experiment moet voldoen om hier zeker van te zijn, heten de randvoorwaarden. Randvoorwaarden kunnen zijn:
 - Alle planten krijgen dezelfde hoeveelheid water en licht.
 - De grond van de planten mag geen nutriënten bevatten die ook in struviet zitten of ermee reageren.
5. Ontwerp je testopstelling. Hoeveel plantjes wil je testen om een representatief resultaat te krijgen? In enkelvoud, of misschien in duplo (tweevoud). Denk ook aan de controles die je nodig hebt om je data te kunnen interpreteren. Experimenten hebben een positieve en een negatieve controle nodig. Een positieve controle geeft een zeker positief resultaat. Een negatieve controle geeft een zeker negatief

Voor Studenten

Struviet uit urine

resultaat. Kloppen je controles niet, dan weet je ook niet of je resultaten van je testopstelling wel betrouwbaar zijn. Controles bij het testen van struviet zouden kunnen zijn:

- Een commerciële kunstmest als positieve controle
 - Geen kunstmest/struviet als negatieve controle
6. Bedenk hoe je je resultaten gaat meten. “De groei meten” als een maat voor hoe goed je kunstmest werkt, is niet erg specifiek. Want hoe ga je die groei dan meten? Wanneer? Hoe lang? Een meer specifiek antwoord zou kunnen zijn:
- Meet de hoogte van de plant (in cm) elke 24 uur, een week lang, beginnende 3 dagen na de ontkieming. Maak van elk meetmoment een foto van de hele plant incl. centimeter.

Benodigheden

Het is aan jou om dit stuk te schrijven.

Procedure

Het is aan jou om dit stuk te schrijven.

Vragen en antwoorden

1. Wat zou je doen als je controles onverwachte resultaten geven? Bijvoorbeeld: je negatieve controle groeit het beste of je positieve controle plant gaat dood?
2. Welke randvoorwaarden zijn belangrijk in je experimentele opzet? Wat gebeurt er als er niet aan de randvoorwaarden wordt voldaan? Hoe merk je dat?
3. Hoe ga je de resultaten van je experiment meten? Wat zou je doen met onverwachte observaties die geen deel uit maken van je plan? Bijvoorbeeld: je wilt de hoogte van een plant gaan meten als indicator voor de groei, en je ziet opeens dat de hoogste planten geen bloemen maken of gele bladeren hebben, terwijl kleinere planten gaan bloeien en groen blijven.