

Project 313.0051 Borging COKZ in kader van Rijkstoezicht

Projectleider: A.H. Roos

Rapport 94.37

oktober 1994

ONDERZOEK NAAR VERVANGEND FILTERMATERIAAL VOOR DE BEPALING VAN  
DE VERONTREINIGING VAN BOERDERIJMELK

J.F. Labriijn en A. de Koning

DLO-Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten (RIKILT-DLO)

Bornsesteeg 45, 6708 PD Wageningen

Postbus 230, 6700 AE Wageningen

Telefoon 08370-75400

Telefax 08370-17717

Copyright 1994, DLO-Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten (RIKILT-DLO)  
Overname van de inhoud is toegestaan, mits met duidelijke bronvermelding.

## VERZENDLIJST

### INTERN:

directeur

auteur(s)

programmaleiders (2x)

public relations en secretariaat (2x)

bibliotheek (4x)

leesplanken (4x)

### EXTERN:

Dienst Landbouwkundig Onderzoek

Directie Wetenschap en Technologie

Directie Veehouderij en Zuivel, (dr. ir. A. Meijering)

COKZ, Leusden, (ir. J.A. Jans)

Stichting MCS Nederland, Zutphen, (drs. F.J.P. van Luin)

MCS "West Nederland", Gouda, (ing. J.H. van Hemert)

Coöperatieve Vereniging voor Melk Onderzoek "Zuid Nederland", Veldhoven,  
(dr. ir. H.J.C.M. van den Bijgaart)

## ABSTRACT

Onderzoek naar vervangend filtermateriaal voor de bepaling van de verontreiniging van boerderijmelk.

Investigation to find another filter material for the determination of dirt in raw milk. (in Dutch)

Report 94.37

October 1994

J.F. Labrijn en A. de Koning

State Institute for Quality Control of Agricultural Products (RIKILT-DLO)  
P.O. Box 230, 6700 AE Wageningen, the Netherlands

In the Dutch payment system of delivering raw milk from the farmers to the Milk Control Stations the purity of milk has to be determined.

A method is used in which the milk is sucked over a filter material and the dirtiness of the filter material is judged by experts. The degree of impurity may influence the payment for the milk.

This method is under discussion because the filter material is not always homogeneous and may influence the result of the determination.

Therefore the Central Organisation of Milkhygiene has asked RIKILT-DLO to find a better filter material.

From the investigation of six alternative filter materials it is concluded that no filter material can replace the current cotton filter material.

Only one filter material (Schleicher and Schüll nr. 1450) meets our requirements, however the pores are too small. This filter material could possibly be used after adaption of the current filtering procedure.

( )

( )

INHOUD	<u>blz</u>
SAMENVATTING	5
1 INLEIDING	7
2 MATERIAAL EN METHODEN VAN ONDERZOEK	8
2.1 Materiaal	8
2.2 Methoden van onderzoek	8
2.2.1 Bepaling verontreinigingsgraad van boerderijmelk (Bijlage 1)	8
2.2.2 Filtreersnelheid van 100 ml water van 45°C (Bijlage 2)	8
2.2.3 Bepaling van de poriëngrootte van filtermateriaal (Bijlage 3)	8
2.2.4 Doorzuigen melk met een hoog celgetal (Bijlage 4)	8
3 RESULTATEN EN CONCLUSIES	8
3.1 Vooronderzoek katoenen filtermateriaal	8
3.2 Katoen	9
3.3 Filtermateriaal van FNZ	10
3.4 S & S nr. 10	10
3.5 S & S nr. 0860	11
3.6 S & S nr. 1450	11
3.7 S & S nr. 3180	12
3.8 Gimex MN 100/60	13
4 TABELLEN	14
4.1 Tabel 1	14
4.2 Tabel 2	14
5 CONCLUSIE	15
6 LITERATUUR	16
BIJLAGEN 1 t/m 4 Methoden van onderzoek	
BIJLAGE 5 Microscopische foto's van filtermateriaal onderzocht volgens de methode "Bepalen van de poriëngrootte van filtermateriaal" (Bijlage 3).	

( )

( )

## SAMENVATTING

Op verzoek van het voormalige Centraal Orgaan voor de Melkhygiëne (COM) is door RIKILT-DLO onderzoek verricht naar een vervangend filtermateriaal voor het huidige in gebruik zijnde katoenen filtermateriaal.

De reden is, dat het huidige katoenen filtermateriaal niet van een constante kwaliteit is, waardoor problemen ontstaan bij het opleggen van kortingen bij aanlevering van melk die niet aan de reinheidseis voldoet.

Uit aanbiedingen van leveranciers van filtermaterialen zijn zes filtermaterialen geselecteerd.

Geen van deze filtermaterialen voldoet aan de door het RIKILT-DLO opgestelde normen voor een ideaal filtermateriaal.

Filtermateriaal S & S nr. 1450 voldoet aan bijna alle gestelde normen. De poriëngrootte van dit filtermateriaal is echter iets te klein, nl. 18  $\mu\text{m}$  en niet de ideale 24  $\mu\text{m}$ , waardoor het huidige zogenoemde restmelkprobleem vergroot wordt.

Het gevolg is dat dit materiaal slechts bruikbaar zal zijn als de hoeveelheid te filtreren melk verminderd wordt en het vuilbeeld met reflectie gemeten wordt.

Visuele beoordeling is bij het doorzuigen van minder melk niet meer mogelijk.

De conclusie van dit onderzoek leidt dan ook tot de aanbeveling om verder onderzoek te doen met het S & S 1450 filtermateriaal in combinatie met het vervangen van de visuele beoordeling door reflectiemeting.

( )

( )



## 1 INLEIDING

De reinheidsproef voor door melkveehouders aan de Melkcontrolestations (MCS) geleverde melk geeft sinds jaar en dag aanleiding tot discussie over de betrouwbaarheid van deze methode.

Dit is de reden geweest, dat aan RIKILT-DLO is verzocht een onderzoek te doen om deze reinheidsproef te verbeteren. Tijdens het onderzoek is gebleken, dat de hoofdoorzaak van de problemen veroorzaakt wordt door het gebruikte katoenen filtermateriaal. Dit filtermateriaal wordt geleverd door de Centrale aankoop van de Federatie Nederlandse Zuivelbond (FNZ). Het filtermateriaal is een natuurprodukt, dat bestaat uit geperste lagen katoenvezels, waarop een papieren raster met 96 openingen gelijkmatig is. Het betreffende filtermateriaal is "inherent aan een natuurprodukt" niet homogeen te leveren. Er is o.a. spreiding in de poriëngrootte, de dichtheid, de vezelstructuur, het aantal katoendoppen per m<sup>2</sup>, de persing en verlijming.

Door het niet homogeen zijn, ontstaan er bij de beoordeling van de vuilbeelden op het wattenmateriaal (zie bijlage 1 reinheidsbepaling) interpretatie verschillen.

Dit kan tot gevolg hebben dat veehouders ten onrechte wel of geen korting krijgen op hun aangeleverde melk aan de MCS. Bij melk met een hoog celgetal zal er in batches met een kleinere poriëngrootte meer restmelk zijn. "Restmelk" is de melk die niet binnen de doorzuigtijd volgens COM-voorschrift (Bijlage 1) met het apparaat van Ledoux door het filtermateriaal wordt gezogen. Men spreekt hier van het zogenaamde restmelkprobleem. Ook de visuele beoordeling van het filtermateriaal door deskundige beoordelaars kan subjectieve verschillen opleveren.

In eerste instantie heeft RIKILT-DLO geprobeerd de beoordeling te objectiveren (literatuur 6.1, 6.2 en 6.3). Naderhand is gebleken, dat de grootste oorzaak van de verschillen bij de beoordeling ligt aan het inhomogene wattenmateriaal. Dit is de reden dat onderzoek is gedaan of er een geschikter filtermateriaal te verkrijgen is.

## 2 MATERIAAL EN METHODEN VAN ONDERZOEK

### 2.1 Materiaal

Eerst is er een aantal criteria gesteld, waaraan een ideaal filtermateriaal zou moeten voldoen, te weten:

- Homogene en constante samenstelling (kwaliteit).
- Poriëngrootte tussen de 20 en 25  $\mu\text{m}$ .
- Goede vuilopneembaarheid (dieptefilter).
- Snelle en volledige filtratie bij het doorzuigen van circa 65 ml melk, ook met hoge celgetallen.
- Mechanische sterkte om een filtratie bij min 25 kPa te doorstaan.

Deze eisen zijn afgeleid van de huidige praktijk, die gevolgd wordt bij de bepaling van de mate van verontreiniging en tijdens de onderzoeken tot stand gekomen.

Er zijn filtermaterialen getest van de firma Schleicher & Schuell, Centrale aankoop FNZ en de firma Gimex, waarvan de leveranciers naar aanleiding van onze vragen beweerden dat ze bruikbaar zouden zijn voor deze toepassing.

Filtermateriaal	Leveranciers	Type
Glasvezel	FNZ	
Glasvezel	S & S	nr. 10
Gekrept filterpapier	S & S	nr. 0860
Gerecyclede viscose	S & S	nr. 1450
Gerecyclede viscose	S & S	nr. 3180
Gerecyclede viscose	Gimex	MN 100/60

## 2.2 Methoden van onderzoek

### 2.2.1 Bepaling verontreinigingsgraad van boerderijmelk (Bijlage 1)

### 2.2.2 Filtreersnelheid van 100 ml water van 45°C (Bijlage 2)

### 2.2.3 Bepaling van de poriëngrootte van filtermateriaal (Bijlage 3)

### 2.2.4 Filtreren van melk een hoog celgetal (Bijlage 4)

## 3 RESULTATEN EN CONCLUSIES

### 3.1 Vooronderzoek katoenen filtermateriaal

Eerst is het huidige in gebruik zijnde filtermateriaal onderzocht om als referentie te dienen en de criteria vast te stellen. Uit keuring van geproduceerde batches katoenfiltermateriaal en de in de praktijk gebruikte vellen op de verschillende MCS's, is gebleken dat er zowel verschillen zijn tussen batches als tussen vellen.

Een direct gevolg is, dat er verschillen zijn in klasse kwalificaties tussen de regio's (MCS) in Nederland.

Om de kwaliteitsverschillen te onderzoeken zijn filterwatten van de vier melkcontrolestations bevuild met een exacte hoeveelheid norit. De poriëngrootte van het filtermateriaal is bepaald volgens voorschrift (Bijlage 3).

Uit dit onderzoek is gebleken dat de poriëngrootte van het filtermateriaal varieert van 18 tot 30  $\mu\text{m}$ .

### 3.2 Katoen (willekeurige batch)

Dit is het materiaal dat bij de huidige methode voor de bepaling van de verontreiniging gebruikt wordt.

Materiaal	: een aantal lagen geperste katoenvezels.
Eigenschappen	: goede vuilopneembaarheid; dieptefilter.
Nadelen	: inhomogeen; pluizen.

Resultaten van de testmethoden:

1. Filtreersnelheid van 100 ml water van 45°C.  
→ 13 seconden.
2. Norit-test  
→ De poriëngrootte is gemiddeld 22  $\mu\text{m}$ .  
De spreiding is van 18  $\mu\text{m}$  tot 26  $\mu\text{m}$ .
3. Filtreersnelheid melk met een hoog celgetal  
→ Celgetal 2500 \* 10<sup>3</sup> /ml doorlooptijd: 4 min 40 sec.  
Celgetal 706 \* 10<sup>3</sup> /ml doorlooptijd: 11 sec.  
Celgetal 200 \* 10<sup>3</sup> /ml doorlooptijd: 14 sec.

Conclusie:

Katoen is bruikbaar als de kwaliteit constanter wordt en het materiaal minder restmelkproblemen veroorzaakt.

Opmerking:

Tijdens het doorzuigen van de melk gaan veel filters stuk.

### 3.3 Filtermateriaal van FNZ

Materiaal : glasvezel  
Eigenschappen : niet kreuk-, vouw- of scheurbaar; homogeen.

Resultaten van de testmethoden:

1. Filtreersnelheid van 100 ml water van 45°C.  
→ 7 seconden (zeer snel).
2. Norit-test  
→ De poriëngrootte is gemiddeld 40  $\mu\text{m}$ .  
Geen homogeen vuilbeeld.
3. Filtreersnelheid melk met een hoog celgetal  
→ Celgetal 2500 \* 10<sup>3</sup> /ml doorlooptijd: 14 sec.  
Celgetal 706 \* 10<sup>3</sup> /ml doorlooptijd: 6 sec.  
Celgetal 220 \* 10<sup>3</sup> /ml doorlooptijd: 7 sec.

Conclusie:

Filtermateriaal met een poriëngrootte van 40  $\mu\text{m}$  is niet bruikbaar voor de reinheidsbepaling. De meest elementaire kleine deeltjes (mest) worden onvoldoende afgevangen.

### 3.4 Filtermateriaal van S & S nr. 10

Materiaal : zeer fijn glasvezel  
Eigenschappen : homogeen; helder wit; papierachtig.  
Nadeel : snel te scheuren.

Resultaten van de testmethoden:

1. Filtreersnelheid van 100 ml water van 45°C.  
→ >300 seconden
2. Norit-test  
→ De poriëngrootte is gemiddeld 3  $\mu\text{m}$ .

3. Filtreersnelheid melk met een hoog celgetal  
→ Niet uitgevoerd vanwege de kleine poriëngrootte.

Conclusie:

Dit filtermateriaal is vanwege de kleine poriëngrootte niet bruikbaar voor de reinheidsbepaling.

### 3.5 Filtermateriaal van S & S nr. 0860

Materiaal : glad, gekrept filtreerpapier  
Eigenschappen : stevig; homogeen.

Resultaten van de testmethoden:

1. Filtreersnelheid van 100 ml water van 45°C.  
→ >300 seconden (zeer snel).
2. Norit-test  
→ De poriëngrootte is gemiddeld 5  $\mu\text{m}$ .  
Te lange filtratietijd.
3. Filtreersnelheid melk met een hoog celgetal  
→ Niet uitgevoerd vanwege de kleine poriëngrootte.

Conclusie:

Dit filtermateriaal is vanwege de kleine poriëngrootte niet bruikbaar voor de reinheidsbepaling.

### 3.6 Filtermateriaal van S & S nr. 1450

Materiaal : glad filtreerpapier.  
Eigenschappen : homogeen.

Resultaten van de testmethoden:

1. Filtreersnelheid van 100 ml water van 45°C.  
→ 92 seconden.

2. Norit-test

- Visueel blijft er op dit filter een grotere hoeveelheid vuil achter dan op het katoenfilter.
- De poriëngrootte is gemiddeld  $18 \mu\text{m}$ .

3. Filtreersnelheid melk met een hoog celgetal

- Celgetal  $661 * 10^3$  /ml doorlooptijd : >5 min.
- Celgetal  $204 * 10^3$  /ml doorlooptijd : 1 min. en 32 sec.
- Celgetal  $136 * 10^3$  /ml doorlooptijd : 12 sec.

Conclusie:

Materiaal lijkt goed bruikbaar.

De mestdeeltjes werden goed afgevangen; het restmelkprobleem wordt echter groter dan bij katoen door de iets te kleine poriëngrootte van  $18 \mu\text{m}$ .

Leverancier ziet geen mogelijkheid dit materiaal met een poriëngrootte van circa  $24 \mu\text{m}$  te leveren.

Het S & S 1450 is bruikbaar als er een aanpassing komt in de reinheidsbepaling. Minder melk doorzuigen in combinatie met reflectiemeting.

3.7 Filtermateriaal van S & S nr. 3180

- Materiaal : gerecyclede viscose.
- Eigenschappen : papierachtig.
- Nadelen : dunne plekken in het materiaal zichtbaar.

Resultaten van de testmethoden:

1. Filtreersnelheid van 100 ml water van  $45^\circ\text{C}$ .
  - 11 seconden.
2. Norit-test
  - De poriëngrootte is gemiddeld  $36 \mu\text{m}$ .
  - Vrij homogeen vuilbeeld.
3. Filtreersnelheid melk met een hoog celgetal
  - Celgetal  $2500 * 10^3$  /ml doorlooptijd: 16 sec.
  - Celgetal  $706 * 10^3$  /ml doorlooptijd: 12 sec.
  - Celgetal  $220 * 10^3$  /ml doorlooptijd: 10 sec.

Conclusie:

Een poriëngrootte van  $36 \mu\text{m}$  is te groot om geschikt te zijn voor de reinheidsbepaling.  
De kleinere elementaire mestdeeltjes worden onvoldoende afgevangen.

Opmerking:

Het filtermateriaal leek in eerste instantie bruikbaar vanwege de homogeniteit en de snelle filtratie. Aangezien de vuilbeelden te licht zijn en daardoor niet goed visueel te beoordelen zijn, is het filtermateriaal niet geschikt als vervanging van het katoenfilter.

### 3.8 Filtermateriaal van Gimex MN 100/60

Materiaal : geregenereerde viscose.  
Eigenschappen : snelle filtratie; grove structuur.

Resultaten van de testmethoden:

1. Filtreersnelheid van 100 ml water van  $45^\circ\text{C}$ .  
→ 8 seconden
2. Norit-test  
→ De poriëngrootte is gemiddeld  $42 \mu\text{m}$ .
3. Filtreersnelheid melk met een hoog celgetal  
→ Deze proef is niet uitgevoerd vanwege de poriëngrootte van  $42 \mu\text{m}$ .

Conclusie:

De poriëngrootte van  $42 \mu\text{m}$  is te groot om bruikbaar te zijn voor de reinheidsbepaling.

Opmerking:

De leverancier verzekerde ons in eerste instantie dat dit filtermateriaal de juiste poriëngrootte van  $22 \pm 2 \mu\text{m}$  zou hebben.

#### 4 TABELLEN

4.1 Tabel 1.: Overzicht van de geteste filtermaterialen en de verkregen resultaten

	Materiaal	Poriëngrootte in $\mu\text{m}$	Filtreersnelheid water in seconden
Centrale aankoop FNZ	Katoenvezel	18-26	13
FNZ	glasvezel	40	7
S & S 10	glasvezel	3	>300
S & S 0860	papiervezel	5	>300
S & S 1450	papiervezel	18	92
S & S 3180	papiervezel	36	11
Gimex MN 100/60	viscose	42	8

4.2 Tabel2.: Resultaten testmethoden bij geteste filters

TESTMETHODE *			
	Filtreertijd water	Norit test	Filtreertijd melk met een hoog celgetal
Katoenfilter	++	+/- **	+
FNZ	++	-	++
S & S 10	-	-	-
S & S 0860	-	-	-
S & S 1450	+	+	-
S & S 3180	++	-	+
Gimex MN 100/60	++	-	niet uitgevoerd

++ = zeer goed

+ = goed

- = slecht

\* Voor testmethode 1, 2 en 3 zie bijlagen

\*\* De spreiding van de poriëngrootte is te groot



## 5 CONCLUSIE

Uit het onderzoek is gebleken, dat geen van de geteste filtermaterialen het huidige in gebruik zijnde katoenen filtermateriaal kan vervangen.

Een mogelijkheid is om het S & S nr. 1450 filtermateriaal, na aanpassing van de hoeveelheid door te zuigen melk, te gebruiken in combinatie met reflectiemeting.

## 6 LITERATUUR

Broex, N.J.G. en G.J.M. Loeffen, 1985.

Gebruik van een reflectiemeting bij de beoordeling van reinheidswatten welke toegepast worden bij de kwaliteitscontrole van boerderijmelk.

RIKILT-rapport 85.85

Broex, N.J.G. en G.J.M. Loeffen, 1990.

Beoordeling van reinheidswatten van boerderijmelk met behulp van de reflectiemeter.

RIKILT-rapport 90.01

Broex, N.J.G., G.J.M. Loeffen en M. van Smaalen, 1990.

Vergelijking van de beoordeling van reinheidswatten van boerderijmelk met behulp van twee typen reflectiemeters ten opzichte van de visuele beoordeling.

RIKILT-rapport 90.10

Centraal Orgaan Melkhygiëne

Voorschriften voor het kwaliteitsonderzoek van boerderijmelk en de uitbetaling van boerderijmelk naar gelang de kwaliteit.



## Hoofdstuk 7

**BEPALING VAN DE VERONTREINIGINGSGRAAD VAN BOERDERIJMELK****1. ONDERWERP EN TOEPASSINGSGEBIED**

Dit voorschrift beschrijft de bepaling van de mate van macroscopische verontreiniging van boerderijmelk en vormt een voorschrift als bedoeld in artikel 3, sub 1 van de statuten van de Stichting Centraal Orgaan voor Melkhygiëne te 's-Gravenhage.

**2. DEFINITIE**

Verontreinigingsgraad: de door middel van een referentiewatten vastgelegde graad van verontreiniging van melk, bepaald volgens de beschreven werkwijze.

**3. BENODIGDHEDEN****3.1. Apparaat voor het mengen van de monsters.**

Het apparaat moet zodanig zijn geconstrueerd dat de afstand van het draaipunt tot het monster maximaal 40 cm bedraagt.

Het apparaat moet zodanig worden ingesteld dat de monsters in  $25 \pm 5$  sec tienmaal over een hoek van  $180^\circ$  vanuit verticale stand worden gekanteld.

**3.2. Waterbad van  $45 \pm 1$  °C.****3.3. Filtratieapparaat voorzien van zeefplaatjes met 56 openingen per  $\text{cm}^2$ .**

De openingen dienen een middellijn van 1,2 mm te hebben. De dikte van de zeefplaat dient 1 mm te zijn.

Het filtratieapparaat moet zijn uitgerust met een zodanige voorziening dat elk monster met een continu tijdens de filtratie te handhaven drukverschil van ten minste 25 kPa en ten hoogste 30 kPa door de filtratiewat wordt gezogen. Tijdens de filtratie dient de onderdruk ten minste viermaal te worden onderbroken.

De doorsnede van het filtratieoppervlak dient 9 mm te zijn.

**3.4. Filtratiewatten**

Door het Centraal Orgaan voor Melkhygiëne goedgekeurde per 48 stuks inge-rasterde katoenen watten.

Opmerking

De watten zijn verkrijgbaar bij Centrale Aankoop FNZ.

**3.5. Stoof ingesteld op  $37 \pm 2$  °C.****3.6. Vetvrije petroleumether (kooktraject 40-60 °C).**

De petroleumether moet bij gebruik helder en kleurloos zijn.

De droogrest mag bij gebruik ten hoogste 1 g/l zijn.

**3.7. Bad met petroleumether geschikt om wattenvellen in te dompelen.**Opmerking

Wees bedacht op brandgevaar. Werk in de buitenlucht of in een daarvoor geschikte ruimte.

3.8. **Beoordelingsruimte**  
Ruimte met T.L. buislampen, type 57, die zodanig zijn opgesteld dat de lichtsterkte op het beoordelingsvlak bij afwezigheid van daglicht 1200-1500 lux bedraagt. Inval van direct zonlicht en schaduweffecten moeten worden vermeden.

3.9. **Referentiewatten**  
De referentiewatten dienen voor het bepalen van de graad van verontreiniging van de melk. De referentiewatten zijn voorzien van een gradatiecijfer I of II en bevatten de grootste hoeveelheid verontreinigingen van de betreffende gradatie.  
Bewaar de referentiewatten in het donker.

Opmerkingen

1. De referentiewatten worden periodiek door of namens het COM verstrekt.
2. De door het COM vastgestelde standaard-referentiewatten bevinden zich in het Rijkskwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwproducten (RIKILT) te Wageningen.

4. **WERKWIJZE**

4.1. **Voorbehandeling van de monsters**

Meng de monsters op de dag van onderzoek door ze met het mengapparaat (3.1.) in  $25 \pm 5$  sec tienmaal over een hoek van  $180^\circ$  vanuit de verticale stand te kantelen.

Opmerking

Deze mengprocedure is alleen nodig wanneer de monsters niet reeds ten behoeve van andere onderzoeken op deze wijze zijn gemengd.

4.2. **Bepaling**

4.2.1. Plaats de monsters in het waterbad van  $45 \pm 1$  °C totdat de melk een temperatuur heeft bereikt van  $37 \pm 1$  °C.

4.2.2. Meng de monsters intensief. Eventueel op de bodem aanwezig vuil dient door de melk te worden gesuspendeerd. Filtreer direkt hierna van ieder monster  $65 \pm 5$  ml.  
Controleer op eventuele storing, indien de filtratie niet binnen 1 min is verlopen.

4.2.3. Droog de watten ten minste 2 h in de stoof of een andere droge stofvrije ruimte bij een temperatuur van  $35 \pm 5$  °C. Gedurende het drogen dienen de stoof of de ruimte goed te worden geventileerd.

4.2.4. Dompel de watten gedurende  $2 \pm 0,5$  min in petroleumether. Droog de watten gedurende 15 min aan de buitenlucht.  
Zorg voor voldoende afstand tussen de vellen tijdens het dompelen.

4.3. **Beoordeling**

Bepaal de graad van verontreiniging van de monsters door de watten te vergelijken met de referentiewatten (3.9). Ken aan de hand hiervan een gradatiecijfer I, II of III toe. Gradatie III dient te worden toegekend, indien de verontreinigingsgraad van de betreffende watten groter is dan die van de meest verontreinigde referentiewatten.

4.4. Weergave van de resultaten

Noteer het gradatiecijfer van de monsters die zijn ingedeeld in de gradaties II of III, op het vlak naast het katoenen filtermateriaal.

## FILTREERSNELHEID VAN 100 ML WATER VAN 45°C

### 1 INLEIDING

Dit voorschrift beschrijft de bepaling van de tijd die nodig is om 100 ml water van 45°C door een filter te zuigen.

### 2 BENODIGDHEDEN

#### 2.1 Apparatuur

- Filtreerapparaat met een doorsnede van het filtratieoppervlak van 9 mm (zie COM-voorschrift 90/738 H. 7 3.3).
- Afzuiginrichting (waterstraalpompe of vacuümpompe) met een constante onderdruk van 30 kPa.
- Waterbad.

#### 2.2 Glaswerk

- Maatcilinder (100 ml).
- Bekerglas.
- Erlenmeyer met ingeslepen stop (100 ml).

#### 2.3 Overige

- Demi-water.
- Stopwatch.
- Thermometer.

### 3 WERKWIJZE

Breng met behulp van een maatcilinder 100 ml demi-water over in een erlenmeyer van 100 ml. Sluit de erlenmeyer af, om verdamping te voorkomen, en zet het in een waterbad van 45°C. Meet de temperatuur tot het water 45°C is.

Filtreer met behulp van het filtreerapparaat het water door het te testen filtermateriaal. Druk de stopwatch in zodra het filtreerapparaat begint met doorzuigen. Noteer de filtratietijd in seconden. Voer de proef in duplo uit.

## HET BEPALEN VAN DE PORIËNGROOTTE VAN FILTERMATERIAAL

### 1 INLEIDING

Dit voorschrift beschrijft de bepaling van de poriëngrootte en van de homogeniteit van filtermateriaal.

### 2 BENODIGDHEDEN

#### 2.1 Apparatuur

- Analytische balans (tot op 0,1 mg nauwkeurig).
- Zeefapparaat van het type schudzeef.
- Afzuiginrichting (waterstraalpomp of vacuümpomp) met een constante onderdruk van 30 kPa.
- Filtreerapparaat met een doorsnede van het filtratieoppervlak van 9 mm (zie COM-voorschrift 90/738 H.7 3.3).
- Filtreerapparaat voor membraanfilters met een doorsnede van 47-50 mm van S & S.
- Magnetisch roerapparaat met magnetische roerstaafjes.
- Standaard microscoop (doorvallend licht) met meetraster.

#### 2.2 Glaswerk

- Maatcilinder (100 ml)
- Erlenmeyer met ingeslepen stop (200 ml)
- Thermometer

### 3 REAGENTIA

3.1 Zeef Norit SX1 met behulp van een schudzeef met een doorlaat van 105  $\mu\text{m}$ . De deeltjes kleiner dan 105  $\mu\text{m}$  worden opgevangen.

#### 3.2 Verdunde Glycerol 80%

Meng 300 ml glycerol 89.....100% met 75 ml gedestilleerd water. Filtreer het mengsel (lang houdbaar).

#### 3.3 Gelatineoplossing 2%

Los 20 g gelatine op in 1 liter gedestilleerd water van 70°C. Meng tot de oplossing helder is. Filtreer de oplossing door een reinheidsfilter. Houdt na het filtreren de oplossing op ongeveer 45°C (beperkt houdbaar).

#### 3.4 Noritoplossing

Weeg 1 mg Norit af met deeltjesgrootte kleiner dan 105  $\mu\text{m}$ . Los deze op in 100 ml verdunde glycerol. Meng deze oplossing goed.

### 4 WERKWIJZE

Breng met behulp van een maatcilinder 100 ml gelatineoplossing in een erlenmeyer van 200 ml. Voeg hier 0,1 ml noritoplossing aan toe. Meng deze oplossing goed en zet in een waterbad van 45°C (tussendoor even mengen).

Meng de oplossing goed voor het filtreren. Filtreer de oplossing met een filtreerapparaat (zie COM-voorschrift 90/738 H. 7 3.3) door het te testen filtermateriaal. Naspoelen met 50 ml gelatineoplossing. Vang het filtraat op in een bekeerglas en filtreer, het filtraat met behulp van het filtreerapparaat voor membraanfilters, over een oppervlaktefilter (Sartorius 0,45  $\mu\text{m}$ ).

Laat de filters aan de lucht drogen.

#### Microscopisch onderzoek

Bekijk de filters onder een microscoop met een maatverdeling waarmee de deeltjes bepaald kunnen worden. Bekijk het filter van het te testen filtermateriaal, en bepaal de grootte van het kleinste deeltje. Bekijk het oppervlaktefilter onder de microscoop en bepaal van dit filter de grootte van het grootste deeltje.

De twee bepaalde deeltjes geven een beeld van de poriëngrootte van het filtermateriaal.

## FILTREERSNELHEID MELK MET EEN HOOG CELGETAL

## 1 INLEIDING

Dit voorschrift beschrijft het bepalen van de filtreersnelheid van 65 ml melk met een hoog celgetal en het bepalen van de hoeveelheid melk van 65 ml met een hoog celgetal die niet door het te testen filtermateriaal gezogen wordt.

## 2 BENODIGDHEDEN

## 2.1 Apparatuur

- Filtreerapparaat met een doorsnede van het filtratieoppervlak van 9 mm (zie COM-voorschrift 90/738 H.7 3.3).
- Afzuiginrichting (vacuümpomp of waterstraalpomp) met constante onderdruk van 30 kPa.
- Waterbad.
- Magnetische roerapparaat met magnetische roerstaafjes.

## 2.2 Glaswerk

- Maatcilinder (100 ml).
- Erlenmeyer met ingeslepen stop (100 ml).
- Bekerglas (400 ml).

## 2.3 Overige

- Melk met een hoog celgetal.
- Thermometer.
- Stopwatch.

## 3 WERKWIJZE

De melk moet vooraf goed gemengd worden.

Breng met behulp van een maatcilinder 65 ml melk in een erlenmeyer van 100 ml. Sluit de erlenmeyer af en meng.

Zet de erlenmeyer in een waterbad van 45°C. Meng regelmatig.

Filtreer met behulp van een filtreerapparaat (zie COM-voorschrift H.7 3.3) zodra de temperatuur van de melk 45°C is. Als het filtreerapparaat begint met het opzuigen van de melk moet de stopwatch ingedrukt worden. Noteer de tijd als al de melk gefiltreerd is.

Als de filtratie van 65 ml melk langer duurt dan 5 minuten, wordt de hoeveelheid melk die niet doorgezogen is bepaald in een maatcilinder. Noteer deze hoeveelheid.

Droog de filters gedurende 2 uur in een stoof van 35°C of in een andere droge ruimte. Dompel de droge filters 2 minuten in de petroleumether en laat ze drogen aan de lucht.

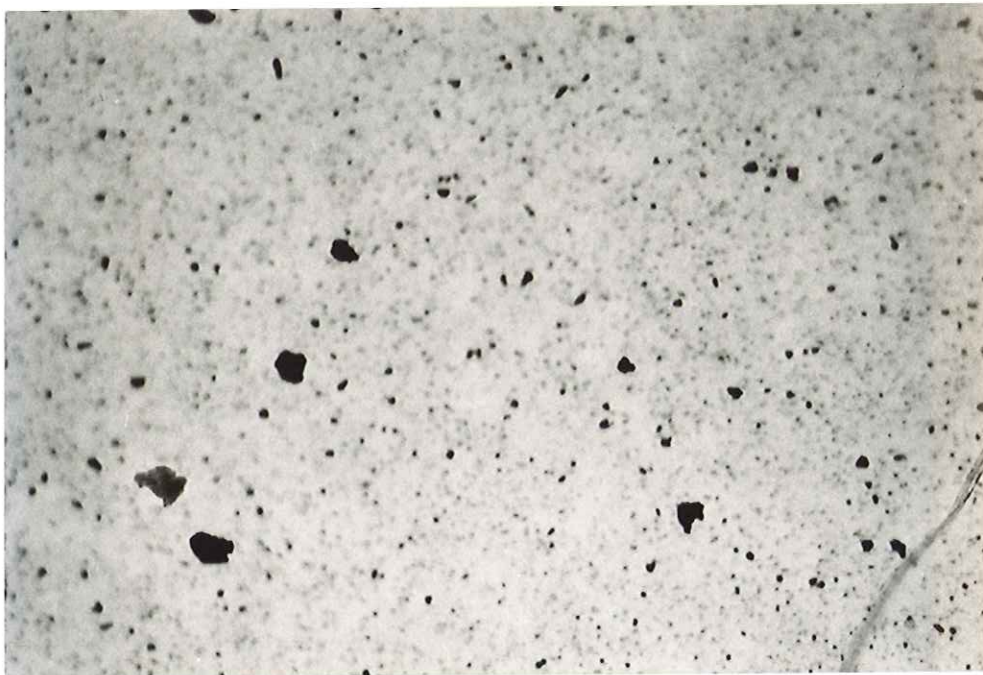
De grootte van de deeltjes kunnen microscopisch bepaald worden.

- \* Melk met een hoog celgetal wil zeggen dat er veel witte bloedlichaampjes in de melk aanwezig zijn (> 500.000/ml). Deze witte bloedlichaampjes kunnen gaan samenklonteren in de melk waardoor het filter tijdens het filteren dichtslibt. De melk is afkomstig van koeien met een uierontsteking.

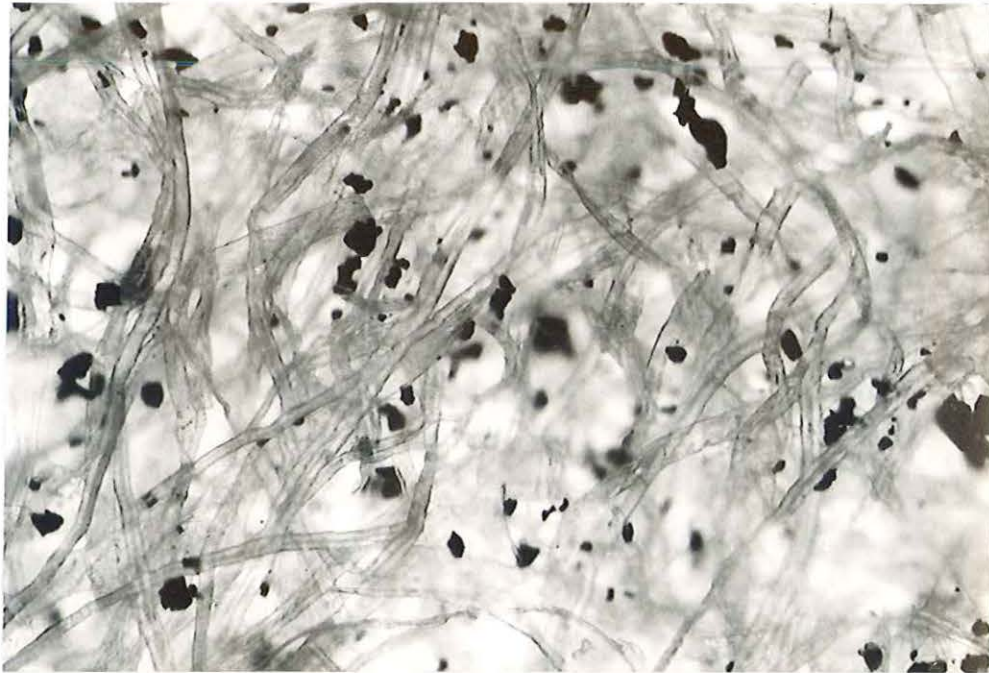




5.1 Microscopische foto van een boerderijfilterkous  
poriëngrootte circa  $80 \mu\text{m}$   
zwarte stippen zijn noritdeeltjes



Microscopische foto van een oppervlaktefilter  
poriëngrootte  $0,45 \mu\text{m}$  na filtratie over een boerderijkous  
zwarte stippen zijn noritdeeltjes  $< \text{circa } 80 \mu\text{m}$



5.2 Microscopische foto van S & S 1450  
poriëngrootte  $18 \mu\text{m}$   
zwarte stippen zijn noritdeeltjes  $< 105 \mu\text{m}$



Microscopische foto van een oppervlaktefilter  
poriëngrootte  $0,45 \mu\text{m}$  na filtratie over S & S 1450  
zwarte stippen zijn noritdeeltjes  $< 18 \mu\text{m}$



5.3 Microscopische foto van het huidige ingebruikzijnde katoenen filtermateriaal  
zwarte stippen zijn nitrideeltjes grootte  $< 105 \mu\text{m}$



Microscopische foto van een oppervlaktefilter  
poriëngrootte  $0,45 \mu\text{m}$  na filtratie door katoenen filtermateriaal  
zwarte stippen zijn nitrideeltjes  $< 30 \mu\text{m}$