



### PPS-eindrapportage

Over de PPS'en die afgerond zijn dient een inhoudelijke en financiële eindrapportage te worden opgesteld. Voor de financiële rapportage dient een totaaloverzicht van de projectkosten van de realisatie en de financiering te worden gegeven. Hier is een apart format voor beschikbaar.

**De eindrapportages worden integraal gepubliceerd op de websites van de TKI's/topsector. Zorg er s.v.p. voor dat er geen vertrouwelijke zaken in de rapportage staat.** De PPS-eindrapportages dienen voor 15 februari 2019 te worden aangeleverd bij Hans van der Kolk

Algemene gegevens	
PPS-nummer	TKI-AF 14268
Titel	Extractie en valorisatie van microcellulose vezels uit bietenpulp
Thema	Circulaire Economie
Uitvoerende kennisinstelling(en)	Wageningen Food & Biobased Research – Biobased Products
Projectleider onderzoek (naam en emailadres)	Martien van den Oever, martien.vandenoever@wur.nl
Penvoerder PPS (namens private partij)	Adeline Ranoux, Harry Raaijmakers
Contactpersoon overheid	Cor Wever
Totale projectomvang (k€)	Budget k€ 1,082; Realisatie k€ 995
Adres van de projectwebsite	<a href="https://www.wur.nl/nl/Onderzoek-Resultaten/Onderzoeksprojecten-LNV/Expertisegebieden/kennisonline/Extractie-en-Valorisatie-van-microcellulose-vezels-uit-bietenpulp-1.htm">https://www.wur.nl/nl/Onderzoek-Resultaten/Onderzoeksprojecten-LNV/Expertisegebieden/kennisonline/Extractie-en-Valorisatie-van-microcellulose-vezels-uit-bietenpulp-1.htm</a>
Werkelijke startdatum	1 januari 2015
Werkelijke einddatum	31 december 2018

### Goedkeuring penvoerder/consortium

De eindrapportage dient te worden besproken met de penvoerder/het consortium. De TKI('s) nemen graag kennis van eventuele opmerkingen over de rapportage.

De penvoerder heeft namens het consortium de eindrapportage	<input checked="" type="checkbox"/> goedgekeurd <input type="checkbox"/> niet goedgekeurd
Eventuele opmerkingen over de eindrapportage:	

### Korte omschrijving inhoud/doel PPS

Wat is er aan de hand? Wat doet het project daaraan?

Wat levert het project op? Wat is het effect hiervan?

Veel is bekend over de toepassingen van microcellulose en nanocellulose als hydrocolloïd in food en non-food industrieën. Commerciële microcellulose vezel (MCF) producten zoals Avicel® worden momenteel geproduceerd uit houtpulp. Houtpulp wordt echter steeds duurder en de omzetting van houtpulp naar MCF is een relatief duur en milieu onvriendelijk proces. Voordeel van de microcellulose die in suikerbietenpulp aanwezig is, is dat het niet verhout (parenchyma) is, waardoor het betrekkelijk eenvoudig kan worden geïsoleerd. De MCF uit bietenpulp heeft daarbij van nature een losse netwerkstructuur en vormt een waterige suspensie met pseudo-plastische eigenschappen. Afhankelijk van het ontsluitings- en extractieproces wordt een stabiele suspensie gevormd, die een sterk watervasthoudend vermogen heeft.

Om inzet als hydrocolloïd in de diverse toepassingen mogelijk te maken is het noodzakelijk dat de eigenschappen (fysische en chemische), flocculatie en resuspensie gedrag van de bietenpulp MCF te kennen, te beheersen in het proces en in te kunnen zetten in specifieke applicaties.

Het doel van dit project was de optimale duurzame aanwending van bietenpulp voor de coproductie van biobased en food producten, met de focus op de cellulose fractie. Primair doel was om de kwalitatieve eigenschappen van MCF te kunnen begrijpen en van daaruit toepassingen te ontwikkelen. Daarnaast was meer inzicht nodig in de MCF eigenschap-functionaliteit relaties en de eisen die worden gesteld aan het MCF extractieproces bij de inzet in diverse toepassingen. Als toepassing werd gekeken naar de inzet van MCF uit bietenpulp als verdikkingsmiddel, versterkingsmiddel, structurant of stabilisator in olie en gas winning (Drilling muds, fracking fluid schalie gas winning) en cement en beton (rheology modifier, additief, versterking, anticracking, stabilisator).

Bietenpulp MCF werd geproduceerd in de pilotfabriek van Cosun. De chemische en fysische eigenschappen van MCF werden bepaald en meetprotocollen voor relevante eigenschappen werden opgesteld. De project partners hebben de productspecificaties voor de diverse toepassingen van MCF vastgesteld en op labschaal formuleringen met diverse hoeveelheden MCF als vervanging of additief in verschillende toepassingen geëvalueerd. Succesvolle formuleringen werden op grotere (pilot / demo) schaal beproefd.

Inzet van componenten uit bietenpulp in toepassingen als olie- en gaswinning en cement/beton, maar ook in toepassingen als voedsel, detergents en coatings, zal de totaalwaarde van suikerbieten verhogen en daarmee een positief effect hebben op de concurrentiepositie van Cosun als verwerker van suikerbieten en de inkomsten van de bietenproducenten (boeren).

#### **Mutaties ten opzicht van het oorspronkelijke projectplan en follow-up**

Zijn er wijzigingen geweest in het consortium/de project-partners? Zo ja, benoem deze	Nee.
Zijn er inhoudelijke wijzigingen geweest in het project?	<p>Applicatie testen tijdens de eerste fase van het project hebben laten zien dat in zowel beton- als boorvloeistof-toepassingen de tot dan toe gemaakte microcellulose vezel (MCF) grades niet de eigenschappen leveren waarmee MCF kan concurreren met nu gebruikte commerciële additieven. Voor succesvol gebruik in de beoogde toepassingen bleken grondigere aanpassingen / modificaties van het MCF-product nodig dan verwacht. In de tweede fase van het project werden verkennende testen uitgevoerd om een nieuw verbeterd product te ontwikkelen, met name door oppervlaktemodificatie. De backward integratie in het proces en de toepassing in praktijktesten zijn daarmee achter gaan lopen t.o.v. de planning.</p> <p>Tijdens de Midterm Review is besproken dat de meeste eigenschappen van MCF generiek zijn voor de uiteenlopende toepassingen, en gezien de ontwikkeling van de oppervlaktemodificatie, hebben de projectpartners ervoor gekozen om de onderzoeksinzet te blijven richten op de focusapplicaties boorvloeistoffen en cement/beton. Applicatietesten bij partners Cebo en Cugla zijn tenslotte in de laatste maanden van 2018 uitgevoerd.</p> <p>Zoals eveneens besproken tijdens de Midterm Review zijn mogelijkheden voor toepassing van MCF in papier en karton toepassingen geëxploreerd.</p>
Is er sprake van een of meer octrooi-aanvra(a)g(en) (first filing(s)) vanuit deze PPS?	Nee
Is er sprake van spin-offs (contractonderzoek dat voortkomt uit dit project, aanvullende subsidies die zijn	Mede door de samenwerking in dit TKI project zijn Cosun en WFBR eveneens een onderzoekssamenwerking gestart in het lopende EU BBI project Pulp2Value.

verkregen, of spin-off bedrijvigheid)	
Binnen hoeveel jaar zullen de private partijen resultaten uit dit project gaan gebruiken in de praktijk?	Cosun verwacht een markt introductie voor de toepassing in papier in 2019/2020.
In hoeverre heeft het project bijgedragen aan de ontwikkeling van de betrokken kennisinstelling(en) (bijv. wetenschappelijk track record, nieuwe technologie, nieuwe samenwerkingen)?	WFBR heeft expertise opgebouwd met oppervlakte modificatie van MCF vezelgrondstof in een continu extrusieproces. Een publicatie is in voorbereiding. Dit project op het gebied van MCF is voor WFBR de start geweest om intensiever te gaan kijken naar de verwaardiging van cellulose ( <a href="https://www.wur.nl/en/article/Unlimited-possibilities-for-cellulose-in-bio-based-economy.htm">https://www.wur.nl/en/article/Unlimited-possibilities-for-cellulose-in-bio-based-economy.htm</a> ).
Krijgt het project een vervolg in de vorm van een nieuw project of een nieuwe samenwerking? Zo ja, geef een toelichting	Voor de papier toepassing van MCF heeft Cosun een samenwerking gestart met een nieuw partner om deze toepassing verder te ontwikkelen.

## Resultaten

Cosun heeft het proces voor de productie van microcellulose vezels uit bietenpulp (MCF) ontwikkeld en geoptimaliseerd, en meervoudige pilot testen uitgevoerd. Een hele reeks verkregen monsters is door Cosun geanalyseerd op chemische samenstelling en reologie. WFBR heeft uiteenlopende eigenschappen van MCF bepaald en het effect van extractieprocesvariabelen op de MCF-eigenschappen in kaart gebracht. Morfologische analyse met SEM laat duidelijk zien hoe de celstructuur verandert bij elke processtap. Eveneens veranderen de chemische samenstelling (kwantitatief en met FT-IR) en de cellulose-ketenlengte met achtereenvolgende processtappen. De zeta-potentiaal, een maat voor hoe goed de vezels in dispersie blijven, verandert afhankelijk van gebruikte hulpstoffen in het proces. Het effect van de procescondities op de reologische eigenschappen (viscositeit, bezwijkspanning) van MCF is eveneens onderzocht. De reologische eigenschappen blijken goed overeen te komen met de morfologische structuur van MCF zoals bepaald met SEM. Via reo-optische waarnemingen (CEMEF, F) kon het stroomgedrag van de MCF dispersie worden waargenomen. Uit de verwerking en analyse van MCF blijkt dat dit materiaal waterbindende eigenschappen heeft die anders zijn dan van verschillende andere cellulose materialen. Met NMR H1-relaxatiemetingen is gekeken naar het waterbindingsgedrag van waterige MCF dispersies en andere hydrocolloïde monsters. Dit geeft meer inzicht in de verschillen in waterbinding bij oplopende water gehalten. Cebo en Cugla, in samenspraak met Mebin, hebben MCF-monsters geanalyseerd voor toepassing in boorvloeistoffen respectievelijk beton en aanbevelingen gedaan voor verbetering van de MCF t.b.v. deze toepassingen.

Om de reologische eigenschappen van MCF optimaal te kunnen benutten dient het goed gedispergeerd te zijn: wel een netwerk, maar geen agglomeratie/klitten van vezels. Na mechanisch ontwateren van MCF ten behoeve van transport en opslag is in eerste instantie high shear activatie nodig om de MCF goed te dispergeren. Om MCF gemakkelijker verwerkbaar te maken hebben Cosun en WFBR verschillende series proeven gedaan om zogenaamde easy-to-disperse (ETD) MCF verder te ontwikkelen. Dit heeft geresulteerd in enkele proofs-of-principle voor zowel toepassing in beton als in boorvloeistoffen, waarbij de mate van ETD is bepaald door reologische analyses. Aan de hand van de morfologie van de ETD monsters is achtergrondkennis verkregen over de werking van de verschillende ETD benaderingen.

Deze monsters zijn door Cebo en Cugla, in samenspraak met Mebin, verder geanalyseerd voor toepassing in boorvloeistoffen en beton, resulterend in nieuwe aanbevelingen voor verbetering van MCF t.b.v. deze toepassingen.

Voor succesvol gebruik in de beoogde toepassingen blijken intensievere aanpassingen/modificaties van het MCF-product nodig dan verwacht. WFBR en Cosun hebben onderzoek gedaan naar oppervlaktemodificatie van MCF en het effect daarvan op de eigenschappen van MCF: dispergeerbaarheid, dispersiestabiliteit, etc. O.a. op basis van ervaring bij WFBR met de extrusie van grovere agrovezels is een opschaalbaar extrusieproces ontwikkeld voor de oppervlaktemodificatie van MCF. Tenslotte zijn enkele reeksen gemodificeerde MCF monsters gemaakt. Hierbij is het effect van procesvariabelen op de MCF eigenschappen onderzocht: substitutiegraad, kristalliniteit, oppervlaktelading, morfologie, reologie en mate van

easy-to-disperse. Geconcludeerd wordt dat gemodificeerd MCF duidelijk eenvoudiger disperseert en een stabielere dispersie geeft, beide gerelateerd aan een verhoogde oppervlaktespanning en dat het MCF vergelijkbare morfologische en reologische eigenschappen heeft als standaard MCF. Toepassingstesten bij Cebo laten zien dat de eigenschappen van gemodificeerd MCF duidelijk verbeterd zijn.

De directe toevoeging van MCF aan papier is onderzocht. Het is gedemonstreerd dat MCF tot versterking van papier leidt, maar dat het economisch niet haalbaar is. Daarnaast is MCF ook toegevoegd aan een processing fluid waarbij de eigenschappen van de coating verbeteren door toevoeging van MCF. Deze functionaliteit en eigenschappen blijken heel interessant en gaan verder onderzocht worden.

*Wat is het effect hiervan en voor wie?*

De resultaten hebben tot dusverre niet geleid tot concrete commerciële interesse van de industriële partners. Wel hebben de partners (Cosun, Cebo, Cugla, Mebin en WFBR) veel inzicht gekregen in de mogelijkheden en beperkingen van MCF in dispersietoepassingen. Met name de kennis over de specifieke fundamentele eigenschappen van MCF uit bietenpulp opgebouwd in dit project heeft tot betere begripsvorming van de werking van MCF in andere applicaties buiten de scope van dit project geleid. Cosun heeft hier voordeel van in (het bereiken van) samenwerking met andere industriële partners die werken aan deze applicaties.

*Wat is niet conform het oorspronkelijke plan opgeleverd en waarom niet?*

Uiteindelijk hebben de industriële partners in dit TKI-project de behaalde resultaten onvoldoende geacht om pilot schaalproeven uit te voeren. Conform een update in het werkplan 2018 zijn D1.6 en D1.9 over toepassing in industriële verdikkingsmiddelen en composieten uiteindelijk niet opgeleverd i.v.m. belang van focus op de ontwikkeling van de oppervlaktemodificatie.

**Deliverables** (geef een korte beschrijving per projectdeliverable en hun doelgroep)

Een wetenschappelijke publicatie over de oppervlaktemodificatie van MCF met behulp van reactieve extrusie is in voorbereiding, evenals een artikel in een vakblad.

De globale resultaten van het project zijn gegeven onder het bovenstaande kopje 'Resultaten'. Gedetailleerdere resultaten zullen gepubliceerd worden in de wetenschappelijke publicatie en het vakbladartikel; het geven van gedetailleerdere resultaten nu zou deze publicaties hinderen.

**Aantal opgeleverde producten** (geef in een bijlage de titels en/of omschrijvingen van de producten of een link naar de producten op andere openbare websites)

Wetenschappelijke artikelen	Rapporten	Artikelen in vakbladen	Inleidingen/workshops
1, in voorbereiding		1, in voorbereiding	Presentatie: Roadmap BbE in TKI-A&F, 28-9-2016

**Bijlage: Titels/omschrijvingen van alle producten of een link naar deze producten op de projectwebsite of andere publieke websites**

**Presentatie: Roadmap BbE in TKI-A&F, 28-9-2016.**

<http://edepot.wur.nl/395129>

Projectinformatie van het project 'AF14268 Extractie en valorisatie van microcellulose-vezels uit bietenpulp', <https://www.wur.nl/nl/Onderzoek-Resultaten/Onderzoeksprojecten-LNV/Expertisegebieden/kennisonline/Extractie-en-Valorisatie-van-microcellulose-vezels-uit-bietenpulp-1.htm>

<https://topsectoragrifood.nl/project/extractie-en-valorisatie-van-microcellulose-vezels-uit-bietenpulp/>