

Het onderstaande project TEEI217004 is uitgevoerd met subsidie van het Ministerie van Economische Zaken, Nationale regelingen EZ-subsidies, Topsector Energie uitgevoerd door Rijksdienst voor Ondernemend Nederland.

Programmaliijn 3. Circulariteit
Terugwinning van waardevolle componenten uit reststromen

Radiale chromatografie: verwijderen componenten uit suikerstromen

Openbare samenvatting

De Nederlandse voedingsmiddelen- en biobased industrie heeft behoefte aan chromatografische processen met een lage CAPEX en OPEX. Zoals bijvoorbeeld in het ISPT project '*Generic technology development for membrane bioreactors and Detoxification of lignocellulosic hydrolysates*' waar suikerstromen zijn geproduceerd waaruit adsorptie toxische en anti-nutritionele componenten moeten worden verwijderd omdat deze een verdere verwerking van de suikerstropen hinderen of een waardevol product in op zich zelf zijn.

Kostenberekeningen tonen aan dat de verwijderingskosten een aanzienlijke kostenfactor zijn (40 – 60 €/ton suiker), terwijl de prijsrichtlijn vanuit de industrie 180 €/ton suiker is. Voor de toepasbaarheid van alternatieve suikerstromen is het essentieel dat de verwijdering en eventuele winning van toxische, anti-nutritionele factoren (ANF) economisch rendabel is. Deze kosten-baten berekeningen tonen ook aan dat de haalbaarheid in belangrijke mate afhankelijk kan zijn van de hoeveelheid en levensduur van het hars en het gebruik van chemicaliën. Met radiale kolommen van Proxcys, en de mogelijkheid om daarmee kleine harsen toe te passen, kunnen chromatografische processen factoren worden verkleind. Bovendien hebben radiale kolommen van Proxcys als voordeel dat het doodvolume klein is waardoor vooral tijdens de regeneratie het hars effectief in contact wordt gebracht met de chemicaliën.

Het project omvat de volgende stappen:

- Werkpakket 1. Het regeneratie protocol, en daarmee het chemicaliën gebruik, optimaliseren
- Werkpakket 2. Levensduur van een kenmerkend hars (~ 200 cycli) vast te stellen
- Werkpakket 3. De voordelen van een radiale boven een axiale kolom te kwantificeren voor deze toepassing

Werkpakket 1 – Chemische stabiliteit

De chemische stabiliteit is onderzocht op een drietal harsen, Amberchrom XAD (~75µm), Amberlite XAD16 (~600µm) en Diaion UBK510L (~300µm), geschikt voor proces-kolomchromatografie. De backbone van deze harsen is ongefunctionaliseerd PolyStyreen-DiVinyl Benzeen (PS-DVB). Deze voorselectie is gedaan op basis van eerdere ervaring van de partners.

Als referentie ‘fouling reagent’ zijn enkele van componenten van de geplande feeds gebruikt, onder andere:

- Ethyl-butyrate, 2-methoxy-4-vinylphenol, limolene (uit sinaasappelsap - Riedel)
- Polyfenolen (uit bladeiwitextractie – Green-Protein)
- Aromatische componenten zoals p-coumarine zuur, Iso-ferulic zuur, benzoëzuur, syringaldehyde, 4-OH-benzaldehyde en vanilline (uit biomassa hydrolysaat – Riedel & Green-Protein)

In WP1 met een duur van ca. 2 maanden, is bepaald of harsen onder de gegeven condities stabiel zijn door verificatie van het verloop in Water Holding Capacity, deeltjesgrootte verdeling en het effect van zwellen en/of breuk van hars beads. Hierbij zijn de resultaten vergeleken bij een incubatie van enkele uren tot een periode van zes weken onder verschillende concentraties van de geselecteerde chemicaliën, dit alles bij kamertemperatuur (20°C).

Voor de reiniging zijn enkele, voor de voedingsmiddelenindustrie toegelaten, milde reinigingsmiddelen gebruikt. Zowel varianten ten behoeve van eiwitreiniging (NaOH) als die voor het verwijderen van de meer apolaire aromatische verbindingen zijn getest (P3/oxonium).

Werkpakket 2 – Procescondities en duurttest

Met referentie naar de doelstelling, de beschikbare ervaring in de bovenstaande tests is middels fouling met zuivere contaminanten en de milde reiniging een regeneratieprotocol opgesteld voor het hars van de keuze: Amberchrom XAD (~75µm). Dit adsorbent is in voor WFBR-beschikbare Axiale kolommen gepakt en uitgevoerd. Reeds beschikbare referentiedata waarmee de uitslag van het regeneratieprotocol eenvoudiger als toereikend en effectief kon worden beoordeeld hebben de doorslag gegeven voor een keuze in het voordeel van de axiale kolommen waarin deze test zijn uitgevoerd.

De onderliggende aanvullende argumentatie om de regeneratietesten met axiale kolommen te kunnen doen zonder afbreuk aan de oorspronkelijke doelstelling was, dat er voor deze chemische interactie geen verschil werd verwacht tussen Axiaal en Radiaal en zoals boven aangegeven de kolommen direct beschikbaar waren.

Vervolgens zijn deze kolommen ook ingezet in de duurttest. De effectieve levensduur van het proces is bepaald door de kolom te vervuilen met product (gefilterd sinaasappelsap) en vervolgens te reinigen met de regeneratieoplossing. Een cyclus bestaat uit:

- 20 kolom volumes beladen met micro-gefiltreerd sinaasappelsap
- 4,5 kolom volumes spoeling met RO-water
- 5 kolom volumes spoeling met de milde reinigingsmiddelen
- 3 kolom volumes spoeling met RO-water

Helaas bleek al na ca. 80 cycli dat de regeneratie bij geen van de 3 middelen effectief genoeg was om de bindingscapaciteit te stabiliseren op een bruikbaar (economisch) niveau. Distributie coëfficiënt, chromatografische efficiëntie en de selectiviteit namen continu af.

Mede ook doordat de deadline van het project reeds was benaderd met de bovenstaande experimenten, is in samenspraak met de teamleden afgezien van de vervolgttest waarbij de invloed van een radiale geometrie zou worden getest. De vervuiling lijkt zich te concentreren op een interactie van kleine moleculen en daarmee is de kans dat een radiale geometrie significante verschillen laat zien zeer klein. De duur van WP2 was effectief ruim 5 maanden.

Werkpakket 3 – Economische haalbaarheid

Gezien het falende resultaat van de cyclische experimenten, waarbij de effectiviteit van het hars in alle 3 van de gekozen reinigingsmiddelen veel sneller dan verwacht (gehoopt) verminderde, is de duurttest na 83 van de beoogde 200 cycli vroegtijdig afgebroken. Doorgaan had geen meerwaarde omdat de snel afnemende resultaten een industriële inzet van het gekozen hars onrendabel maakten. De gekozen milde reinigingsmiddelen konden onder de gegeven complexe omstandigheden, niet het beoogde doel benaderen.

Nader onderzoek naar de oorzaak naar het onvermogen van de geselecteerde milde schoonmaakmiddelen om ook in de complexe omstandigheden effectief te zijn, zal moeten worden uitgevoerd om een herhaling van de experimenten met een ander hars en/of regeneratieregime te kunnen uitvoeren. De stap naar een radiale geometrie zal vervolgens de robuustheid van de processen zeker ten goede komen, alsook zal de compacte vorm bijdragen zodat chromatografie als techniek betaalbaar en bruikbaar wordt. Voorop staat echter het vinden van een geschikt hars/schoonmaakregime.

Disseminatie:

Resultaten van het project zijn gepresenteerd in een besloten netwerk van het ISPT (NL-Guts) middels een eindpresentatie in combinatie van WFBR (Paul Bussmann) en Proxcys (Marcel Raedts) op 3 September 2019 bij Shell in Amsterdam Noord. De doelstelling van het experiment werd onderschreven en men zag de potentie van de technische mogelijkheden van de radiale techniek.

Vanwege de teleurstellende uitkomsten van het onderzoek zijn er verder geen vervolgstappen gedefinieerd. Wel worden er contacten gelegd met relevante groepen (ook binnen NL-Guts) om case studies te bespreken met fundamenteel vergelijkbare vraagstelling, waar HP-RFC wel als oplossing zou kunnen dienen.

Nadere informatie is op te vragen bij:

PROXCYS B.V.

Contactpersoon: Marcel Raedts
Telefoon: +31 591 677 447
Adres: Bedrijvenweg 4 | NL-7833 JH Nieuw Amsterdam
Website: www.proxcys.com