

# DOPS' DCI Verkenningen

Resultaten van het onderzoek en de werkzaamheden uitgevoerd in het kader van de P>Act Plastic Challenge 2021

Sleutelwoorden: Ovenproeven, retort, DCI™, dichtheid, foto, analyse, ervaringen

Documentnaam: DRT Rapport P>ACT challenge 2021

Documentnummer: DRT\_2022\_DRT00000\_2.6\_R\_PZH

Datum eerste publicatie: 19 oktober 2022

Datum revisie: negen november 2022

Mede mogelijk gemaakt door:



# 1 Inhoudsopgave

2	Introductie .....	2-5
2.1	Introductie voor het rapport .....	2-5
2.2	Introductie DOPS Recycling Technologies en introductie van het DCI-proces.....	2-5
3	Deel 1, de proeven.....	3-7
3.1	Het projectvoorstel .....	3-7
3.2	De onderzoeksvragen .....	3-8
3.3	De opstelling .....	3-9
3.3.1	De oven .....	3-9
3.3.2	De retorts .....	3-9
3.3.3	Zuurstof in de oven .....	3-10
3.3.4	Temperatuurmetingen .....	3-11
3.4	De samples .....	3-11
3.5	Gevolgde procedure .....	3-12
3.6	Gasanalyses.....	3-13
3.7	Analyses van het vaste residu.....	3-13
3.8	Resultaten .....	3-14
3.8.1	RWZI Slib .....	3-14
3.8.2	Gemengd verpakkingsplastic .....	3-15
3.8.3	Gealuminiseerde kartonverpakkingen .....	3-15
3.8.4	Afgedankte printplaten.....	3-16
3.8.5	Scrubber sludge A .....	3-16
3.8.6	Scrubber sludge B .....	3-18
3.8.7	Silica korrels .....	3-18
3.8.8	HDPE-korrels .....	3-19
3.8.9	Polystyreen .....	3-19
3.8.10	Polycarbonaat .....	3-19
3.8.11	Polypropyleen .....	3-20
3.8.12	Gemengd plastic restant.....	3-20
3.8.13	CR-39.....	3-21
3.8.14	Brillen .....	3-22
3.8.15	Verf.....	3-23
3.8.16	Glasvezelversterkt epoxy .....	3-24
3.8.17	Creditcards en bankpassen .....	3-25
3.8.18	Papieren catalogus.....	3-25
3.8.19	Oud dakleer met leislag .....	3-26
3.8.20	Droge rijst.....	3-27
3.8.21	Kristalsuiker.....	3-28

3.9	Uitwerking van de thermokoppel metingen .....	3-28
3.10	Conclusies van de analyses van de vaste stof.....	3-29
3.11	Synthese, wat hebben we geleerd .....	3-33
4	Deel 2: Ervaringen opgedaan en Lessons Learned .....	4-39
4.1	Doelstellingen P>ACT .....	4-39
4.2	Betekenis voor DOPS Recycling Technologies .....	4-39
4.3	Lessen voor onszelf .....	4-39
4.4	Disruptie versus geleidelijke ontwikkeling .....	4-40
4.5	Bijsturen of draaien .....	4-41
4.6	Ontwikkeling van netwerk .....	4-42
4.7	Pitchen en de gevolgen van publieke aandacht .....	4-42
4.8	Lessen voor andere starters .....	4-42
4.9	Lessen voor de Provincie Zuid Holland .....	4-44
5	Nawoord .....	5-46
6	Bijlagen.....	6-47
6.1	Oorspronkelijke opdracht van P>Act .....	6-48
6.2	Projectvoorstel DOPS Recycling Technologies .....	6-53
6.3	Analyseresultaten van de vaste stoffen .....	6-56
6.4	Thermokoppel metingen .....	6-64

## Lijst met figuren

Figuur 1, schets DCI(TM) reactor uit patent .....	2-6
Figuur 2, de oven bij Gouda Refractories .....	3-9
Figuur 3, een retort met cylinder.....	3-10
Figuur 4, oven gevuld vlak voor aanvang opwarmen .....	3-10
Figuur 5, plaatsing thermokoppel in retort .....	3-11
Figuur 6, scherm foto van temperatuur metingen .....	3-11
Figuur 7, RWZI voor proef.....	3-14
Figuur 8, vast residu van RWZI-slib .....	3-15
Figuur 9, het te testen materiaal wordt verkleind .....	3-15
Figuur 10, Printplaat voor proef .....	3-16
Figuur 11, Printplaat na proef.....	3-16
Figuur 12, sludge voor proef.....	3-17
Figuur 13, scrubber sludge A na proef.....	3-17
Figuur 14, scrubber sludge B na proef.....	3-18
Figuur 15, scrubber sludge b na proef in bakje .....	3-18
Figuur 16, silica korrels voor proef .....	3-18
Figuur 17, silica korrels na proef.....	3-19
Figuur 18, polycarbonaat voor proef .....	3-20
Figuur 19, polypropyleen na proef .....	3-20
Figuur 20, gemengd plastic restant voor proef .....	3-21
Figuur 21, gemengd plastic restant na proef.....	3-21
Figuur 22, CR39 voor proef .....	3-22
Figuur 23, CR39 na proef .....	3-22
Figuur 24, brillen voor proef .....	3-23
Figuur 25, antifouling verf zoals het er voor de proef uitzag .....	3-23
Figuur 26, antifouling na proef .....	3-24
Figuur 27, epoxy met glasvezel voor proef.....	3-24
Figuur 28, epoxy met glasvezel na proef .....	3-24
Figuur 29, credit card en bankpassen na proef .....	3-25
Figuur 30, papier voor proef los .....	3-25
Figuur 31, papier voor proef in retort .....	3-25
Figuur 32, papier na proef .....	3-26
Figuur 33, dakleer voor proef .....	3-26
Figuur 34, dakleer na proef cylinder nog er op .....	3-27
Figuur 35, dakleer na proef zonder cylinder.....	3-27
Figuur 36, droge rijst na proef in retort.....	3-27
Figuur 37, droge rijst na proef in bakje.....	3-28
Figuur 38, suiker na proef .....	3-28
Figuur 39, grafiek gewichtsverlies monsters .....	3-30
Figuur 40, C-39 .....	3-34
Figuur 41, rijst .....	3-34
Figuur 42, schets LSR.....	3-38
Figuur 43, schets doorsnede LSR .....	3-38

## 2 Introductie

### 2.1 Introductie voor het rapport

Oktober 2021 heeft DOPS Recycling Technologies een prijs gewonnen van de Provincie Zuid-Holland in het kader van de P>Act Challenge. Dit rapport legt de resultaten vast van de werkzaamheden die in het kader van de P>ACT Challenge zijn uitgevoerd. Het rapport bestaat uit twee delen:

Deel 1: De vraagstelling die aan de proeven voorafging en de resultaten die met de proeven bereikt zijn. Dit deel bevat ook de conclusies van de proeven en wat deze voor het vervolg van de ontwikkelingen van het DCI-proces betekenen.

Deel 2: De Lessons Learned van DOPS ten aanzien van deze prijsvraag die mogelijk voor de provincie Zuid-Holland en/of voor toekomstige winnaars en andere startups van belang kunnen zijn.

### 2.2 Introductie DOPS Recycling Technologies en introductie van het DCI-proces

DOPS Recycling Technologies is een startup bedrijf, opgericht in april 2021, met als doel een nieuwe technologie, het DCI-proces, te ontwikkelen en op de markt te brengen. Het DCI-proces heeft als doel het verwerken van reststromen, "afval", tot nieuwe grondstoffen voor de chemische industrie. Het bedrijf kent vier oprichters (founders), alle vier met een technische achtergrond en een gezamenlijke ervaring van 80+ jaar in de zware industrie.

Op de website: [www.dops-rt.com](http://www.dops-rt.com) is meer informatie te vinden over het bedrijf.

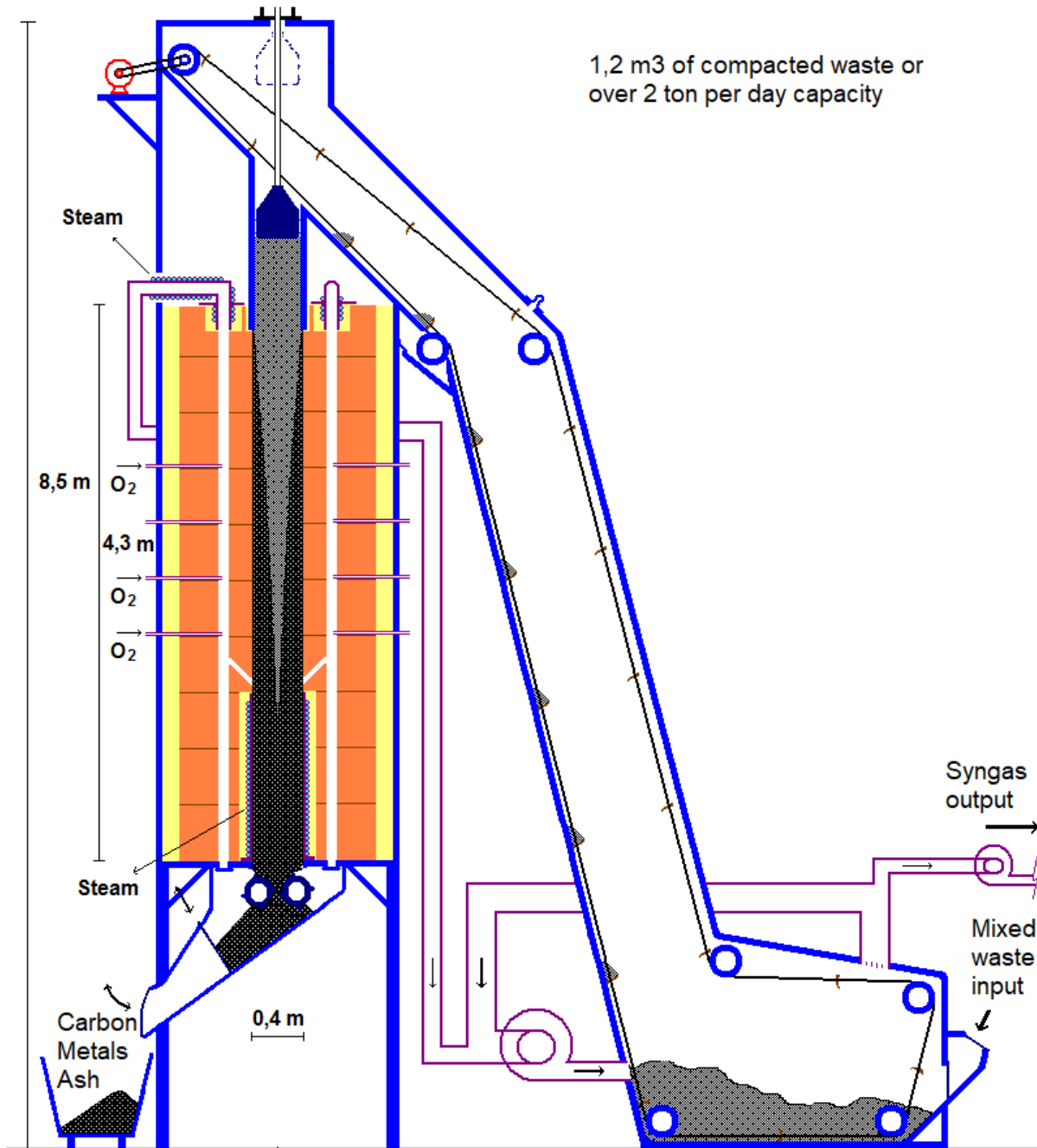
Het DCI-proces staat voor Direct Carbon Immobilization en is een passief, hoge temperatuur thermo-chemisch omzettingsproces. Met behulp van het DCI-proces worden koolwaterstoffen (uit plastic, papier of biomassa) omgezet in enerzijds een vaste koolstof-metalen-as massa en anderzijds een syngas. Dit syngas zal voornamelijk bestaan uit waterstof en koolmonoxide, aangevuld met eventueel stikstof en waterstof-halogeniden. Zowel de koolstof-metalen-as massa als het syngas zullen waardevolle grondstoffen zijn voor de chemische industrie.

Kenmerken van een DCI-reactor zijn de vuurvaste stenen waaruit de reactor is opgebouwd en de gekoppelde zones met elk hun eigen temperatuur en chemische reactie regime. De vuurvaste stenen maken de hoge temperatuur voor het proces mogelijk, hoger dan bij de meeste 'pyrolyse' processen. De vaste stof ondergaat een temperatuur net onder de smeltpunten van de meeste zouten, mineralen en van glas. In de vaste stof zone wordt geen zuurstof (of lucht) toegelaten waardoor een sterk reducerende atmosfeer ontstaat. In de gas zone kan op een hogere temperatuur gestuurd worden. Hier wordt gebruik gemaakt van partiele verbranding van het ontstane gas (of eventueel van elektrische verhitte). Door de koppeling van de twee zones, de combinatie in één structuur en de tegengesteld gerichte stroming van het gas wordt een optimale thermische efficiëntie bereikt.

Een ander kenmerk is de open schacht in het vuurvaste materiaal waar de te verwerken stoffen doorheen geduwd worden. Dit laat inhomogeen materiaal toe waar ook grote brokken en/of harde stenen of andere elementen in mogen zitten. De schacht kent een koele entree en, door de afkoelingszone onderaan de schacht, ook een koele uitrede. Hierdoor is het technisch niet complex om de schacht goed gasdicht af te sluiten.

Het gevolg van deze configuratie is dat een DCI-reactor naast homogene materiaalstromen gemengde, inhomogene en ongesorteerde vulling (feedstock) kan verwerken. Door de hoge temperatuur kunnen ook sterk vervuilde grondstoffen volledig afgebroken worden naar kleine, onschadelijke moleculen.

Figuur 1 geeft een mogelijke uitvoering van de reactor weer.



Figuur 1, schets DCI(TM) reactor uit patent

## 3 Deel 1, de proeven

### 3.1 Het projectvoorstel

In de zomer van 2021 schreef de provincie Zuid-Holland, onder de naam P>Act, een prijsvraag of challenge uit met als titel:

Challenge 2: vernieuwende oplossingen voor een circulaire plasticindustrie

De provincie stelt in haar vraag dat ze, onder andere, zoeken naar “Technische innovaties (bv chemisch recycling)”. Voorstellen moeten werken aan een concreet resultaat zoals bijvoorbeeld een pilot, prototype, onderzoek of bijeenkomsten.

De challenge was bedoelt voor: Startups, ondernemers, ..... en andere slimme koppen.

DOPS Recycling Technologies heeft voor deze challenge ingeschreven met het voorstel

“DOPS’ DCI-verkenningen”

DOPS Recycling Technologies was net vier maanden opgericht met als doel haar eigen technische innovatie, het DCI-proces, te ontwikkelen. Voor een pilot of prototype was het nog te vroeg. Bovendien was het maximaal te winnen bedrag niet toereikend om ook maar aan een prototype te denken. Het voorstel richtte zich dan ook op een onderzoek.

Kernpunt van het voorstel was een eerste verkenning van het DCI-proces. Dit was als volgt geformuleerd:

“Aantonen dat DOPS’ DCI™ techniek gemengde en vervuilde plastic stromen kan scheiden in ‘schoon’ syngas (als grondstof voor nieuwe chemische producten) en een vast residu waar metalen, mineralen en koolstof als waardevolle grondstoffen uit teruggewonnen kunnen worden.”

Voor DOPS waren de verkennende proeven met name ook gericht om onzekerheden in het proces in een vroeg stadium weg te nemen. Het ging hierbij om een aantal vragen die van belang zijn bij het beoordelen van de haalbaarheid van het proces en om keuzes te kunnen maken bij het verdere opschalen.

Het projectvoorstel dat we indienden voor de Plastic Challenge is bijgevoegd in Appendix 6.1 (*referentienummer voor het formulier is DOS-2021-0003878*)

Het projectvoorstel was gebaseerd op twee ovens die bij de TU-Delft bij de vakgroep 3ME aanwezig zijn. Dit was met de vakgroep en het toenmalige laboratorium hoofd besproken. Echter, het hoofd is met een burn-out thuis komen te zitten. Uiteindelijk wilde het hoofd van de vakgroep, ondanks herhaalde verzoeken en aanbieding voor aanvullende bijdrage van onze kant, de oven niet beschikbaar stellen. Dit had verschillende oorzaken:

- Gebrek aan capaciteit om de proeven te begeleiden (mede door de burn-out van het lab-hoofd);
- Extra vraag voor proeven in de betreffende oven vanuit de staalindustrie (reduceren met waterstof);
- Problemen met de kalibratie van de oven zelf.

We zijn toen op zoek gegaan naar alternatieve mogelijkheden.

- Via bestaande contacten zijn we in overleg gegaan met de afdeling Civiele Techniek. Hier was een hoge temperatuur oven aanwezig, echter niet direct beschikbaar en niet opgesteld in een ruimte waar de proeven praktisch uitvoerbaar waren. Het vrijkomende gas kon niet opgevangen worden en ook niet in de betreffende ruimte geloosd. Verder was deze oven niet gasdicht en waren er geen aanvullende temperatuur of gewichtsmetingen mogelijk.
- We hebben contact gezocht met het Keramisch Onderzoekslab bij Tata Steel in IJmuiden. Daar zijn verschillende ovens beschikbaar die wel gasdicht zijn en waar wel gedetailleerde temperatuur- en gewichtsmetingen mogelijk zijn. Na lang wachten werd ons uiteindelijk ook daar geen gelegenheid gegeven om onze proeven uit te voeren.

Uiteindelijk zijn we bij het bedrijf Gouda Refractories terecht gekomen. We hadden daar contacten vanwege de vuurvast-materialen die in een DCI-reactor toegepast zouden kunnen worden. Gouda Refractories heeft een onderzoekslaboratorium met verschillende ovens die de gewenste hoge temperaturen kunnen bereiken. In het lab zijn ook droog-, meng- en weegvoorzieningen aanwezig en kon men ons helpen aan geschikte en representatieve retorts ("bakjes" van vuurvast materiaal om in de oven te zetten). De aanwezige ovens waren echter ook hier niet gasdicht, noch was er de gelegenheid om het gas uit de monsters netjes op te vangen. Het niet gasdicht zijn betekende ook dat we niet konden voorkomen dat er nog zuurstof bij het materiaal kon komen.

Uiteindelijk hebben we het onderzoeksprogramma omgegooid en aangepast aan de mogelijkheden die het laboratorium van Gouda Refractories wel bood.

### 3.2 De onderzoeksvragen

De onderzoeksvragen die we met de experimenten wilden aantonen konden we dus niet richten op de samenstelling en hoeveelheid van het syngas dat zou ontstaan. We hebben ons dus vooral gericht op het gedrag van de vaste stof tijdens de opwarming en bij de gewenste hoge temperatuur. Vragen die we wel hoopten te beantwoorden zijn:

1. Hoe komt het vaste materiaal uit de reactor, vast of los?
2. Hecht het materiaal aan de vuurvaste stenen van de reactor?
3. Blijven er nog koolwaterstoffen achter in het vaste residu?
4. Hoeveel koolstof blijft achter in het vaste residu?
5. Wordt het vuurvaste materiaal aangetast door de stoffen die vrijkomen?
6. Zijn er nog andere effecten waar we rekening mee moeten houden?

Deze vragen hebben we uiteindelijk voor een brede range van invoer materialen getoetst.

Toelichting bij de vragen:

Ad 1) Van belang is het om te weten of het materiaal als 'los' materiaal uit de reactor komt of uiteindelijk één harde vaste klomp wordt. Los materiaal is makkelijk, zonder veel energiekosten of dure apparatuur, fijn te malen om vervolgens te zeven en te scheiden in verschillende fracties. Wordt het een harde vaste klomp dan zijn verdere nabewerkingsstappen noodzakelijk en wordt de definitieve uitvoering van een DCI-reactor complexer (en duurder).

Ad 2) Dit was één van de kernvragen die we hadden. Bij diverse alternatieve processen hebben we gezien dat aankoeken of aankolen en verstoppen van de reactor tot serieuze problemen heeft geleid. We hebben een technische oplossing voor dit probleem in beeld maar die zal ten koste gaan van de capaciteit van een reactor. Hechting van het materiaal aan representatief vuurvast materiaal is dus een belangrijk thema. Verkooling (carbonisatie) in harde vorm eveneens.

Ad 3) De waarde en de toepassingsmogelijkheden van het vaste residu worden sterk beperkt wanneer er nog koolwaterstoffen achterblijven. Dit zullen vaak de meer persistente en daarmee ongewenste (vervuilende) stoffen zijn. Het is dus van belang om te weten of ook echt alle vluchtige (koolwaterstof-) bestanddelen verwijderd worden tijdens het DCI-proces.

Ad 4) De theorie zegt dat een deel van de koolstof in de koolwaterstoffen als vaste koolstof moet achterblijven. De verwachting is dat alle koolstof die zich niet aan een (enkele) zuurstofatoom kan binden, om zo koolmonoxide te vormen, als vast koolstof in de retorts moeten achterblijven. De hoeveelheid moleculair gebonden zuurstof in het monster bepaald dan hoeveel koolstof in de gasfase komt en hoeveel er in de retort achter blijft.

Ad 5) Het is bekend dat bij pyrolyse en vergassing van vervuilde materialen bijvoorbeeld halogenen vrijkomen. Zeker samen met waterstof vormen dit agressieve, bijtende gassen. Bij lage temperaturen speelt dit al, bij de hoge temperaturen in onze reactor kunnen deze effecten de levensduur ernstig bekorten.

Ad 6) Twee effecten hadden we hierbij zelf in beeld.

Eén zorg was de permeabiliteit van het vaste residu in alle stadia van het proces. Het materiaal warmt geleidelijk op en daarbij komt gas vrij. Dit gas moet door het hete materiaal naar de koppelkanalen kunnen stromen. Als de permeabiliteit te zeer afneemt kan dit leiden tot drukopbouw in de reactor.



Een tweede zorg was mogelijke zwelling van het materiaal (en daarbij beschadigen van de vuurvaste stenen). Vanuit de cokesproductie praktijk in cokesovens weten we dat sommige materialen bij een bepaalde temperatuur kunnen gaan opzwellen. Dit treedt op wanneer er (veel) gas gevormd wordt in kleine belletjes terwijl het materiaal niet poreus is. Ook hierbij kan zich druk opbouwen.

Tenslotte zijn er nog de “onbekende unknowns”, effecten die kunnen optreden die niet vooraf voorzien werden maar die wel effect kunnen hebben op het ontwerp, de doorvoer capaciteit of de levensduur van een DCI-reactor.

### 3.3 De opstelling

#### 3.3.1 De oven

Bij Gouda Refractories konden we één oven in hun laboratorium gebruiken. Dit was een oven met gasafvoer onder een afzuigkap. De oven meet circa 40 x 40 x 40 cm en is van binnen volledig bekleed met vuurvast materiaal. De verwarmingselementen zitten (in groeven) in de zijwanden en in de deur van de oven. Hierdoor wordt het materiaal in de oven van vier kanten verwarmd en wordt een redelijke homogeniteit voor de temperatuur bereikt. Onderin de oven lag een dunne plaat van vuurvast materiaal op blokjes. Hierdoor komt er ook hete lucht onderin de oven en worden koude lekkages naar de bodem voorkomen. De oven kan een temperatuur bereiken tot 1100 °C.

De deur van de oven werd met klemmen gesloten op een poreuze vezelpakking. Ook heeft de oven een open ontluchting aan de bovenkant. Dit samen betekent dat de oven niet gas dicht te krijgen was en dat het gas tijdens het opwarmen van de oven al kon ontsnappen voordat de eindtemperatuur bereikt werd.

De besturing van de oven is een eenvoudige relais-sturing met terugkoppeling. Geconstateerd werd dat er in de oven een behoorlijke overshoot van de temperatuur plaatsvond (zie resultaten).



*Figuur 2, de oven bij Gouda Refractories*

Figuur 2, de oven. Zichtbaar zijn de gloeispiralen rondom, helemaal rechts op de foto zijn ook de spiralen in de ovendeur zichtbaar. Ook is de plaat onder in de oven met de lichtspleet daaronder goed te zien. Deze plaat moet koudebruggen naar de monsters voorkomen. In het midden van de oven staat één retort met daarin een sample en twee thermokoppels. In de hoek van de oven staat een kroes met kool-gries met als doel zoveel mogelijk zuurstof uit de ovenruimte weg te nemen.

#### 3.3.2 De retorts

Omdat de oven een grote ‘open’ ruimte vormde moesten we gebruik maken van een retort (en later meerdere retorts) om de te testen materialen in te houden. Gelukkig kon Gouda Refractories ons die ook leveren in de vorm van vuurvaste stenen waar een kern uitgeboord was. De boorgaten vormde zo de retorts, de uitgeboorde kernen een soort deksel. Die kernen boden de mogelijkheid om op het materiaal een lichte aandrukkracht uit te oefenen en het materiaal enigszins af te sluiten van de atmosfeer in de oven (zij het met een flinke kier).

De retorts hadden allemaal een binnen diameter van het gat van 56 mm en diepte van tussen de 57 en 62 mm. De kernen hadden een diameter van 50 mm. Rondom was dus een flinke kier open.



*Figuur 3, een retort met cylinder*

Figuur 3, een enkele retort. De vorm van de vuurvaste steen berustte op toeval, dit waren stenen met boorgaten die beschikbaar waren.

Het voordeel van de grotere oven en de losse retorts was dat we in één oven run meerdere samples tegelijk konden testen. Omdat we de gasfase toch niet representatief konden meten was er ook geen probleem dat het niet duidelijk zou zijn van welk monster welk gas afkomstig was.



*Figuur 4, oven gevuld vlak voor aanvang opwarmen*

Figuur 4: In deze opstelling zijn meerdere retorts tegelijk in de oven geplaatst. Daarnaast zijn er twee kroezen geplaatst, één met koolgries en één gevuld met RWZI slib (zie discussie onder resultaten). Tevens zijn de thermokoppels te zien die in (een deel van) de retorts geplaatst zijn.

### 3.3.3 Zuurstof in de oven

Als gezegd was de oven niet gasdicht. We hadden geen mogelijkheid een actieve inertisering op de oven aan te sluiten. Dit betekent dat er zuurstof bij de vaste stof kon komen en daarmee de reacties kon beïnvloeden. We hebben dit beperkt door met elke oven run een open retort bij te plaatsen gevuld met koolstof gries. De gedachte was dat de koolstof door de hoge temperatuur zou gaan oxideren en zo de aanwezige zuurstof zou wegvangen. Dit werkte wel maar toch slechts ten dele. Zie bij de resultaten voor verdere discussie.

### 3.3.4 Temperatuurmetingen

Gouda Refractories heeft ons een eenvoudig data acquisitie systeem beschikbaar gesteld waarmee we meerdere thermokoppels konden aansluiten. We hebben deze gebruikt om de actuele temperatuur in de oven en in de monsters (en soms op meerdere plaatsen in één monster) te meten.



Figuur 5, plaatsing thermokoppel in retort

Figuur 5. Voorbeeld van een thermokoppel, na een oven run, dat min of meer in het midden van een retort de temperatuur meet.

Helaas was het systeem (oude laptop, oud data acquisitie systeem) in het begin instabiel en zijn niet alle data goed opgeslagen. Tijdens de proeven gaven de thermokoppels wel een duidelijke indicatie van de echte temperaturen in de monsters en konden we bepaalde effecten waarnemen.



Figuur 6, scherm foto van temperatuur metingen

Figuur 6. Voorbeeld van de registratie van de temperaturen door de thermokoppels.

## 3.4 De samples

Door de losse retorts in de ovenruimte konden we, na de eerste voorzichtige verkennende runs, meerdere samples gelijktijdig verwarmen. We hebben hier gebruik van gemaakt door een bredere range van materialen te testen dan oorspronkelijk gepland. Tabel 1 geeft de materialen die we getest hebben, inclusief hun herkomst. We hebben gekozen voor zowel een aantal schone “mono”-materialen als diverse mengsels of samengestelde materialen zoals die in “afval” voor kunnen komen.

De grootte van de samples was door de retorts die we konden gebruiken beperkt, de retorts maten 150 cm<sup>3</sup> maar na licht aandrukken zat erin veel gevallen nog minder materiaal in de retorts. Van diverse materialen hebben we meerdere samples getest (om ook materiaal voor analyses te verkrijgen). Bij vrijwel alle oven-runs hebben we gedroogd RWZI slib laten meedraaien, omdat dit een mooi referentie materiaal leek en we er genoeg van hadden.

In het hoofdstuk met de resultaten worden de monsters nog verder beschreven.

Nr.	Beschrijving	Herkomst
01	RWZI slib, gedroogd	Waterschap Limburg Zuid
02	Gemengd PMD afval	Uit eigen huishouding verzameld en kleingemaakt
03	Gealuminiseerde kartonverpakkingen	Uit eigen huishouding verzameld en kleingemaakt
04	Afgedankte printplaten	Zelf verzameld en kleingemaakt
05	Scrubber sludge A	Via contact haven Antwerpen
06	Scrubber sludge B	Via contact haven Antwerpen
07	Silica korrels	Dieren winkel, kattenbak vulling
08	HDPE korrels	Restant van spuitgiet bedrijf (Promolding)
09	Polystyreen korrels	Restant van spuitgiet bedrijf (Promolding)
10	Polycarbonaat	Restant van spuitgiet bedrijf (Promolding)
11	Polypropyleen	Restant van spuitgiet bedrijf (Promolding)
12	Mixed restplastic	NTCP
13	CR39 brillenglas thermoharder	Van Recycle onderzoek bij TU Delft
14	Complete brillen gesnipperd	Van Recycle onderzoek bij TU Delft
15	Aangroeiwerende verf (International)	Eigen restant
16	Glas-epoxy-lijm (windmolen simulatie)	Eigen verzameling
17	Creditcards en bankpassen	Eigen verzameling
18	Papieren catalogus	Eigen verzameling
19	Oud dakleer met leislag	Eigen verzameling
20	Droge rijst	Supermarkt
21	Kristal suiker	Supermarkt

Tabel 1, overzicht proeven

### 3.5 Gevolgde procedure

Van alle materialen waar genoeg van aanwezig was zijn samples bewaard van het materiaal voor de testen. Het materiaal is gefotografeerd en bewaard.

In principe waren alle materialen droog, behalve de aangroeiwerende verf, deze was deels uitgehard, deels nog vloeibaar. Het RWZI-slib was voorgedroogd. We hebben één monster in een droogoven gezet en er bleek nog 12 procent vocht in te zitten. De andere monsters zijn met vocht in de oven geplaatst.

Bij alle proeven zijn de retorts gewogen voor en na het vullen. Hiermee was het gewicht van het monster bepaald. De retorts verschilde iets van elkaar met betrekking tot de diepte van het boorgat en daarmee van inhoud. De diepte is steeds gemeten en daarmee was de inhoud en het soortelijk gewicht van het monster bepaald. Door het terugplaatsen van de boorkern op het monster en deze ligt aan te drukken zijn de monsters licht "gecomprimeerd". De diepte van indrukking is gemeten en daarmee ook het soortelijk gewicht na compressie.

De aldus klaargemaakte retorts zijn in de oven geplaatst. De eerste keer één, de volgende keren twee en daarna steeds vier tegelijk. Een aantal keer is er in de retort (tussen de kern en de wand doorgestoken) een thermokoppel aangebracht. Bij een aantal monsters zijn twee thermokoppels aangebracht: Eén langs de rand van de retort (tegen de steen aan) en de ander met een knik zodanig dat het koppel punt dicht bij het midden van de retort lag.

Nadat de thermokoppels gecontroleerd waren en de oven gesloten werd het programma gestart.

Voor alle oven-runs hebben we hetzelfde programma gebruikt. Dit bestond uit:

- Een opwarm ramp vanaf kamertemperatuur met 250 °C per uur naar 1000 °C;
- Een 'dwell' tijd waarbij de temperatuur 1 uur op 1000 °C gehouden werd;
- Een natuurlijke afkoeling die met ongeveer 100 °C per uur begon en later afvlakte naar 50 °C en minder. Bij een temperatuur van ongeveer 100 °C is steeds de oven deur opengezet om het laatste stukje van de afkoeling te versnellen.

Na afkoeling van de oven zijn de monsters opnieuw gefotografeerd, gewogen en is het volume van het residu opgemeten of geschat. Tenslotte zijn de residuen uit de retorts genomen en in afgesloten bakjes bewaard en nogmaals gefotografeerd. Een selectie is naar laboratoria gestuurd voor chemische analyse, waarover later meer.

### 3.6 Gasanalyses

Analyses van de ontsnappende gassen was met de oven die ons ter beschikking stond niet praktisch haalbaar. De oven zelf was niet gasdicht waardoor de atmosfeer in de oven mede beïnvloed werd door lekkage van lucht (met zuurstof) in de oven. Het was ook niet mogelijk om de oven, zonder verdere aanpassingen, te inertiseren. Ook het nemen van monsters alleen op een (hete) ontluchtungsuitgang was niet eenvoudig zonder aanpassingen uitvoerbaar. Een voor de hand liggend meetsysteem zou met een verlengde uitlaat moeten werken waardoor enige lengte voor een passerende laserstraal gecreëerd kon worden. Tenslotte kwamen de vrijkomende gassen sterk verdund bij de ontluchting terecht.

Het meten van de samenstelling van de ontsnappende gassen zou ook geen representatief beeld geven: Omdat we in batches werkten waarbij de oven steeds opnieuw opgewarmd werd ontsnapten er al bij lagere temperaturen gassen uit de monsters. Omdat de oven verder nog niet heter was kwamen deze vroeg ontsnappende gassen niet door een zone met de beoogde echt hoge temperaturen. Hierdoor zou het vaste materiaal wel al pyrolyseren maar het vrijgekomen gas niet (volledig) verder afbreken. De vrijkomende gassen zouden dus in geen enkel opzicht representatief zijn voor het syngas dat wij met het DCI-proces beogen te produceren.

Het niet analyseren van de vrijkomende gassen maakte het ons wel mogelijk om verschillende samples gelijktijdig te testen. Hierdoor waren wij in staat om binnen ons budget meerdere materialen te testen en van een aantal materialen ook meerdere samples te verkrijgen.

### 3.7 Analyses van het vaste residu

Voor twee onderzoeksvragen was het van belang om het vaste residu verder te analyseren:

- Blijven er nog koolwaterstoffen achter in het vaste residu bij de temperaturen die wij in ons proces hanteren (vraag 3)?

en

- Hoeveel koolstof blijft er achter in het vaste residu (vraag 4)?

Analyseren van het vaste residu was ook een middel om de route van het analyseren van onze residuen vast goed in beeld te krijgen. Het had in eerste instantie nogal wat voeten in aarde om een geschikt laboratorium te vinden. De route via de TU Delft bleek in de praktijk lastig, er werden maar af en toe runs gedaan en het was moeilijk in te plannen. Ook was de capaciteit te kort. Uiteindelijk zijn twee verschillende mogelijkheden naast elkaar geprobeerd, een via een startup die de faciliteiten van de Universiteit Amsterdam benut, de ander via een commercieel bureau (TLR International Laboratories).

### 3.8 Resultaten

In deze paragraaf zullen eerst de resultaten per sample-type beschreven worden. Na de beschrijving van alle resultaten per sample zullen er per thema, aan de hand van de onderzoeksvragen en waargenomen verschijnselen, conclusies getrokken worden.

#### 3.8.1 RWZI Slib

Primair RWZI-slib (Riool Water ZuiveringsInstallatie slib) is het bezinksel dat achterblijft na de eerste (aerobe) vergisting van rioolwater. Het zuiveringsslib bestaat uit gesuspendeerde bezinkbare bestanddelen en door groei overbodig geworden actief slib (bacteriemassa). In Nederland wordt er ongeveer 1,4 miljoen ton per jaar geproduceerd dat voor het grootste deel in speciale verbrandingsovens verbrand wordt. Hierbij komt ongeveer 500.000 ton CO<sub>2</sub> vrij en vrijwel geen energie (de meeste energie is nodig om het slib te drogen). Het slib bestaat uit biomassa van de bacteriën massa vermengd met cellulose (afkomstig van papier), fijne plastic deeltjes (microplastics), mineralen en verder vervuild met (zware) metalen, medicijnresten en sporen van PFAS. Het DCI-proces zou een goede methode zijn om het slib te verwerken. Daarbij zou de CO<sub>2</sub> uitstoot aanzienlijk lager worden en zouden de persistente stoffen beter afgebroken worden dan nu het geval is. Voor toepassing van het DCI-proces moet er ook wel nog een droogstap in het proces opgenomen worden. Dit kan voor een deel met de restwarmte die in het DCI-proces vrijkomt.

Onze slibmonsters kwamen van het Waterschapbedrijf Limburg. Het was al voorgedroogd. In deze vorm wordt het slib verbrand in cementovens in Duitsland.



*Figuur 7, RWZI voor proef*

Figuur 7 geeft het materiaal voor verwerking. Het is een fijnkorrelige licht bruingroen-grijze massa met een sterke organoleptische signatuur (in gewoon Nederlands, het stinkt behoorlijk).

Het soortelijk gewicht na lichte compressie (10%) varieerde van 0,55 tot 0,61 gr/cm<sup>3</sup>.

Figuur 8 geeft aan wat er aan vast residu overbleef. In gewicht betrof dit 41% tot 43% van de oorspronkelijke massa, ofwel een gewichtsafname van 57% tot 59% (inclusief het verlies van het nog aanwezige vocht). Het materiaal bleek los korrelig te zijn waarbij de korreltjes duidelijk kleiner waren dan voor de verhitting. De korreltjes vielen los uit de retort waarbij er praktisch niets achter bleef, er was geen enkele hechting aan de wand. De korreltjes zelf zijn makkelijk te verpoederen tussen duim en wijsvinger. De korreltjes waren voor het overgrote deel donkergrijs. Echter, bovenin bevond zich een ringvormige zone waar de korrels licht- tot roodbruin waren. Zie Figuur 8. Ook in een verticale doorsnede was dit een zone die alleen aan de bovenrand zichtbaar was. De verklaring voor deze verkleuring is dat RWZI-korrels langs de bovenrand van het materiaal zuurstof hebben gezien en het in het residu aanwezige ijzer geoxideerd is. Wij vermoeden dat dit gebeurd is tijdens het afkoelen van de oven. Door krimp van de lucht, wordt er verse zuurstof de oven in getrokken. Dit heeft langs de kern het bovenste deel van het materiaal geoxideerd.

In de retort is ook te zien dat deze zelf verkleurd is. Bovenin lichtbruin, onderin meer wittig, lichtgrijs.

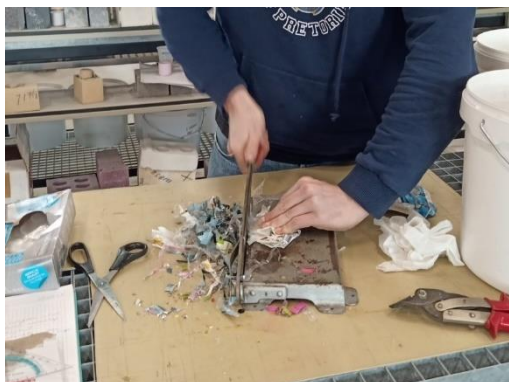


*Figuur 8, vast residu van RWZI-slib*

Figuur 8. Het vaste residu van het RWZI-slib, nog onaangeroerd in de retort

### 3.8.2 Gemengd verpakkingsplastic

Het gemengde plastic verpakkingsafval is afkomstig van eigen PMD afval dat in de gemeente toch al apart ingezameld wordt. We hebben de individuele flacons, bakjes, pakken en folies met een fotosnijder in snippers geknipt en gemengd om zo een zo gevarieerd mogelijk mengsel te krijgen, zie Figuur 9.



*Figuur 9, het te testen materiaal wordt verkleind*

Figuur 9 geeft het materiaal voor verwerking.

Bij gewoon vullen was de dichtheid in de retort  $0,19 \text{ gr/cm}^3$ . Na lichte compressie  $0,35 \text{ gr/cm}^3$ .

Na omzetting bleef er slechts een zeer geringe zeer fijne as-achtige massa over, wit van kleur. Slechts 4% van het gewicht van het materiaal bleef over, het restvolume en daarmee de dichtheid viel niet nauwkeurig te bepalen maar de dichtheid van het residu leek nog minder dan de dichtheid voor omzetting. Het materiaal was volledig los van de retort en kon met een kwastje afgeveegd worden.

We verwachtten dat er in het residu nog aluminium zou voorkomen. Door de toch aanwezige zuurstof zal al het aluminium volledig geoxideerd zijn en vermoedelijk een flink deel van de massa van de as uitmaken. Van de verwachte koolstof in het residu was niets terug te vinden. Hier komen we in de synthese uitgebreider op terug.

### 3.8.3 Gealuminiseerde kartonverpakkingen

De gealuminiseerde kartonnen pakjes waren voornamelijk van tomatenpuree en tomatenblokjes, ook zelf verzameld uit het eigen huishouden en evenals het PMD zelf kleingemaakt en gemengd. Ook hier was de vraag wat er over zou blijven van dit materiaal.

De dichtheid voor compressie was  $0,16 \text{ gr/cm}^3$ , de dichtheid na "compressie" was  $0,36 \text{ gr/cm}^3$ .

Ook van deze feedstock bleef na omzetting slechts een geringe hoeveelheid en zeer fijn materiaal over, en eveneens alleen een wit, asachtig mengsel. Ook dit materiaal vertoonde geen enkele hechting met het vuurvast materiaal van de retort. We verwachtten in het residu aluminium (van de bekleding), koolstof en CaO aan te treffen (CaO ontstaat door thermische omzetting van  $\text{CaCO}_3$ , de kalksteen dat in heel fijne vorm als vulstof in de meeste soorten papier en

karton voor komt). Ook hier was van een koolstof residu niets terug te vinden. Het aluminium was volledig geoxideerd. De as zal voornamelijk uit een heel fijn mengsel van  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en  $\text{CaO}$  bestaan. De gewichtsafname was 84%, de soortelijke massa van het residu in ongestoorde vorm slechts  $0,06 \text{ gr/cm}^3$ .

#### 3.8.4 Afgedankte printplaten

Om het verwerken van elektronica afval te verkennen hebben we een printplaat van een oude computer, inclusief de er op gesoldeerde componenten, klein gemaakt en in een retort meegenomen met een van de test runs, zie Figuur 10. De dichtheid van het materiaal was voor "compressie"  $0,31 \text{ gr/cm}^3$  en na compressie  $0,49 \text{ gr/cm}^3$ .



Figuur 10, Printplaat voor proef

Na verwerking was er nog 55% (gewicht) van het materiaal over met een dichtheid van  $0,27 \text{ gr/cm}^3$ . Het was een brokkelige massa, vol met stukjes metaal en keramiek. Er leken ook nog snippers printplaat aanwezig maar deze vertoonde een bros en breekbaar karakter. Vermoedelijk zijn de printplaten met een fijn glasvezel weefsel versterkt en was dit wat de vorm nog in stand hield. Figuur 11 geeft een goed beeld. Voor dit monster hebben we het niet geanalyseerd maar ook hier leek er niets van koolstof of van enige koolwaterstof overgebleven. Ook hier was er geen hechting van het materiaal aan de zijwand. Het kostte enige overredingskracht om sommige delen van de bodem los te krijgen. Hier komen we bij de synthese op terug.



Figuur 11, Printplaat na proef

#### 3.8.5 Scrubber sludge A

Dit materiaal bestond uit een vettige, naar olie ruikende makkelijk kneedbare massa. Het is afkomstig van een uitlaatgas wasser zoals die tegenwoordig op grote zeeschepen wordt toegepast. Het was-residu wordt bij veel schepen nog op open zee geloosd. Echter, dit mag op steeds minder plaatsen en tegenwoordig wordt meer en meer van dit materiaal in ingedikte vorm ingezameld in de zeehavens die door de schepen worden aangedaan. Afhankelijk van de afgelegde afstand worden er per keer enkele tot een tiental tonnen materiaal aan land gebracht. Het materiaal bestaat uit roet, onverbrande aardolie resten (waaronder ook zwavel) en soms resten van katalysatoren of chemicaliën die in de reiniging van de hete uitlaatgassen worden toegepast. Figuur 12 geeft een beeld.

De dichtheid van het materiaal in de retort was  $0,66 \text{ gr/cm}^3$  voor en  $1,27 \text{ gr/cm}^3$  na compressie.





*Figuur 12, sludge voor proef*

Bij de ovenproef ontstond er, ondanks dat de oven onder een afzuigkap stond, al snel een behoorlijk penetrante stank van aangebrande olieresten. Na de omzetting was er nog 25% van het oorspronkelijke materiaal over. De dichtheid was afgenomen tot  $0,32 \text{ gr/cm}^3$ . Het materiaal was zwart met langs de bovenrand een bruine kleur, net zoals we dit bij het RWZI-slib zagen. Het leek uit een superfijne koolstofstructuur te bestaan die tussen de vingers vrijwel zonder enige kracht uit te oefenen volledig verpoederde. Het materiaal kwam volledig los van het vuurvast van de retort, die wel een verkleuring vertoonde. Zie Figuur 13.



*Figuur 13, scrubber sludge A na proef*

### 3.8.6 Scrubber sludge B

Scrubber sludge B had eenzelfde achtergrond als Scrubber sludge A, het kwam echter van een ander schip met andere gasreinigingstechnologie aan boord. Als substantie was het ook wat verder ingedikt en taaiër maar nog wel enigszins kneedbaar. De dichtheid van het materiaal voor verwerking maar ook weer met lichte compressie, was  $0,96 \text{ gr/cm}^3$ .

Scrubber sludge B werd samen met een tweede run met Scrubber sludge A verwerkt. Ook nu kwam er alweer vroeg in het proces een zeer penetrante stank vrij. Het was niet uit te maken of deze stank opnieuw van sludge A of ook van sludge B afkomstig was. Het residu was ook nu een voornamelijk donkergrijze, lichte massa die echter crèmekleurig - licht grijs verkleurd was aan de volledige bovenkant van het monster. Het materiaal was veel brokkeliger dan van sludge A, de brokjes waren wel steviger. De gewichtsafname was minder, 67%, en de dichtheid van het vaste residu iets hoger:  $34 \text{ gr/cm}^3$ . Ook deze keer viel het materiaal schoon uit de retort (die wel ook weer een verkleuring vertoonde).



*Figuur 14, scrubber sludge B na proef*

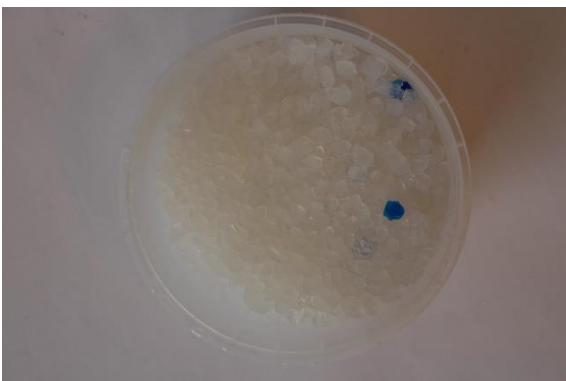


*Figuur 15, scrubber sludge b na proef in bakje*

### 3.8.7 Silica korrels

In de toekomst willen we mogelijk ook vloeibare chemicaliën verwerken. Dit zou kunnen als bijmenging met een vast residu of bijvoorbeeld met een absorberende vulstof zoals zaagsel of los geperste hout pellets. In beide gevallen meng je materiaal bij dat deelneemt aan de reacties en ook zelf gas en residu produceert. Een alternatieve oplossing is om de vloeistof te absorberen met behulp van "inerte" absorptie korrels. Om deze redenen wilden wij silica absorptiekorrels testen. Deze worden verkocht in dierenspeciaalzaken als kattenbakvulling.

Figuur 16 geeft de korrels weer voor omzetting. De dichtheid was, voor en na aanduwen,  $0,56 \text{ gr/cm}^3$ . Tussen de hagelwitte korrels bevond zich een enkel blauw exemplaar.



*Figuur 16, silica korrels voor proef*

Na omzetting was het volume ruim 60% afgenomen terwijl de gewichtsafname slechts 8% was. Het soortelijk gewicht daardoor toegenomen tot  $1,3 \text{ gr/cm}^3$ . Vermoedelijk komt de dichtheidstoename door vervorming van de korrels bij de toegepaste hoge temperatuur plastisch kunnen zijn geworden. De gewichtsafname verklaren wij door het verlies van geabsorbeerd water in de korrels. Alle korrels waren na verwerking nog steeds hagelwit, geen van de korrels had nog een blauwe kleur. De korrels vertoonde geen enkele hechting met het vuurvaste steen.

Nader microscopisch onderzoek moet nog uitwijzen of de korrels inderdaad alleen vervormd zijn of dat hun structuur veranderd is, en dat daarmee volume afname te verklaren is. Ook moet nog getest worden of het absorberend vermogen van de korrels ernstig is afgenomen of dat de korrels ook een tweede keer (en derde en vierde keer) gebruikt kunnen worden.



*Figuur 17, silica korrels na proef*

Figuur 17. De silica korrels na verwerking. Er zijn geen blauwe korrels meer. De witte splinters bovenin zijn het restant van de isolatie van de thermokoppels. De verkleuring van de retort is een gevolg van eerdere proeven.

### 3.8.8 HDPE-korrels

Om te onderzoeken wat er met de verschillende losse fracties in het plasticafval zou gebeuren hebben we ook een aantal mono-stromen verwerkt. Dankzij het bedrijf Promolding konden we restanten voedingsmateriaal en afgekeurde gietingen van hun spuitgiet machines testen. Een van deze stoffen was High Density Poly Ethyleen, een zeer veel gebruikte kunststof voor verpakkingsmaterialen. Het materiaal bestond uit mooie witte korrels, de dichtheid in de retort was  $0,59 \text{ gr/cm}^3$ .

Na omzetting bleek er helemaal niets van het materiaal in de retort achtergebleven. De retort was leeg en schoon. Bij de synthese komen we hier verder op terug.

### 3.8.9 Polystyreen

Net als met het HDPE-materiaal hadden we ook van polystyreen mooie, in dit geval enigszins transparante, korreltjes zoals die als voeding voor de spuitgietmachines worden toegepast. De dichtheid voor omzetting was  $0,72 \text{ gr/cm}^3$ .

Tijdens het opwarmen van de oven werd een duidelijke styreen-lucht geroken (technische zeilers die wel eens een bootje met polyester geplakt hebben herkennen deze lucht onmiddellijk). Na omzetting was er van het polystyreen ook helemaal niets achtergebleven in de retort.

### 3.8.10 Polycarbonaat

Het polycarbonaat was afkomstig van een mislukte persing van een product, eveneens afkomstig van Promolding. Het was samengesteld uit blauw en transparant polycarbonaat met alleen een paar kleine ringetjes van een andere kunststof. Het kleinkrijgen van het materiaal zodat het in onze mini-retorts zou passen viel nog niet mee. Met een hamer of kniptang lukte het niet. Met de hand zagen zou heel veel werk zijn. Uiteindelijk vonden we bij het NTCP (Nationaal Testcentrum Circulair Plastic) een professionele breker die het materiaal netjes versplinterde in kleine snippers. De dichtheid in de retort was  $0,44 \text{ gr/cm}^3$ .



*Figuur 18, polycarbonaat voor proef*

Na omzetting bleek ook van het polycarbonaat vrijwel niets over, minder dan 1%. Een minimaal beetje wit poeder restte van het materiaal, te weinig om een reële dichtheid te bepalen.

### 3.8.11 Polypropyleen

Van het polypropyleen hadden we gietresten ontvangen uit de kanaaltjes die het materiaal in de mal verdelen. Ons materiaal was blauw. Om het in kleine stukjes te krijgen hebben we dezelfde route gevolgd als die van het polycarbonaat. De dichtheid in de retort was  $0,41 \text{ gr/cm}^3$ .

Ook van het polypropyleen was, na de oven-run, niet veel terug te vinden. Er restte alleen wat fijne zwarte korreltjes (koolstof), te weinig om de dichtheid met onze middelen te bepalen. Er was verder geen hechting aan de wand of bodem, zie Figuur 19.



*Figuur 19, polypropyleen na proef*

Figuur 19, restant (koolstof) van het polypropyleen los op de bodem van de retort.

### 3.8.12 Gemengd plastic restant

Het gemengde plastic restant, mixed rest plastic, is een overblijfsel na het scheiden van plastic met mechanische middelen. Alle 'waardevolle' plastic deeltjes die met mechanische middelen goed te recyclen zijn waren hieruit verwijderd. Wat overblijft zijn vooral veel folie-achtige snippers, met lichte vervuiling (en dito lucht). Het materiaal was afkomstig van het NTCP (Nationaal Testcentrum Circulair Plastic). De dichtheid in de retort was  $0,20 \text{ gr/cm}^3$ , na lichte compressie  $0,47 \text{ gr/cm}^3$ .



*Figuur 20, gemengd plastic restant voor proef*

Na omzetting bleef van dit materiaal ook vrijwel niets over (3%), te weinig om een betrouwbare dichtheid te bepalen.



*Figuur 21, gemengd plastic restant na proef*

### 3.8.13 CR-39

CR-39, (poly-allyl diglycol carbonaat) is een kunststof die voornamelijk wordt gebruikt voor de productie van brillenglazen. Het is een thermoharder en zit wat betreft eigenschappen ergens tussen polycarbonaat en perspex in. We kregen materiaal dat overgebleven was van een onderzoek aan de TU Delft naar de mogelijkheid om brillen (glazen en monturen) te recyclen. Dat onderzoek is uitgevoerd in opdracht van een groot brillen en monturen bedrijf dat op zoek is naar de mogelijkheid ook brillen meer circulair te maken (oude brillen worden nu verbrand of gestort). In het onderzoek is gekeken naar thermolyse en naar chemolyse technieken. Het rapport is vertrouwelijk maar het lijkt erop dat de mogelijkheden om dit materiaal zinvol te recyclen met bestaande technieken niet echt haalbaar is. Het materiaal was al versnipperd. De dichtheid in de retort was  $1,1 \text{ gr/cm}^3$ .



*Figuur 22, CR39 voor proef*

Na omzetting was ongeveer de helft (49%) van het materiaal over. De dichtheid was toegenomen tot  $1,7 \text{ gr/cm}^3$ . Wat er overbleef waren bruine stukjes met uiteenlopende vormen, zie Figuur 23. Een opmerkelijk verschijnsel was de afzetting van naaldvormige witte kristallen op een bepaalde hoogte op de rand van de retort. Welk mineraal hier gegroeid is, is niet verder onderzocht (de hoeveelheid was zeer beperkt. Op de foto is een restant dat nog aan de retort vast zit (rechts) te zien.



*Figuur 23, CR39 na proef*

#### 3.8.14 Brillen

Naast de CR-39 zijn ook complete brillen, glazen en monturen, in gehakselde vorm getest. Zij kwamen van hetzelfde onderzoek aan de TU Delft. De monturen van de brillen bevatten een grote variatie aan kunststoffen, zowel thermoharders als thermoplasten. Daarnaast bevatten de monturen vaak diverse metalen. Gewoon staal van de schroefjes van de scharnieren, maar ook roestvrij staalsoorten, aluminium, titanium en wat dies meer zij. De dichtheid van het materiaal voor verwerking was  $1,3 \text{ gr/cm}^3$ . Figuur 24 geeft een beeld van het materiaal voor verwerking.



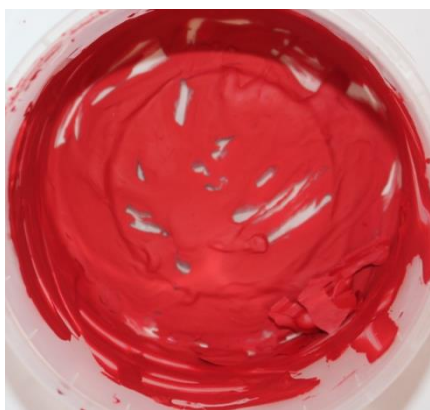
*Figuur 24, brillen voor proef*

Na verwerking bleef 63% van het gewicht van het materiaal over. De dichtheid was toegenomen tot  $1,8 \text{ gr/cm}^3$ . Dit is aannemelijk omdat het aandeel metaal in het monster procentueel zal zijn toegenomen.

### 3.8.15 Verf

Veel verf verdwijnt via het chemisch afval of het klein chemisch afval in speciale verbrandingsovens. Pogingen om verf te recycleren zijn nog niet gemakkelijk in te vullen: Verven op waterbasis (latex, etc.) en verven op basis van alkydhars (en lijnolie, terpentijn en dergelijke) hebben verschillende katalysatoren die het uithardingsproces sturen. Het blijkt echter dat verschillende katalysatoren met elkaar reageren en daarmee de werking tenietdoen. Verven, zowel uitgehard als nog vloeibaar, zijn dus een mooi target voor het DCI-proces. Om te testen hoe verven zich gedragen is ook hiermee een test gedaan. Uit eigen voorraad was nog aangroeiwerende verf beschikbaar (antifouling). Dit was een extra interessant target omdat antifouling zowel veel metalen bevat (tot boven de 10% koper en verder nog vaak zink en/of aluminium) als ook toxische stoffen (die de aangroei verder moeten weren). Het restant verf dat we ter beschikking hadden was deels uitgehard, deels nog enigszins vloeibaar. De dichtheid is niet bepaald, de schuifmaat waarmee we de diepte in de retort maten zou onder de verf gekomen zijn.

Na omzetting was nog 74% van het gewicht van het materiaal over. Dit was verzameld in de vorm van een grote bloop ofwel platte druppel in het midden op de bodem en enkele druppels die nog aan de wand zaten. Hierin heeft zich het metaal uit de verf verzameld. Het thermokoppeluiteinde zat vast (gesmolten) in het residu en het residu zat vast aan de bodem. Dit is waarschijnlijk toe te schrijven aan de metalen die zich zogezegd vast gesoldeerd hebben aan het vuurvast. In de synthese komen we hier nog op terug. Door de vorm van de druppel is de dichtheid niet eenvoudig te bepalen. Figuur 26 laat de retort zien met het antifouling residu nog op de bodem.



*Figuur 25 antifouling verf zoals het er voor de proef uitzag*



*Figuur 26, antifouling na proef*

### 3.8.16 Glasvezelversterkt epoxy

Een speciaal sample dat we getest hebben was glasvezelversterkte epoxy, inclusief vullende epoxy lijm waarmee twee delen met elkaar verbonden zijn. Dit monster was om een aantal redenen interessant: Het is een mooie simulatie voor (afgedankte) windturbine bladen, epoxy is een thermoharder en het is interessant om te weten of de glasvezels uit het monster herbruikbaar tevoorschijn komen. In tegenstelling tot de meeste samples is het materiaal niet heel klein gemaakt. Dit zou de glasvezels onnodig versnipperen en ook bij het verwerken van windturbinebladen zou versnipperen onnodig veel energie kosten. Hierdoor was de soortelijke massa niet in de retort te meten. Wel weten we dat deze rond de  $1,8 \text{ gr/cm}^3$  moet liggen, afhankelijk van de hars – vezel verhouding in de composiet (epoxy heeft een soortelijke massa van  $1,2 \text{ gr/cm}^3$  voor glas is dit  $2,6 \text{ gr/cm}^3$ ). Figuur 27 geeft een beeld van het materiaal voor verwerking.



*Figuur 27, epoxy met glasvezel voor proef*

Van het materiaal is slechts 31% bewaard gebleven. Aangezien de glasvezels niet verdampen moet dus het leeuwendeel van de epoxy wel verdwenen zijn. De vezels lagen keurig gestapeld, het weefsel was nog zichtbaar, los op de bodem van de retort. Dit is op Figuur 28 te zien.



*Figuur 28, epoxy met glasvezel na proef*



### 3.8.17 Creditcards en bankpassen

Dit was natuurlijk een grapje, kan je geld recyclen of alleen 'burnen'? Voor een startup een zeer relevante vraag. We hadden nog een aantal bankpasjes en creditcards over en die we ook maar verknipt en in een retort gestopt. Van het materiaal bleef 10% (van het gewicht, niet van de waarde op de rekeningen) over. In de as waren de chips op de passen nauwelijks terug te vinden. Eventuele draden van een loop voor de NFC-toepassing helemaal niet. Wel was een mooie witte 'aanslag' op het vuurvast zichtbaar (het bruine was van eerdere testen). De witte aanslag vormde echter geen laag, het leek er eerder op dat de retort mooi schoongebrand was. Figuur 29 geeft het resultaat weer.



Figuur 29, credit card en bankpassen na proef

### 3.8.18 Papieren catalogus

Ook al is het wenselijk om zoveel mogelijk gebruikt papier te recyclen, we willen toch weten wat papier in onze DCI-reactor doet. Om die reden hebben we een oude catalogus van mooi glad papier in stroken gezaagd (dit viel beslist niet mee, één decoupeerzaagje raakte hierbij volledig bot). Figuur 30 geeft een beeld van de catalogus, Figuur 31 van de catalogus in de retort. Papier bestaat, zeker luxe papier als van deze catalogus, voor een groot deel uit heel fijn calciumcarbonaat ( $\text{CaCO}_3$ , ofwel gemalen kalksteen). Verder bestaat het uit veel cellulose en bindmiddel en inkt. De rug van de catalogus is gebonden en de kaft heel dun geplastificeerd. Met de ervaring van de voorgaande testen was de verwachting dat er niet veel van de cellulose achter zou blijven. Het calciumcarbonaat wordt bij hoge temperatuur, rond  $1000\text{ }^\circ\text{C}$ , omgezet in calciumoxide ( $\text{CaO}$ ). Dit zou bij ons proces dus ook moeten gebeuren. De dichtheid van de catalogus in de retort was  $1,16\text{ gr/cm}^3$ .



Figuur 30, papier voor proef los



Figuur 31, papier voor proef in retort

Na processing was het volume van de catalogus in de retort nauwelijks gekrompen. Het gewicht was met 68% afgenomen (32% van de massa is bewaard gebleven) resulterend in een soortelijk gewicht van  $0,39\text{ gr/cm}^3$ . Op basis van de gewichtsafname is de voorzichtige conclusie dat alle cellulose verdwenen is en dat inderdaad het calciumcarbonaat is omgezet in calciumoxide. Het  $\text{CaO}$ -residu was iets gekrompen ten opzichte van het oorspronkelijke papier maar had als 'skeletal' de volledige vorm behouden. Het was ook zo los uit de retort op te

nemen en had zich niet aan de wand van de retort gehecht. Dat er geen koolstof is afgezet heeft dezelfde reden als bij voorgaande proeven en zal in de synthese worden toegelicht.



*Figuur 32, papier na proef*

### 3.8.19 Oud dakleer met leislag

Dakleer is een interessante grondstof voor het DCI-proces. Er zijn een aantal heel verschillende varianten van die bij het afval over één kam worden geschoren (bitumen en EPDM rubber stroken). Oud dakleer is meestal sterk vervuild met leislag, fijn grind, mos- en bladerresten en verder nog met lijmresten, soms isolatieschuim en soms met aluminium, zink of loodslab resten. Er wordt veel (oud) dakleer geëxporteerd naar het buitenland en er zijn geen geschikte recycling methoden voor. Voor ons is dakleer een mooie feedstock omdat het veel koolwaterstoffen bevat en omdat we leislag en eventuele metalen goed kunnen terugwinnen.

We hadden een paar stukjes oud dakleer voorzien van groene, heel fijne leislag en een enkele spijker. De dichtheid in de retort was  $0,55 \text{ gr/cm}^3$ .



*Figuur 33, dakleer voor proef*

Na omzetting wachtte ons een echte verrassing: Het materiaal was gaan zwellen en was in deze vorm “bevroren”. Figuur 34 geeft dit mooi weer. Toch bleek dit slechts een beperkte fractie van het materiaal te zijn. Bij uitnemen van de kern bleek er een vrij los residu onder in de retort te bevinden. De kleur was lichtbruin, de leislag was niet meer als zodanig herkenbaar. De spijker hebben we wel teruggevonden. Het materiaal, ook dat wat omhoog ‘geschuimd’ was, was eenvoudig van de wand van de retort te vegen (en over grote delen al los-gekrompen). Het materiaal hechte niet aan de bodem. De materiaal afname hebben we uiteindelijk niet goed bepaald (een deel van het materiaal was gevallen en zoekgeraakt). Figuur 35 geeft een goed beeld van het materiaal in de retort nadat de kern eruit getild was.



*Figuur 34, dakleer na proef cylinder nog er op*



*Figuur 35, dakleer na proef zonder cylinder*

### 3.8.20 Droge rijst

Droge, ongekookte witte rijst valt in de categorie “willen kijken wat er gebeurt”. Het is een vrijwel mono-materiaal bestaande uit koolhydraten. Het is van zichzelf heel droog maar absorbeert gemakkelijk vocht (vochtgehalte is niet bepaald). Het soortelijk gewicht in de retort was  $0,84 \text{ gr/cm}^3$ .



*Figuur 36, droge rijst na proef in retort*

Na omzetting vonden we een klompje samenhangende korrelige koolstof terug dat sterk gekrompen was ten opzichte van de oorspronkelijke diameter en hoogte in de retort, zie Figuur 36. De top had een wittige aanslag, vermoedelijk als gevolg van oxidatie van de koolstof waarbij enige as achtergebleven is. Op de wand van de retort is een wittige licht wollige kristalgroei te zien die verder niet geanalyseerd is. Figuur 37 laat het klompje koolstof van opzij zien nadat het uit de retort genomen was.



*Figuur 37, droge rijst na proef in bakje*

### 3.8.21 Kristalsuiker

Als laatste van deze serie proeven is een retort gevuld met kristalsuiker. Ook dit was bedoeld als mono-feed om te zien wat er gebeurt. We kennen allemaal het karamelliseren van suiker waarbij het van lichtbruin, donkerder bruin tot zwart verkookt. Als we dit op een lepel in een vlam doen blijft er een harde korst van koolstof achter die sterk hecht aan het metaal van de lepel. Zou dit dan echt gaan hechten aan de wand van de retort? (Het soortelijk gewicht in de retort was  $0,87 \text{ gr/cm}^3$ )

Figuur 38 geeft het antwoord, bij de synthese komen we hier nog op terug.



*Figuur 38, suiker na proef*

## 3.9 Uitwerking van de thermokoppel metingen

Tijdens de metingen bij Gouda Refractories hebben we met thermokoppels het proces real time kunnen volgen. We hebben telkens een thermokoppel los in de oven opgehangen om de lucht temperatuur in de oven te kunnen meten. Daarnaast hebben we thermokoppels geplaatst in de retorts. Bij sommige monsters alleen aan de rand van de retort, bij andere monsters hebben we een thermokoppel aan de rand geplaatst en een tweede thermokoppel afgebogen naar het midden van het monster.

De hele metingen verliepen wat primitief. De thermokoppeldraden moesten per koppel elke keer opnieuw voorbereid worden: Strippen van de isolatie aan beide uiteinden, aan een uiteinde de draden in elkaar draaien en het andere uiteinde met schroeven op de terminals van het data acquisitie systeem monteren. De isolatie van de draden was niet echt bestand tegen de hoge temperatuur in de oven. Daardoor konden de draden steeds maar voor een proef gebruikt worden. Heel vervelend was ook dat er as van de isolatie in de monsters terecht kwam en verdere analyses zouden beïnvloeden. Tenslotte hadden noch wij, noch de mensen die ons bij Gouda Refractories hielpen, ervaring met de datalogger en de koppeling met (het programma op) de PC. Hierdoor zijn van de eerste metingen belangrijke data verloren gegaan. Wat er wel is opgeslagen is weergegeven in bijlage 6.4.

In die bijlage zijn ook de belangrijkste fenomenen beschreven die we waargenomen hebben.

### 3.10 Conclusies van de analyses van de vaste stof

Het laten doen van analyses is niet makkelijk en ook niet goedkoop. Hoe meer stoffen gevraagd worden, des te duurder worden de analyses. Het is dus van belang een goed idee te hebben wat waarom geanalyseerd moet worden.

Analyses van vaste stoffen zijn vaak gebaseerd op proefmonster wat verzameld wordt en dan later in een laboratorium geanalyseerd wordt. Gassen worden vaak online gemeten, maar helaas was dit niet mogelijk in de gedane tests.

Voor anorganische stoffen, zoals ertsen, zijn er standaardmethodes die een goed beeld geven wat er in zit.

Voor natuurlijke organische stoffen bestaan ook standaardprocedures om de analyse te doen. Daardoor weet iedereen hoe de resultaten tot stand zijn gekomen. De analyse van organische stoffen is erg bewerkelijk, bestaat uit meerdere stappen, en resultaten kunnen complex zijn als er gesproken wordt over “as received”, “air dried” of “dry ash free”. Stoffen zoals hout of kolen bijvoorbeeld vallen hieronder. Bij verbranding van organische stoffen blijft vaak as, een anorganische stof, achter die ook weer met standaardmethodes meestal goed te analyseren is. De as die overblijft van natuurlijke organische materialen is vaak goed voorspelbaar en niet te complex voor het merendeel van de mineralen.

Bij de verwerking van complexe, door de mens gemaakte materiaalstromen zoals circuitboards of oil sludge kunnen analyses een probleem zijn. Deze materialen bestaan uit organische (plastics, papier) en anorganische stoffen. In tegenstelling tot natuurlijke producten zijn de anorganische stoffen in “man made” producten vaak erg complex. Er zitten veel verschillende stoffen in, waarvan sommige schadelijk (zouden kunnen) zijn maar vaak ook in erg lage concentraties voorkomen. En als er veel zouten of sulfaten in het materiaal zaten, dan worden analyses al snel lastiger om te doen en te begrijpen.

Om uit te rekenen wat er precies gebeurt met alle elementen die een reactor in gaan, zijn vaak juist grote hoeveelheden prettig omdat daarmee meetfouten verkleind worden. Het nemen van samples en het correct analyseren van de genomen samples is geen sinecure en dient zorgvuldig gedaan te worden.

In deze fase waren de hoeveelheden erg klein en de financiële middelen beperkt. Heel veel analyses waren daarom niet mogelijk, en de conclusies gebaseerd op analyses moeten voorzichtig bekeken worden.

#### Laboratoria

Zoals beschreven hebben we analyses laten doen bij twee laboratoria:

- Spark 904
- TLR International Laboratories

Spark904 is een startup in Amsterdam dat de apparatuur die aan de Universiteit van Amsterdam beschikbaar is gebruikt op momenten dat er geen onderzoek wordt uitgevoerd.

TRL International is een algemeen analyse laboratorium dat al veel werk doet voor de waterzuiveringsbranche.

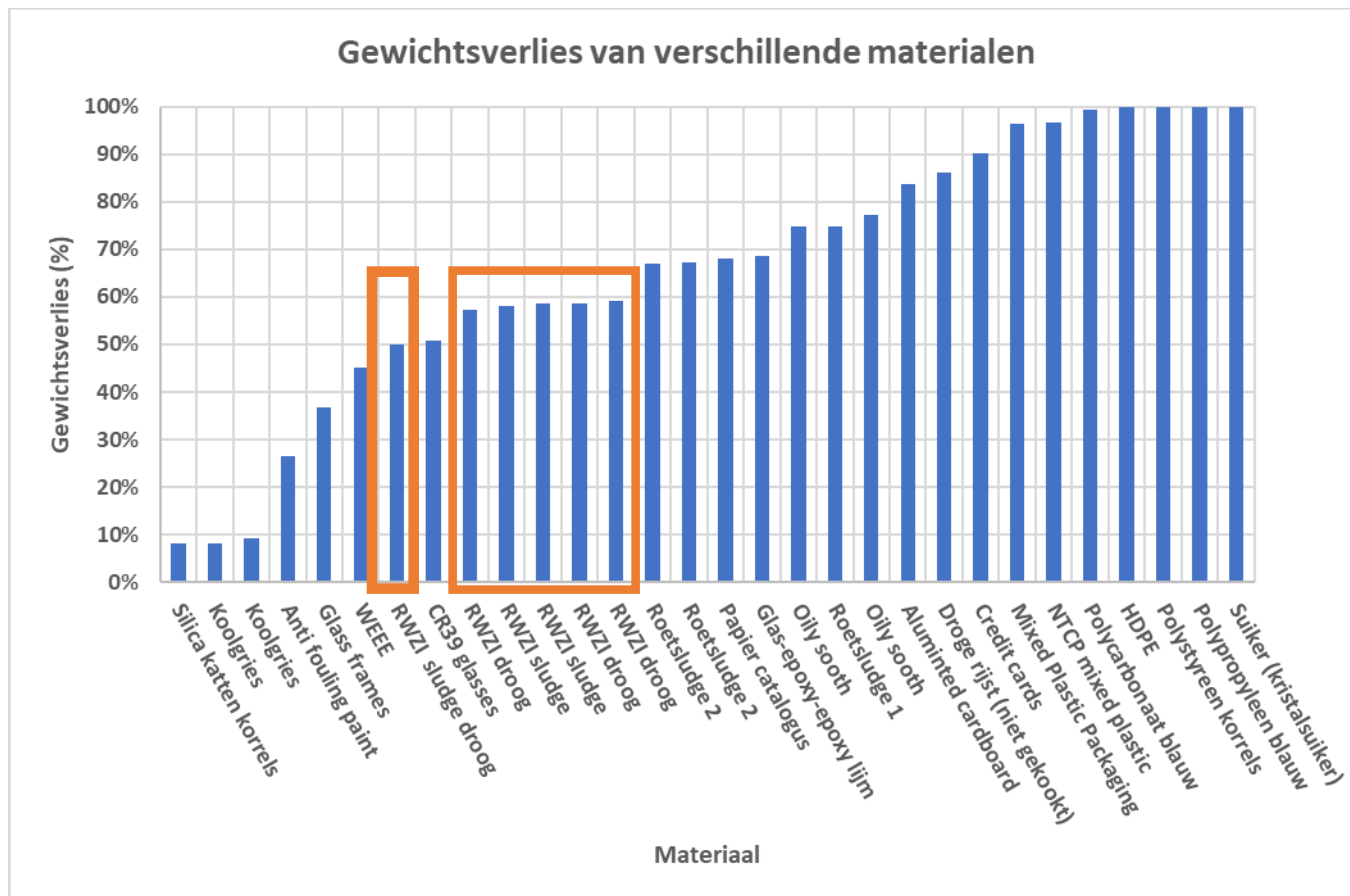
Een aantal analyses van hetzelfde materiaal hebben we bij beide laboratoria gedaan om de resultaten te kunnen vergelijken (“Round Robin”). In het ideale geval zijn de resultaten uit 2 verschillende laboratoria hetzelfde, maar er zijn een boel valkuilen:

- De samples zijn niet representatief of simpelweg niet hetzelfde;
- De manier van analyseren en/of volgorde van stappen is niet hetzelfde;
- De manier van berekenen en rapporteren is niet hetzelfde.

Zeker als analyses nodig zijn met een hoge betrouwbaarheid en nauwkeurigheid van veel verschillende elementen wordt een en ander voor een startup al snel onbetaalbaar. Dit hangt ook sterk van het materiaal af, en hoe meer ervaring met 1 materiaal wordt opgedaan, hoe minder analyses nodig worden. DOPS heeft voor de ovenproeven echter gekozen om veel verschillende materialen te testen, vooral om een beeld te krijgen van de macroscopische

veranderingen in de materialen: Hecht het materiaal aan het vuurvast, blijft het materiaal loskorrelig, de mate van compactie, wat blijft er achter?

Voor een meer chemische aanpak is zaak om vroeg in een onderzoekstraject te onderzoeken wat een reactor in gaat, wat er uit zou kunnen komen, en dan doelen EN limieten te stellen aan wat geanalyseerd gaat worden. In het vroege stadium van onderzoek waar we nu in zitten zijn analyses vooral "indicatief".



Figuur 39, grafiek gewichtsverlies monsters

Enige interessante punten zijn:

- Los van de kattenkorrels en het koolgries toont de bandbreedte van 25 tot 100% gewichtsverlies aan dat er bij de gebruikte materialen overal (syn)gas te winnen is
- Vijf separate proeven met RWZI-slibkorrels laten zien dat de resultaten consistent zijn als de omstandigheden constant zijn. De zesde test, met voorgedroogd slib laat een iets lager gewichtsverlies zien omdat vrij vocht al is verwijderd in het voordrogen.
- Vele materialen kunnen door vergassing enorm in volume verkleind worden, terwijl het restant eventueel verder verwerkt kan worden.

**Analysevoorbeelden:**

		RWZI		Oil Sludge	
		Voor	Na	Voor	Na
Monstergewicht	gram	75	31	100	25,2
Gewichtsverlies	%	59		75	
Vocht (drogen bij 120°C)	%	10,57	0,51	36,97	0,44
As	%	38,15	88,4	27,31	61,95
H	%	4,63	0,21	1,49	0,19
C	%	28,28	9,65	27,91	37,15

N	%	3,9	0,19		0,42	0,36
S	%	1,13	0,89		3,08	6,52
O (verschil)	%	13,34	0,15		2,82	-6,61
Som	%	100	100		100	100

Tabel 2, analyse voorbeeld

Van bovenstaande monsters zijn de analyses van zowel voor als na verhitting gegeven. Beide materialen vertonen de volgende kenmerken:

- Het totale gewicht "na" (verhitting) is aanzienlijk kleiner dan "vóór".
- Een deel van het gewicht gaat verloren door aan de lucht te drogen.
- Het asgehalte is aanzienlijk verhoogd terwijl de meeste waterstof en stikstof zijn verdwenen.

De belangrijkste waarnemingen over het RWZI-slib zijn dat:

- Er is nog steeds koolstof aanwezig in het RWZI-monster, maar het grootste deel is as;
- Ook de zuurstof is voor een groot deel verdwenen uit het RWZI-monster.

Dit zijn typische resultaten voor hout, papier, kolen en soortgelijke organische materialen die wat normale mineralogische as bevatten.

Het olieachtige slibmonster is een ander verhaal en zal nader onderzocht moeten worden.

De belangrijkste waarnemingen over het olieachtige slib zijn dat:

- Het koolstofgehalte neemt toe;
- Het zwavelgehalte stijgt;
- Totale som van restmaterialen was zo hoog dat zuurstof nu als een negatieve hoeveelheid uitkomt.

Het laatste punt wordt meestal veroorzaakt door het feit dat er veel (vluchtige) sulfaten in het monster aanwezig zijn, evenals vluchtige koolwaterstoffen die verdampen tijdens het drogen aan de lucht, dat oorspronkelijk alleen bedoeld is voor water.

## As analyse

In beide monsters was het asgehalte verhoogd. Een gedetailleerde as-analyse van beide materialen voor en na verhitting wordt gegeven in Tabel 3, analyse RWZI en Sludge. Dit zijn de meest voorkomende verbindingen die doorgaans in as worden geanalyseerd.

		RWZI			Oil Sludge	
		Voor	Na		Voor	Na
CaO	%	8,15	8,34		4,73	5,09
P2O5	%	14,79	14,98		0,83	0,86
SiO2	%	39,17	39,98		10,33	11,96
SO3	%	2,11	0,51		25,84	18,67
K2O	%	1,54	1,48		0,41	<0,32
Na2O	%	0,83	0,9		3,82	1,85
Al2O3	%	16,85	17,28		2,9	3,28
BaO	%	0,1	0,1		<0,01	<0,01
Fe2O3	%	14,37	14,79		11,59	12,38
MgO	%	1,84	1,88		37,34	43,19
MnO2	%	0,12	0,12		0,28	0,33
SrO	%	0,04	0,04		0,02	0,02
TiO2	%	0,66	0,69		0,16	0,18
V2O5	%	0,02	0,02		2,94	3,08
ZnO	%	0,32	0,19		0,35	0,22
BaO	%					
NiO	%					
Som	%	100,91	101,3		101,54	101,11

Tabel 3, analyse RWZI en Sludge

Merk op dat de analyses "voor" en "na" grotendeels vergelijkbaar zijn voor zowel RWZI als olieslib. Om het "as" te verkrijgen om de as-samenstelling te analyseren worden de monsters ook tot een hoge temperatuur verhit. Doordat de as-concentratie in het uiteindelijke residu na verhitting echter een stuk hoger is dan voorheen, is de concentratie van bijna alle mineralen ten aanzien van het gehele monster voor onze verhitting aanzienlijk toegenomen. Dit komt doordat tijdens onze proeven veel koolwaterstoffen zijn vergast. Verder valt op dat:

- In beide materialen, zowel de SO<sub>3</sub> als de ZnO gedeeltelijk verdwenen zijn;
- De optelsom van de analyses niet op 100% uit komt.

Het vraagt nog verdergaande analyses en op meer monsters om juiste conclusies te kunnen trekken met betrekking tot alle elementen in het materiaal.



## Spore elementen en zware metalen

Zowel in het rioolslib als in de olie-sludges zijn nog veel meer elementen aanwezig. Deze worden typisch in lage concentraties, op ppm (1/10000%) niveau, gemeten.

		RWZI		Olie Sludge	
		Voor	Na	Voor	Na
Mo	ppm	13,3	14,1	32,1	35,1
Sb	ppm	10,9	10,7	0,67	0,59
Tl	ppm	<3,9	<3,9	<3,9	<3,9
Te	ppm	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0
Se	ppm	1,7	1,8	4,5	4
Ba	ppm	703,6	798	15	15,5
Cl	ppm	1460	1280	12620	12710
<b>F</b>	<b>ppm</b>	<b>295,6</b>	<b>630,1</b>	<b>167,9</b>	<b>317,8</b>
V	ppm	131,6	132,9	5098	4708
<b>Sn</b>	<b>ppm</b>	<b>99,3</b>	<b>3,1</b>	<b>0,9</b>	<b>0,4</b>
As	ppm	13,2	11,7	14,5	12,6
<b>Cd</b>	<b>ppm</b>	<b>2,9</b>	<b>0,09</b>	<b>0,73</b>	<b>0,17</b>
Co	ppm	17,9	17,7	11,5	12,2
Cr	ppm	115,7	121,9	118,5	110,4
Cu	ppm	481	497,9	30,8	39,5
<b>Hg</b>	<b>ppm</b>	<b>0,28</b>	<b>&lt;0,02</b>	<b>&lt;0,02</b>	<b>&lt;0,02</b>
Mn	ppm	644,8	659	484,8	492
<b>Zn</b>	<b>ppm</b>	<b>2283</b>	<b>1316</b>	<b>731,1</b>	<b>409,1</b>
Ni	ppm	96,1	99,9	1406	1461
<b>Pb</b>	<b>ppm</b>	<b>109,1</b>	<b>8,7</b>	<b>33,3</b>	<b>58,9</b>

Tabel 4, spore elementen en zware metalen

- Voor het rioolslib (RWZI-materiaal) valt op dat tin, cadmium, kwik en lood (Sn, Cd, Hg en Pb) behoorlijk zijn afgenomen in het residu na bewerking. Ook de hoeveelheid zink (Zn) is gehalveerd. Deze elementen hebben allen een laag kookpunt en zijn waarschijnlijk verdampt en in de gasfase mee weggevoerd.
- Ook voor het olie-sludge zijn tin, cadmium en kwik (Sn, Cd, en Hg) behoorlijk afgenomen in het vaste residu na omzetting. Dit geldt ook voor het zink (Zn). De toename van het lood kunnen we niet verklaren, dit moet later nog eens uitgezocht worden.
- De toename van het fluor in beide monsters kan te maken hebben met de toegepaste analysemethododes.

Om meer te kunnen zeggen over wat er tijdens het DCI-proces gebeurt, en zeker om definitieve conclusies te kunnen trekken zijn veel meer analyses op veel meer (verschillende) materialen noodzakelijk. Analyses met betrekking tot de sporenelementen zullen zeker in de toekomst nog belangrijker worden.

### Medicijnresten en PFAS in het RWZI-materiaal

Met betrekking tot medicijnresten en/of PFAS in het RWZI-materiaal hebben we nog geen gedetailleerde analyses gedaan. Het gaat hierbij, als ze al aanwezig zijn, om zeer lage concentraties die vermoedelijk meer sample materiaal en in ieder geval meer gespecialiseerde metingen vragen om hier enige zinnige uitspraak over te doen. Van medicijnresten is de verwachting dat deze al in de vaste fase volledig afbreken. Om eventuele PFAS af te breken hebben we in elk geval de na-verhitting nodig die in ons DCI-proces zit ingebouwd (maar bij de nu uitgevoerde ovenproeven niet kon worden nagebootst).

### 3.11 Synthese, wat hebben we geleerd

De uitgevoerde proeven hebben regelmatig verassingen opgeleverd. We hebben er ook veel van geleerd. Wat dat zal in eerste instantie aan de hand van de onderzoeksvragen beantwoord worden. Vervolgens komen er nog overige

leerpunten aan de orde. Tot slot kijken we wat het geleerde betekent voor een laboratorium reactor of voor een volgende stap naar pilot schaal.

### 1. Hoe komt het vaste materiaal uit de reactor, vast of los?

Alle proeven overziend kunnen we stellen dat het materiaal, voor zover er materiaal overbleef, los tot zeer los uit de retorts kwam. Wel was er een grote variatie. We hadden het rioolslib (losse poreuze korreltjes), de scrubbersludges (een hele fijne poeder structuur), de gehakselde brillen (losse korreltjes), de printplaten (stukjes), het glasvezelversterkte epoxy (losse glasvezels), het dakleer (brokkelige stukjes), het papier (een fijne poeder structuur) en de rijst (een poreus blokje koolstof). Van de meeste kunststof polymeren bleef niets of alleen een heel klein restje as over. Alleen de antifouling verf liet als residu een gestolde harde blob achter. De achtergrond hiervan is dat deze verf veel metaal bevat dat bij de hoge temperatuur van ons proces (gedeeltelijk) smelt en bij afkoeling een hard stolsel vormt. Als er alleen van deze verf in een reactor gevoed zou worden kan dit tot problemen leiden. Is de antifouling een onderdeel van een mengsel dan blijven de gesmolten druppels hangen in het residu-netwerk dat door de andere stoffen gevormd wordt. Door de verticale stand van de schacht zullen druppels meestal de wand niet raken. Gebeurt dit toch dan zullen de druppels waar de wand heet is niet stollen, alleen in de koelzone zouden er druppels aan de wand kunnen stollen. De vraag die nog niet beantwoord is, is of dergelijke druppels ook zullen hechten. Zou dit tot aankoeken leiden dan hebben we een potentiële technische oplossing in beeld om dit te voorkomen.

Een vraag die hier mee samenhangt is of het materiaal voldoende poreus (en vooral permeabel) blijft tijdens het traject door onze reactor. Naar wat we nu gezien hebben zal bij vrijwel alle materialen in elk stadium voldoende permeabiliteit behouden blijven. Alleen de fijne poeders hebben mogelijk een lage permeabiliteit. Dit moeten we nog testen wanneer we meer materiaal kunnen produceren (in de laboratorium reactor). Wat we gezien hebben is dat er ook krimp optreedt waardoor er op macroschaal toch voldoende permeabiliteit overblijft tussen de reactorwand en het materiaal in de reactor. Deze macro-permeabiliteit kan echter ook weer verstopten door fijne poeders die in het proces ontstaan. Dit wordt een onderwerp voor later onderzoek in de laboratorium reactor. Met het (bitumineuze) dakleer kan het oppassen zijn. Wanneer dit zwelt zou er een blokkerend 'gordijn' gevormd kunnen worden dat de doorgang van gas belemmert. Ook hier moet nog nader onderzoek naar gedaan worden. Bij een heterogene vulling zijn hier echter geen problemen mee te verwachten.

In de reactor schacht zijn, op basis van deze eerste verkennende proeven, geen problemen te verwachten. Het mooie is dat vrijwel al het materiaal eenmaal afgekoeld ook makkelijk fijn te maken was en daarmee goed te scheiden moet zijn in diverse afzonderlijke componenten.

### 2. Hecht het materiaal aan de vuurvaste stenen van de reactor?

Geen van de residuen die achterbleven hechtten zich aan de wand van de reactor. De meeste materialen kwamen volledig los van de zijkant van de retort. Soms bleef er wat poeder achter dat eenvoudig, zelfs met een kwastje, te verwijderen was.

Bij twee materialen groeide er 'iets' op de wand, dit was bij C-39 en bij de rijst, zie Figuur 40 en Figuur 41.



Figuur 40, C-39



Figuur 41, rijst

Het lijkt erop dat hier iets van een mineraal gevormd is. In beide gevallen ging het om slechts heel weinig materiaal en was het eenvoudig en zonder kracht te gebruiken van de wand te schrapen. Dit zou in onze reactor door het bewegende materiaal naar verwachting ook gebeuren. Onderzoek naar wat de samenstelling van het materiaal is, onder welke omstandigheden het zich vormt en in welke fase van het proces het zich hecht is echter wel van belang. Een enkel materiaal, met name dat wat gesmolten metalen bevatte, hechtte zich aan de bodem. Onze reactor zal echter geen bodem hebben die eerst heet wordt en daarna afkoelt. Gesmolten metalen zullen of in het niet smeltende deel geabsorbeerd worden of omlaag druppelen tot een niveau waar het materiaal afkoelt. De gestolde druppels zullen in het overige residu opgevangen worden.

### **3. Blijven er nog koolwaterstoffen achter in het vaste residu?**

Als er nog koolwaterstoffen in het vaste residu achterblijven heeft dat mogelijk consequenties voor de waarde van het residu. Stoffen die het laatst vervluchtigen zijn of zware componenten (teerachtig) of persistente koolwaterstoffen (bijvoorbeeld de zogenaamde PFAS en PFOS stoffen). Teerachtige componenten kunnen kankerverwekkend zijn of kunnen ervoor zorgen dat het residu ergens gaat aankoeken. PFAS-stoffen zijn vanuit milieuoverwegingen zeer ongewenst. Ons reactor concept gaat er van uit dat de PFAS-stoffen verdampen en in de gasfase afgebroken worden en dus niet in het vaste residu achterblijven.

Kijken we alleen naar de kookpunten dan liggen die allen ruim onder de 1000 °C. De analyses die we nu op het residu hebben laten uitvoeren geven geen 100% eenduidigheid. Bij het rioolslibresidu was nog 0,15% (Wt), bij het scrubber sludge was nog 0,14% (Wt) waterstof aanwezig. Hoe dit chemisch gebonden was, is uit de bepalingen die we hebben laten doen niet duidelijk. Er zijn nog geen testen gedaan specifiek gericht op PFAS. We verwachten dat dit in de huidige samples ook niet meetbaar aanwezig was. Verder is er ook ten aanzien van teerachtige vooralsnog geen signaal dat dit in onze residuen voorkomt. Nader onderzoek hiernaar zal met de residuen van de laboratorium reactor uitgevoerd worden.

### **4. Hoeveel koolstof blijft achter in het vaste residu?**

We hebben onze technologie DCI, Direct Carbon Immobilization, genoemd. Dit was omdat we in het begin van onze ontwikkeling het doel hadden om zoveel mogelijk CO<sub>2</sub>-uitstoot te voorkomen en zoveel mogelijk koolstof als vast carbon vast te leggen (real Carbon Take Back). Uit onze thermo-chemische simulaties kwam ook naar voren dat er veel koolstof als vast koolstof zou overblijven.

In een aantal samples hebben we dit (voor een deel) ook gezien:

- Het residu van het rioolslib bestaat voor bijna 10% uit koolstof.
- Het residu van het scrubber sludge voor ruim 37%.
- Ook van de rijst resteerde na omzetting voornamelijk een koolstof skelet.

Bij andere samples was dit, anders dan de verwachting, niet het geval:

- Bij het papier monster bleef alleen witte as over.
- Bij het epoxy bleven vrijwel alleen de glasvezels over.
- Bij de mono-materialen (HDPE, Polystyreen, Polycarbonaat, Polypropyleen, kristalsuiker) bleef helemaal niets over.

En ook bij de andere samples leek er alleen maar as over te blijven. In eerste instantie verraste ons dit. Bij nader inzien is er een zeer plausibele verklaring voor. Deze heeft direct te maken met de methode waarmee de proeven uitgevoerd worden:

In onze echte reactor worden de materialen binnen één kanaal geleidelijk opgewarmd en doorverhit. Boven in de reactor zullen materialen eerst verdampen en zullen polymeren kraken tot gasvormige monomeren. Lager in de reactor, bij een hogere temperatuur, zullen de verdampste moleculen en monomeren verder kraken tot koolstof, koolmonoxide en waterstof. Dit is het effect dat bij een olie- of kaarsvlam gezien wordt als die te weinig zuurstof krijgt. Er vormt zich roet en daarnaast koolmonoxide en waterstof. Dit roet is het deel van de koolstof dat wij verwachten terug te vinden in de residuen. Bij het proces dat we nu hebben toegepast, in een niet-gasdichte oven, zijn de vluchtige moleculen en monomeren al verdwenen voordat de oven aan de hogere temperatuur toekomt. Het 'roet' heeft zich nooit gevormd.

Nu heeft roet een slechte naam omdat het zich meestal vormt bij onvolledige verbranding. Hierbij krijg je naast het roet ook allerlei ketens van half verbrande koolwaterstoffen (roet voelt vaak ook 'vettig' aan). In een roetfilter van een dieselmotor wordt het roet, samen met de onverbrande koolwaterstoffen, alsnog geoxideerd dan wel na-verbrand. In ons echte proces wordt het roet nog doorverhit, zonder zuurstof, zodat alleen een ultra-fijn maar ook puur koolstofpoeder overblijft.

In ons echte proces zullen we dus uiteindelijk twee 'soorten' koolstof krijgen:

1. Koolstof dat achterblijft bij het uiteenvallen van langere koolwaterstofketens in vaste vorm. Dit hebben we gezien bij bijvoorbeeld de rijst en het scrubber sludge en zie je ook bij de vorming van houtskool.
2. Koolstof dat uit de moleculen die kraken in de gasfase overblijft. Dit zal een heel fijn poeder vormen dat lager in de schacht in het overige materiaal opgevangen wordt.

Zou er, ondanks de lage stromingssnelheden, veel van dit fijne koolstof met de gasfase meegenomen worden dan is ook daar een oplossing voor aanwezig, namelijk het plaatsen van een roetfilter in de verbrandingskanalen.

Tenslotte moet het raadsel van de kristalsuiker nog verklaard worden. Suiker, sacharose, heeft als formule  $C_{12}H_{22}O_{11}$ . Wordt dit snel verhit dan vormt zich, per suikermolecuul, 11 moleculen  $H_2O$  en blijft de koolstof achter. Dit zien we met een vlam onder de lepel gebeuren. Wordt sacharose heel geleidelijk verhit dan zal het uiteenvallen in  $CO$  en  $H_2$  en blijft er vrijwel geen koolstof over. Komt er dan ook nog wat zuurstof van buiten in de oven terecht dan worden ook de laatste C-tjes omgezet in  $CO$ .

## **5. Wordt het vuurvaste materiaal aangetast door de stoffen die vrijkomen?**

De levensduur van het vuurvaste materiaal is van groot belang voor de operationele kosten van een DCI-reactor. Moeten de vuurvaste stenen regelmatig verwisseld worden dan leidt dit tot hoge kosten.

Aantasting bij hoge temperaturen is niet ongewoon. Daar staat tegenover dat het vuurvaste materiaal in cokesovens vaak meer dan 30 jaar mee kan gaan. Onze retorts waren van een representatieve samenstelling voor hetgeen in een industriële DCI-reactor voorzien is.

Tijdens de proeven hebben we verschillende verkleuringen gezien. De meeste hiervan zijn niet van het vuurvaste materiaal zelf maar van moleculen die er zich aan hechtten. Voorbeeld is de bruine verkleuring door geoxideerde ijzermoleculen. Een retort is doorgezaagd. Hier was wel te zien dat de verkleuring op kleine puntjes (grainboundaries?) ongeveer een millimeter in het materiaal was doorgedrongen. Uiteindelijk moeten we constateren dat de blootstelling tijdens deze proeven echt te kort is geweest om hier iets zinnigs over te zeggen.

## **6. Zijn er nog andere effecten waar we rekening mee moeten houden?**

Er zijn twee effecten waar we in ieder geval nog rekening mee moeten houden:

1. Leidt het neerslaan van het roet mogelijk tot verstopping van de reactor of komt er te veel roet in de verbrandingskanalen terecht?  
Deze vragen zullen we in de laboratorium reactor nader moeten onderzoeken (bij de huidige proeven werd dit fijne roet niet gevormd).
2. Gaan er nog specifieke mineralen ontstaan die ergens in de reactor kunnen groeien en zich aan de vuurvaste stenen kunnen hechten.

We hebben bij twee proeven iets gezien van kristalgroei, namelijk bij het Cr-39 en bij de rijst. Ook hier geldt dat nader onderzoek in de laboratorium reactor moet uitwijzen wat de mogelijke effecten hiervan zijn.

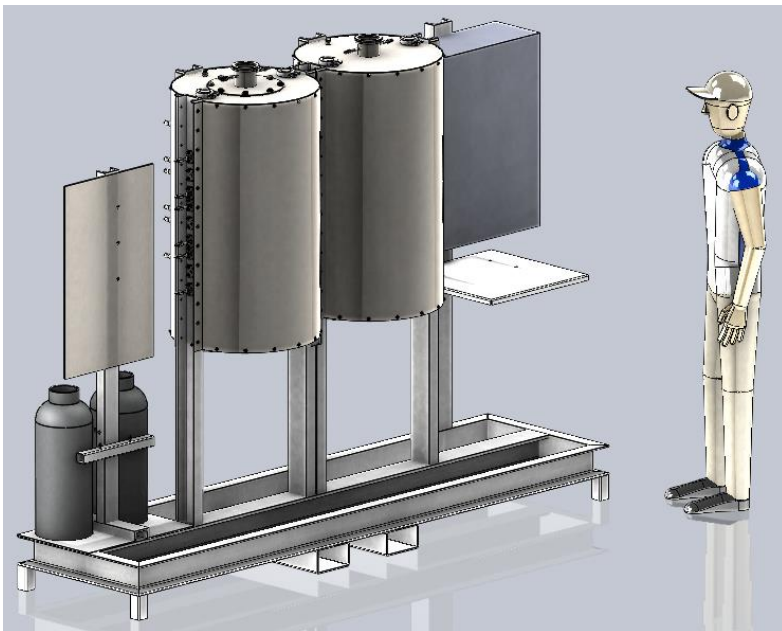
### Lessen voor de laboratorium reactor

Met de uitvoering van de ovenproeven bij Gouda Refractories hebben we een aantal lessen geleerd die van belang zijn voor onze nieuw te bouwen laboratorium reactor.

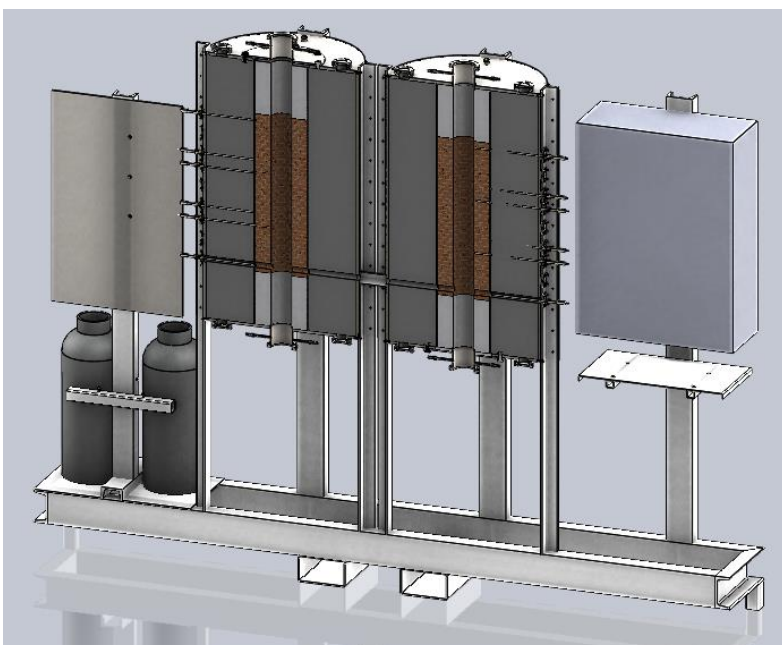
De belangrijkste zijn:

- De oven dient echt goed gasdicht te zijn. Het lekken van zuurstof van buiten de reactor naar binnen, met name in het deel waar het vaste residu zich vormt, verstoort de resultaten. Dit komt doordat zowel metalen als koolstof hierdoor (gedeeltelijk) zullen oxideren en het koolstof als CO uit het vaste residu zal verdwijnen.
- Er moet om het proces goed na te bootsen een 'steady state' situatie ontstaan. Hierbij moet de vaste massa in één deel verhit worden en vervolgens moet het ontstane gas door een verder doorverhit deel van de vaste massa geleid worden. Dit zal de situatie zijn in de full scale reactoren die op continu-basis bedreven zullen worden. Op laboratorium schaal is het van belang om ook het kraken van de vergassingsproducten te realiseren en zo de koolstof die daarbij zal ontstaan als product op te vangen. Dit kan alleen bereikt worden wanneer we ook de laboratorium reactor voor steeds een relevante periode (meerdere uren) in 'continu-modus' bedrijven.
- Metingen tijdens het proces zullen veel inzicht kunnen geven hoe het proces verloopt.
  - Temperatuurmetingen in de vaste massa kunnen aangeven hoe snel het materiaal verhit wordt en hoe snel de warmte ook in het materiaal doordringt. Dit geeft inzicht in de te realiseren capaciteit van een schacht met een bepaalde lengte en diameter.
  - Temperatuurmetingen in de vaste massa zullen ook inzicht geven in bepaalde reacties die in de vaste massa zullen optreden. Een groot deel van de reacties zullen endotherm zijn. Sommige reacties, bij sommige feedstock, zullen exotherm zijn. Het is goed te weten, ook voor de besturing, welke reacties, en bij welke temperaturen, hoeveel warmte onttrekken of juist toevoegen.
  - Temperatuurmetingen in de gasfase, het tweede deel van de reactor, zullen laten zien met hoeveel zuurstof welke temperatuurverhoging van het gasmengsel gerealiseerd kan worden. Dit is een gegeven dat ook goed uit de energiebalans naar voren zal komen maar dit kan op deze manier geverifieerd worden.
  - Drukmetingen over de kolom met het vaste materiaal zal aangeven of de permeabiliteit bij bepaalde feed stocks te beperkt gaat worden. Dit zal een belangrijke lering van de laboratoriumschaal testen worden.
  - Flowmeting van het ontstane gas bij de uitgang van de gasfase. Dit geeft inzicht in de hoeveelheid gas dat er per tijdseenheid en per hoeveelheid feedstock gevormd gaat worden. De hoeveelheid gas, samen met de samenstelling daarvan, is een belangrijk element in de business case voor een grote (demo-, productie-) reactor.
  - Meting van de zakking van het materiaal in de vaste fase. De opzet van de laboratorium reactor is dat er semi-continu (steeds in kleine badges) materiaal in de reactor gevoerd kan worden. Dit zal ook de wijze van voeding van een full scale reactor worden. Hoeveel en hoe snel het materiaal binnen de reactor inzakt (in volume afneemt), is ook weer een belangrijke parameter voor een full scale reactor. Het is namelijk direct van invloed van de capaciteit die er met een reactor van een bepaalde maat gehaald kan worden.
- Monsternamen in verschillende stadia van het proces zullen ook meer inzicht geven in hoe de conversie van materialen in de reactor verloopt. De laboratorium reactor heeft punten om (kleine) samples op verschillende hoogtes uit de reactor te nemen. Naast deze monsternamen kan het proces in de reactor mogelijk ook een keer 'bevroren' worden door de reactor met een inert gas versnelt af te koelen. Hiermee kan er ook meer inzicht verkregen worden van de processen die zich in de reactor zich afspelen.
- Monsternamen van het gevormde gas, of mooier nog real time analyses, zullen de metingen rond het proces completeren. De samenstelling van het ruwe syngas geeft een indicatie van de inspanningen die nodig zullen zijn voor de gasreiniging om het gas om te vormen tot een schoon en bruikbaar syngas. De verhouding CO en

H<sub>2</sub>, samen met de hoeveelheid nog aanwezige CO<sub>2</sub>, zijn belangrijk om de uiteindelijke waarde, en daarmee een deel van de business case te bepalen. Het meten van die verhouding in real time zal ook van belang zijn wanneer we proeven doen om deze verhouding actief te sturen.



*Figuur 42, schets LSR*



*Figuur 43, schets doorsnede LSR*

## 4 Deel 2: Ervaringen opgedaan en Lessons Learned

### 4.1 Doelstellingen P>ACT

De doelstelling van P>Act en daarmee van de Provincie Zuid-Holland is om met uitdagingen, “Challenges”, innovatie gericht te stimuleren. De provincie kijkt hierbij naar waar kansen gezien worden c.q. waar oplossingen voor bestaande problemen gezocht worden. Natuurlijk passend binnen het beleid en de mogelijkheden van de provincie.

De Challenges zijn gericht op individuen maar vooral op prille starters. Hierbij wordt gestimuleerd dat de starter een netwerk opbouwt van probleemeigenaar naar oplosser en bij voorkeur ook nog naar afnemers van concrete producten. Een starter moet in competitie een Challenge winnen. De prijs die gekoppeld is aan het winnen van een Challenge is bedoeld als laagdrempelige stimulans om door te gaan met een idee of ontwikkeling. Het is daarbij een enabler om een eerste stap op de technologieontwikkelingsladder te zetten.

De prijs wordt in de vorm van een opdracht aan de starter(s) die de prijs gewonnen hebben verstrekt. Het voordeel voor de provincie is dat de challenge weinig administratieve ballast met zich meebrengt. Het goedkeuren van een factuur bij start en een tweede bij oplevering van het resultaat is genoeg. Voor de starter levert deze vorm van opdrachtverstrekking zeker ook voordelen op: Er hoeven geen besteedde uren bijgehouden te worden (de besteedde tijd overtrof overigens ook ruimschoots de begrootte tijd), en uitgaven konden geschoven worden tussen verschillende componenten van de uitvoering. Dit bracht ons gelukkig een ruime mate van flexibiliteit die, gezien met de problemen van de uitvoering, ook hard nodig is gebleken. Goed tussentijds contact met de provincie is daarbij wel van belang zodat er toch van voldoende verantwoording sprake blijft.

### 4.2 Betekenis voor DOPS Recycling Technologies

Het gemis van geld, dat ten tijde van het inschrijven voor deze challenge nog vrijwel ontbrak, werd als een vertragende factor ervaren. Het kunnen doen van de laboratoriumproeven was een stap die genomen moest worden om geloofwaardigheid bij anderen te wekken. Het was echter ook een stap die in eerste instantie als niet noodzakelijk werd ervaren omdat de productie-ervaring pas echt in de pilot zou kunnen worden vergaard.

De oprichters zijn gewend om met hele grote industriële installaties te werken en het was dan ook het doel om snel groot te kunnen bouwen. Daarvoor zouden echter sterke financiers nodig zijn. Klein, maar fijn is niet een oplossing voor een groot industrieel probleem, voor de grote hoeveelheid van broeikasgassen die ge-emitteerd worden. Voor zoiets is een industriële oplossing nodig, onze gedachte was dus recht op het doel af, meteen groot.

Zo werkt het alleen niet als men zelf niet het kapitaal heeft om meteen die stap en dat risico te nemen. Men zal het pad moeten volgen met de bijbehorende Technology Readiness Levels (TRL 1 t/m 9) omdat die in technologieontwikkelingsland worden geaccepteerd en minder risicovol zijn dan in een keer een grote stap.

Het prijzengeld was het duwtje in de rug om toch maar die proeven te gaan doen. Ons kapitaal was ineens verdubbeld en dat bracht wat gevoelde ademruimte om die stap te zetten. Daardoor kon er praktisch gewerkt worden en zijn de oprichters meer een team geworden.

DOPS was net drie maanden opgericht toen de Plastic Challenge in beeld kwam. Achteraf gezien was de timing voor ons perfect. Achteraf zijn de testen ook zeer nuttig gebleken. Niet alleen voor wat we direct van de testen leerden. Vooral ook wat de testen betekend hebben voor hoe anderen naar ons kijken.

Bijkomend was dat voor het uitvoeren van de testen al derde partijen noodzakelijk waren. Het heeft een start en stimulans gegeven voor het opbouwen van een netwerk.

### 4.3 Lessen voor onszelf

1) Een belangrijke les voor onszelf was dat we in de contacten met derden zo snel mogelijk de vrijblijvendheid er uit moeten zien te halen. Echte commitment is van groot belang en zolang die niet verkregen wordt kan je nergens op bouwen. Commitment van derden kan in verschillende vormen blijken:

- Het beschikbaar stellen van faciliteiten (in dit geval de oven en analyse faciliteiten) is een hele duidelijke. Overigens, ook daar geldt dat een vage toezegging niet genoeg blijkt te zijn.
- Het leveren van (test-)materialen is een andere vorm van commitment.

- Ontvangst op een hoger niveau in de organisatie (directie of ten minste opdracht bevoegd) is een derde vorm van commitment. Dit was in het kader van deze challenge niet specifiek aan de orde.
- De duidelijkste vorm van commitment is het aangaan van een partnerschap in een project. Voor deze challenge was dat ook niet aan de orde, voor de volgende stap in onze ontwikkeling was dit wel degelijk van belang.

2) Voor onszelf was het ook van belang om een balans te vinden tussen quick en dirty testen of al meteen degelijk en gefundeerd onderzoek doen. In de praktijk hadden we hierin een middenweg. Gedegen onderzoek, alles vooraf gepland en beschreven zou misschien doel moeten zijn maar vermindert ook weer de flexibiliteit (in tijd, plaats en uitvoering). Goed vastleggen wat je gedaan hebt blijkt telkens weer van groot belang, omdat anders veel informatie weer verloren gaat (of achteraf veel uitzoekwerk vraagt om de informatie weer te verzamelen). Vooral bij de experimenten was dit van belang. Wanneer we meer experimenten gaan doen (met de laboratorium schaal reactor) moet dit in elk geval beter dan met de experimenten die we nu gedaan hebben. Aan de andere kant heeft de snelheid en flexibiliteit waarmee we de proeven uiteindelijk konden uitvoeren er wel toe geleid dat we veel meer verschillende materialen getest hebben er daar ook weer veel van geleerd hebben.

3) Snel en flexibel of bureaucratisch. Hier geldt in feite hetzelfde als hierboven. Goed voorbereiden helpt zeker, bureaucratie (waarschijnlijk) niet.

4) Grote stappen of incrementele ontwikkeling: Met het beperkte bedrag konden we een paar eerste stappen zetten die nu geleid hebben tot het concept voor de laboratorium reactor. Hadden we nu al enkele miljoenen beschikbaar gehad dan hadden we meteen een pilot schaal reactor kunnen bouwen. Vermoedelijk zouden we dan zaken over het hoofd zien wat tot (ook weer) kostbare aanpassingen aanleiding zou geven. Ook zou de uitvoering van testen per test meteen kostbaar zijn (en veel organisatie vragen). We zouden minder testen doen en minder kennis vergaren.

Met deze challenge, en de beperking van het bedrag, zijn we gedwongen geworden om eerst op kleine schaal proeven te doen. De inzichten die we hierbij al geleerd hebben zijn meer dan verwacht. Dat we vanuit deze proeven nu een laboratorium reactor laten bouwen, ook weer een incrementele stap, geeft ook weer een extra mogelijkheid om straks snel en veel testen te kunnen doen. Voor deze testen is dan ook nog weinig materiaal benodigd en zijn er nog geen complexe vergunningen noodzakelijk. Het lijkt zodoende een effectieve route waarbij veel kosten naar een later plan verschoven kunnen worden.

Al met al is een incrementele ontwikkeling van de techniek een degelijke route, al is het misschien niet de allersnelste.

#### 4.4 Disruptie versus geleidelijke ontwikkeling

Waar we ook achter kwamen was dat ons proces disruptief werkt op de bestaande praktijk en industrie. Dit hebben we ons in het begin niet zo gerealiseerd. Geleidelijk loop je hier tegenaan en dat heeft consequenties:

- Een voorbeeld is dat veel pyrolyse projecten die nu lopen inzetten op een route van pyrolyse olie en dan naar olefinen om nieuwe plastics te maken. Onze route zet in om syngas te maken om dan vanuit het syngas via methanol of butadiol nieuwe plastics op te bouwen. Wat ons inmiddels blijkt is dat de pyrolyse route voor de bestaande chemie mooi lijkt aan te sluiten op hun bestaande processen (en infrastructuur). Dit is de reden dat de grote (olie-) bedrijven de pyrolyse route steunen. Waarom wij denken dat onze route ten minste aanvullend (maar eigenlijk ook vervangend) meer kans maakt is de volgende. De pyrolyse route bestaat uit de volgende stappen: voorscheiden, shredden, wassen, nascheiden, pyrolyse, destillatie, zuiveren van pyrolyse olie, hydrogeneren, kraken en nogmaals destilleren. Op dat moment komen de juiste olefinen beschikbaar. De praktijk leert dat op dit moment niet meer dan 9% van het plastic dat de pyrolyse in gaat ook daadwerkelijk terugkomt in nieuw plastic. Onze route bestaat uit de volgende stappen: Afval direct zonder voorselectie de DCI-reactor in, syngas zuiveren, methanol produceren en van daaruit de chemie opbouwen. Dit vraagt echter andere installaties bij de chemie-reuzen en maakt bestaande infrastructuur van hen overbodig. Dit verklaart afstandelijkheid in deze markt.



- Bij de vuilverbranders zien we iets soortgelijks. Zij willen blijven verbranden (WtE, Warmte naar Energie) en willen hun klimaat impact redden door CO<sub>2</sub> af te vangen en op te slaan (CCS) of nog te benutten (CCU). Voordeel voor hen is dat de Verbranden + CCS-route een end of pipe oplossing is die hun bestaande infrastructuur in stand houdt. Wat vergeten wordt is dat de CCS zoveel energie kost dat er van de E van WtE eigenlijk weinig of niets overblijft. Onze techniek is veel efficiënter, zowel energetisch als met betrekking tot de benodigde installatie-omvang. Voor de huidige WtE bedrijven bedreigend omdat hiermee hun bestaande assets overbodig gaan worden.
- Bij rioolwaterzuivering wordt nu eerst een aerobe vergisting toegepast in grote aeratiebassins. Vervolgens wordt het ontstane (primaire) slib verbrand. Bij de aerobe vergisting komt heel veel CO<sub>2</sub> vrij, samen met significante hoeveelheden methaan dat direct in de atmosfeer verdwijnt. Door het grote watergehalte van het slib, en de moeilijkheid om dit mechanisch te ontwateren, kost verbranding echter eerder energie dan dat het energie oplevert. Een aantal rioolwaterzuiveringsbedrijven proberen dit te verbeteren door het primaire slib anaerob na te vergisten. Dit levert meer methaan op (dat hier wel wordt afgevangen), maar ook weer CO<sub>2</sub>. Het 'digestaat' dat overblijft heeft echter nauwelijks nog verbrandingswaarde en blijft als afvalstof over. DOPS' DCI-reactor produceert veel koolstof. Een idee is om het rioolwater voornamelijk in een actief kool-bed te reinigen, eventueel aangevuld met halofyten (rietplanten die in symbiose leven met stikstofbindende bacteriën in hun wortelgestel). Bij de vastlegging van de nitraten komt zo geen CO<sub>2</sub> vrij maar wordt dit in biomassa vastgelegd. De biomassa van het riet, samen met het slib, vormt een prima voeding voor een DCI-reactor. De groei van het riet kan ook gebruikt worden om het slib te drogen. Bij elkaar zou dit een route zijn die tot veel minder CO<sub>2</sub> uitstoot leidt, effectief zelfs tot het vastleggen van CO<sub>2</sub> en de omzetting naar syngas. Voor de rioolwaterzuiveringsbedrijven betekent dit echter dat hun bestaande assets (de bassins etc.) overbodig worden. Opnieuw een disruptie.
- Tenslotte wordt nu het meeste groen-afval gecomposteerd en wordt de compost als grondverbeteraar gebruikt. Echter, ook bij het composteren komt weer veel CO<sub>2</sub> vrij. Alles wat nu gecomposteerd wordt kan met een DCI-reactor omgezet worden in syngas. Ook hierbij worden de koolwaterstoffen weer benut als grondstof voor nieuwe chemische producten (plastics). Echter, ook hier zullen de compost bedrijven hun nering verliezen.

Consequentie van een disruptieve technologie is dat bestaande bedrijven er niet direct op zitten te wachten. Pas als ze zien dat ze er echt niet omheen kunnen komt hun interesse. Voor het ontwikkelen van onze technologie moeten we dus niet te veel verwachten van de bestaande (grote) industrieën maar ons vooral richten op bedrijven die ook echt iets willen doen aan de problemen van deze tijd. Dit zijn vooral de sterkere familiebedrijven.

#### 4.5 Bijsturen of draaien

We zijn tegen een aantal dilemma's aangelopen die met name te maken hebben hoe we onszelf het beste kunnen presenteren. Voor de koers van hoe wij verder gaan heeft het niet veel invloed. Voor de beeldvorming echter wel:

- Verwerken wij afval of verwerken wij reststromen die bij andere processen vrijkomen. Is het afval of grondstof. Dit lijkt semantiek. Echter, wordt iets eenmaal afval genoemd dan wordt elk product dat je maakt ook afval. Dit heeft te maken met de huidige wettelijke regelingen. Voor transport, opslag, verwerking en verkoop van afval zijn allemaal specifieke vergunningen benodigd. Dit kan verandering vertragen. Wij verwerken dus geen afval maar reststromen. Bij onze leveranciers verzamelen ze dus ook geen afval maar DOPS-feed.
- Noemen we onze thermo-chemische omzetter een oven of een reactor. Een reactor levert bij het publiek vaak de indruk van grote (vervuilende) industrie (of de associatie met kernreactoren). Een oven kost echter weer energie of heeft de associatie van verbranden. We houden het dus maar op een reactor, ook al past hij IOOBY (in our own backyard)
- Noemen we ons proces pyrolyseren, carboniseren of vergassen. In feite doen we alle drie. Er zijn veel pyrolyseprocessen, maar die stoppen bij pyrolyseren. Er zijn veel vergassingsprocessen (of vergassers), maar die werken allemaal met partiële verbranding van de vaste massa. Wij verbranden pas (partieel) in de gasfase. Hierdoor wordt er veel minder CO (of CO<sub>2</sub>) bij ons proces geproduceerd. Vergassen is dus ook niet

het juiste woord. Tenslotte carboniseren we onze feed stock. Maar houtskoolproductie is ook carboniseren maar daarbij kraken ze het gas dat ontstaat niet tot syngas.

Uiteindelijk zijn wij tot de conclusie gekomen dat we ons DCI-proces het beste een thermo-chemische omzetting (of conversie) kunnen noemen.

- Kunnen we de stelling van “Zero Emissie” waarmaken. Uit het proces zelf komt geen CO<sub>2</sub> vrij. We maken vooral waterstof en koolmonoxide, met een klein beetje (2% tot 5%) CO<sub>2</sub>. Met de omzetting van syngas naar methanol wordt ook het CO<sub>2</sub> volledig omgezet. Met de omzetting van syngas naar waterstof komt de CO<sub>2</sub> boven op de CO<sub>2</sub> die bij deze omzetting vrij komt. Conclusie is dus “vrijwel zonder CO<sub>2</sub> uitstoot”. Daarnaast hebben we mogelijk nog emissie van zouten in het waswater van de gaswassing. Dit zal om kleine hoeveelheden gaan, en mogelijk is een deel van deze zouten nog weer als waardevolle grondstof terug te winnen.
- En brengen we nu een oplossing ter vermindering van de klimaatramp die zich voltrekt of leveren we een oplossing voor het tekort aan grondstoffen? In feite doen we beiden. En beiden zijn belangrijk!!

#### 4.6 Ontwikkeling van netwerk

Een ding dat duidelijk is voor startende bedrijven: Het is van belang dat je een goed netwerk om je heen hebt. Dit kunnen toeleveranciers, afnemers, partners, concullega's of financiers zijn (of combinaties van deze). Bij het (koud) benaderen van potentiële partijen voor een netwerk helpt het dat kan zeggen dat je een ontwikkelprijs of innovatieprijs van de provincie hebt gewonnen. De partijen die je benadert zullen ten minste even luisteren naar wat je te vertellen hebt. Ook kan je hiermee duidelijk maken dat je 'ze' niet benadert om geld of gunsten te krijgen: Het betekent dat je ook in staat bent om te betalen voor concrete diensten.

#### 4.7 Pitchen en de gevolgen van publieke aandacht

Het mee doen met de Challenge was een hele ervaring op zich. Zo moesten de oprichters opeens echt publiekelijk vertellen wat ze nu wilden gaan doen. Daarvoor hadden ze nog veilig onder de radar weten te blijven. Pitchen over iets dat nog niet bestaat, waar je in gelooft, maar ziet dat anderen het nog niet vatten, is lastig als je dat voor de eerste keer moet doen.

De opbouwende kritiek die werd gegeven wees de oprichters erop dat het verhaal te technisch was geweest. Dat kwam enigszins onverwacht omdat “het toch al zo enorm vereenvoudigd uitgelegd was”. Het was een duidelijk leerpunt wat ertoe heeft geleid dat het verhaal dat nu gepresenteerd wordt veel meer onze visie weergeeft, en minder over de techniek gaat. Het gaat veel meer over de mogelijkheden van de technologie en hoe die technologie er kan (en moet) gaan komen.

Het winnen van een prijs leidt ook tot publieke aandacht. Je krijgt meteen volgers op sociale media, je product of dienst wordt zo al snel bekend bij een groter publiek. Voor een B2C startup zal dit meteen van groot belang zijn. Voor een B2B is de impact beperkter. Wat wel vaak kan gebeuren is dat van een contact een volgend contact weer volgt. Houd echter goed in de gaten waar je eigen behoeften liggen: Sociale media en aandacht vragen ook veel tijd om de aandacht vast te houden, en tijd is een schaars goed.

Binnen de 'familie' en vriendenkring is het winnen van een prijs tenslotte altijd een mooi verhaal. Misschien dat het kan helpen voor wat meer begrip als je er 'even' niet bent omdat je te druk bent met je startup.

#### 4.8 Lessen voor andere starters

Van elke starter komen lessen naar voren die voor andere starters ook van belang (kunnen) zijn.

Een aantal lessen die wij zouden willen delen zijn:

- Starten doe je niet alleen, zorg voor een sterk team om voldoende aandacht te kunnen geven aan alle aspecten die bij het starten van een bedrijf komen kijken. Vier onderwerpen die echt 'gedekt' moeten zijn:
  - De techniek: Hier draait het vaak om. Of dit nu een product is, een dienst is of een proces, het moet technisch goed in elkaar zitten en fouten moeten constant verbeterd worden. In een open markt moet je ook zorgen dat je op jouw terrein de beste bent en blijft. Test – ontwikkel – test – ontwikkel zo veel en zo snel je met je team kan realiseren.

- Zorg dat je 'bedrijf' ook snel echt een 'bedrijf(je)' wordt: Goede rechtsvorm, statuten, administratie, bankrekening(en), belasting en digitale identificatie. Maar ook interne procedures en afspraken, IT (email, makkelijk kunnen delen van bestanden, opbouw van bibliotheek, formats en templates) en IP (veel financiers worden pas wakker wanneer je een patent hebt op jouw technologie). Zorg ook voor een identiteit, website (zonder website, hoe rudimentair ook, besta je niet) en zelfs een mooi logo geeft een boost aan jullie startup.
- Het vinden van (potentiële) klanten, maar vooral ook uit te vinden wat hun wensen en noden zijn (en waar en hoe jouw bedrijf hen zou kunnen helpen) is ook een werkstroom die vanaf het begin af aan aandacht vraagt. Jouw product zal voor hun meerwaarde moeten hebben. En uiteindelijk moet daar je omzet vandaan komen. Weet hoe jij jouw business ziet, en hoe dat aansluit bij de wensen van jouw potentiële klanten. Wees overigens niet bang om daarin, op basis van wat je van hun hoort, eventueel ook bij te sturen.
- En tenslotte geld, geld, geld en geld... Als start- en groei bedrijf heb je vaak nog geen of weinig inkomsten. Zorgen voor de volgende stap of ronde van financiering vraagt tijd, veel tijd en voortdurend aandacht. Of het nu om een (innovatie) krediet gaat, een ronde van crowd funding, een subsidie, een samenwerkingsovereenkomst, het maakt niet uit. Het vraagt gedegen voorbereiding, aandacht, op tijd indienen van (de juiste) informatie. Sommige zaken kan je uitbesteden. Maar uiteindelijk zal je vanuit jullie startup ook veel zelf moeten doen.
- Een training met en een netwerk van andere startende bedrijfjes helpt echt. Je leert van elkaar, kunt raad vragen aan elkaar, stimuleert elkaar. Een startup training (bij ons van Go!NH, maar kan ook van YesDelft of een andere startup training) is nuttig en leerzaam. Het geeft je ook een benchmark: stel dat een kwart het redden, hoor jij bij het beste kwart van jouw startupklasje? Let er wel op: Het kost ook weer tijd, en sommige trainingen ook best veel geld.
- Het helpt ontzettend wanneer de teller (cash out) niet meteen voluit begint te lopen. Starten vanuit een (parttime) baan, vanuit een studie, vanuit een (vroeg-) pensioen kan enorm helpen om de uitgaven laag te houden. Dit geeft je de mogelijkheid om je product vast beter te krijgen, om een betere markt fit te vinden, om een technologie verder te ontwikkelen en te bewijzen en vooral om te voorkomen dat je eigen aandeel te vroeg en te veel verwatert. Hoe verder de ontwikkeling van je product of proces gevorderd is (gebruik de TLR-systematiek van de EU) en hoe beter bewezen (met concrete testen of proeven), hoe meer waarde er al in je bedrijf zit voordat er buitenstaanders aan boord komen. Ook met subsidies en innovatieleningen kan je al een heel stuk op weg komen voordat er echte investeerders aan boord hoeven te komen.
- Goed kunnen pitchen is mooi en helpt. Verwacht hier echter geen wonderen van. De inhoud moet uiteindelijk de waarde van je bedrijf bepalen, niet per se het gelikte verhaal.
- Beloof niet te veel: Ontwikkelingen gaan nooit vanzelf, duren vaak langer dan gepland of de resultaten zijn minder dan je in eerste instantie gehoopt had. Het is altijd leuker iets eerder af te hebben, of meer of beter resultaat te presenteren dan om achteraf tegenvallers te moeten toelichten.  
Wees echter ook niet te bescheiden: Met bescheidenheid heeft nog niemand de wereld veroverd!  
De beste manier is om je beloftes te beperken tot wat je ook echt hard kan maken maar tegelijkertijd een perspectief te tonen dat misschien wat verder gaat dan je ook echt kan realiseren. Het perspectief zorgt voor ieders enthousiasme, zonder dat je op gemaakte beloftes hoeft terug te komen.
- Houd het vooral ook leuk! Het is waanzinnig spannend en motiverend om aan 'iets nieuws' te werken en om ook echt iets op te bouwen. De realiteit vertelt ons dat het niet iedereen ook echt zal lukken om iets moois ook echt van de grond te krijgen. Zolang de route leuk was, hoef je er nooit spijt van te hebben.

## 4.9 Lessen voor de Provincie Zuid Holland

Iets waar de oprichters eerder tegenaan waren gelopen was dat subsidies en fondsen in Nederland provinciaal zijn ingericht. De vestigingsplaats bepaalt met welk fonds of op welke subsidie men aanspraak zou mogen maken. DOPS Recycling Technologies is gevestigd in Beverwijk in Noord-Holland, dus vanuit dat oogpunt was het ook een verrassing dat DOPS Recycling Technologies überhaupt mee mocht doen met de P>ACT challenge, die in Zuid-Holland wordt georganiseerd. Een leerpunt uit die ervaring is dat ondanks die regels er ook mogelijkheden zijn als men maar het gesprek aan gaat. Voor de provincie is het goed te weten dat het geen kwaad kan het net wat ruimer uit te gooien.

Aan de andere kant is ook geleerd die regio gebondenheid in het voordeel van het bedrijf te benutten. Een consortium bouwen met bedrijven in de directe omgeving is een krachtige katalysator om in aanmerking te komen voor regionale subsidies. Uiteindelijk zal de provincie toch ook profiteren van een starter buiten hun grenzen. De verbondenheid (en het netwerk) is gezaaid en goede technieken blijven niet tot provinciegrenzen beperkt.

Voor de provincie Zuid-Holland is het denk ik mooi om te weten dat hun Challenge ook echt een bijdrage heeft geleverd voor ten minste onze startup. In alle bescheidenheid, hierbij nog enkele opmerkingen:

- Een deskundige jury, of tenminste een echte deskundige in de jury, is belangrijk om kansen van een nieuwe ontwikkeling ook echt te kunnen beoordelen. Zonder een deskundig jurylid had onze pitch (en informatie) vast niet tot het winnen van deze prijs geleid (al ligt dat misschien dus ook aan ons).
- De samenwerking tussen kleine bedrijven en de echte grote is niet eenvoudig. Tijdschalen voor beslissingen lopen erg uiteen (drie maanden is voor een groot bedrijf heel snel om ergens over te besluiten, voor een startup is dit misschien wel een kwart van hun bestaan). Grote bedrijven (denken dat) ze niet veel te winnen hebben. Grote bedrijven kijken vaak vooral naar de korte termijn (een tot drie jaar vooruit), ze zitten niet te wachten op iets wat hun business zou kunnen verstoren of bedreigen.  
Daar staat tegenover dat grote bedrijven veel kennis in huis hebben, en meestal ook veel faciliteiten in de vorm van laboratoria en bijvoorbeeld een groot pr-apparaat. Stimuleer grote bedrijven door hun inbreng apart te vergoeden, door positieve publiciteit te bieden, via het netwerk van de provincie (bv de Omgevingsdiensten), etc.. Grote bedrijven moeten over de gedachte dat alles meteen geld moet opleveren heenstappen. En vooral ook over het 'not invented here' syndroom.  
Het is voor de provincie makkelijker om commitment van een groot bedrijf te verkrijgen dan voor een startup.
- Het is ons gebleken dat onderzoekers en hoogleraren bij de universiteiten vaak tot over hun oren in het werk zitten. Ze hebben al allerlei eigen onderzoeksprogramma's lopen en zitten niet te wachten op nog meer ideeën van een startup. Toch is de samenwerking, vanaf het begin, van een startup met een universiteit vaak zeer nuttig. Ook hier speelt de bij de universiteit aanwezige kennis een rol, evenals de faciliteiten. Stimuleer de deelname van universiteiten door hen te helpen met (nieuwe) faciliteiten, of met bijvoorbeeld een promotieplaats.
- Specifiek aandacht voor "chemie-starters" kan geen kwaad. Veel nieuwe ontwikkelingen en veel nieuwe ideeën hebben een chemische component. Voor de starter is het vaak ondoenlijk om zelf al meteen een lab op te zetten. Wanneer de provincie hier iets aan kan doen (in de vorm van broedplaatsen met dergelijke faciliteiten) zou dat veel starters kunnen helpen.
- Probeer micronetwerkjes te kweken van startups, MKB-partners, universiteiten, subsidie instellingen, leveranciers en afnemers rond de startup. Een startup is gebaad bij een goed ecosysteem, mini-netwerk, waar binnen het een eerste groeistap kan maken.
- NGO's zouden ook een rol kunnen spelen bij het stimuleren van bepaalde ontwikkelingen. De combinatie van een startup en een NGO zou heel sterk kunnen uitpakken.
- Ik denk dat een mix van grotere en kleinere Challenges, met bijbehorende grote en kleinere prijzen, een goede mix van innovatieve ontwikkelingen kan stimuleren.
- Zorg dat er voldoende bekendheid wordt gegeven aan de uitstaande Challenges. Publiceer ze op meerdere platvormen, in De Ingenieur, bij NGO's, in diverse tijdschriften waar de doelgroep mogelijk gevonden kan worden. Zorg dat er voldoende voorbereidingstijd is voor het samenstellen van een complexere

samenwerking als dat voor een bepaalde challenge van belang is. Extra tijd tussen een voorselectie en de definitieve pitch kan ook een optie zijn. Kleine eenvoudige Challenges zijn gebaat bij korte termijnen en een vlotte afhandeling.

- Samenwerking over de provincies heen zou het innovatieve klimaat verder kunnen versterken. Partners uit meerdere provincies zouden ook een kans moeten maken. Provinciegrenzen zijn ook maar kunstmatig. De meeste (klimaat-) problemen beperken zich niet tot de provinciegrenzen.
- Vraag startups wat ze echt nodig hebben!

## 5 Nawoord

Het winnen van de P>ACT challenge heeft ook andere gevolgen gehad. Zo was daar het eerste persmoment, DOPS Recycling Technologies werd ineens op LinkedIn gevonden en is er contact gelegd met Innovation Quarter. Van die partij heeft DOPS Recycling Technologies subsidie ontvangen om de volgende stap, dus opvolgend aan de proeven die voor P>ACT zijn uitgevoerd, te kunnen zetten. Tijdens het schrijven van dit rapport en de eindpresentatie wordt de laboratorium versie van de gepatenteerde technologie gebouwd.

De ontwikkeling gaat voort, zo ook de groei van het bedrijf DRT. De start was een idee en een voornemen. P>Act was een zetje om ook echt praktisch te beginnen. De oprichters zien de toekomst met vertrouwen tegemoet.

Tenslotte kwam dit rapport mede tot stand met dank aan:

- Provincie Zuid-Holland die ons met de “Plastic Challenge” uitdaagde om deze proeven te gaan doen en door ons als (mede-) winnaar aan te wijzen het voor ons ook financieel mogelijk maakte. Specifiek zijn hierbij te noemen:
  - Els Boesveld, uitschrijver van de challenge en jury lid. Zij was het ook die ons aanmoedigde hier mee door te gaan, ons de ruimte gaf uit te lopen maar ons op afstand wel begeleidde.
  - Bowine Wijffels, opdrachtgever voor deze challenge en jurylid.
  - Marcus Flick, onafhankelijk adviseur van de provincie Zuid-Holland en van Innovation Quarter. Marcus heeft ons ook tijdens dit project aangemoedigd om met onze DCI-technologie door te gaan en heeft ons aanbevolen voor een subsidieaanvraag bij Innovation Quarter.
- Gouda Refractories waar wij tegen een beperkte vergoeding gebruik konden maken van hun laboratorium faciliteiten, met name de oven, de retorts de weegschaal en wat er zoal niet aanwezig was. Specifiek wilde ik hierbij noemen:
  - Johannes Boersma die ons thuis maakte in het lab, ons adviseerde en die de stank die wij met onze proeven meerdere keren produceerden binnen de organisatie met de mantel der liefde bedekte.
- Promolding voor het aanleveren van plastic monsters.
- NTCP voor het delen van kennis en leveren van plastic monsters.
- TU Delft, al liep het uiteindelijk niet zoals gepland, het contact met de TU heeft ons wel degelijk verder geholpen.

## 6 Bijlagen

# P>ACT

Circulaire Kunststof Challenges  
Oproep en Uitvraag provincie Zuid-Holland  
5 juli 2021



provincie  
Zuid-Holland

**Prijzen:** 3 x € 50.000  
**Openingsdatum:** 5 juli 2021  
**Sluitingsdatum:** 13 september 2021 (17.00 uur)  
**Info en Contact:** [www.zuid-holland.nl/pact](http://www.zuid-holland.nl/pact)

## Challenge 1 Verminderen van plastic verpakkingen in de tuinbouw

**Wat?** De provincie daagt jou uit om samen met ons plastics te verminderen door met oplossing te komen voor herbruikbare verpakkingen in de tuinbouw, slimme retourlogistiek of een idee waardoor minder verpakkingen nodig zijn. Meld je nu aan en maak kans op een prijs van 50.000 euro om je plan uit te voeren. We zoeken naar:

- Slimme retourlogistiek, inclusief reiniging en monitoring, gericht op samenwerking in de keten.
- Een systeem toepasbaar in (een deel) van de tuinbouw keten.
- Een systeem waarin gebruik wordt gemaakt van een alternatief verpakkingsproduct (biobased, recycalaat) of een innovatie dat veel verpakking vervangt.

De winnaar gaat werken aan een pilot, prototype, demo, product of dienst.

**Voor wie?** Ondernemers, startups, logistieke partners, tuinbouwbedrijven, wereldverbeteraars en andere slimme koppen.

**Hoe?** Dien voor 13 september een projectplan in.

**Meer informatie?** [www.zuid-holland.nl/pact](http://www.zuid-holland.nl/pact) en kom 3 september naar de online informatie dag

## Challenge 2: vernieuwende oplossingen voor een circulaire plastic industrie

**Wat?** De provincie Zuid-Holland daagt je uit om onze plastic industrie in 2050 100% circulair te maken. Meld je aan en maak kans op een prijs van €50.000 euro. De transitie naar circulair vraagt om een andere aanpak in de keten. Daarom zoeken we naar:

- Technische innovaties (bv. chemische recycling)
- Nieuwe samenwerkingen (bv. verander-netwerken of coalities).
- Digitale oplossingen, (bv. blockchain voor materiaalstromen of Artificial Intelligence voor sorteren).
- Nieuwe verdienmodellen (bv. onderzoek naar circulaire verdienmodellen industrie)
- Of jouw unieke idee dat concreet kan bijdragen aan de transitie.

De winnaar gaat werken aan een concreet resultaat zoals bijvoorbeeld een pilot, prototype, onderzoek of bijeenkomsten.

**Voor wie?** Startups, ondernemers, studenten, techneuten, onderzoekers, ICT'ers, netwerkers, filosofen, economen, wereldverbeteraars en andere slimme koppen.

**Hoe?** Dien voor 13 september een projectplan in.

**Meer informatie?** [www.zuid-holland.nl/pact](http://www.zuid-holland.nl/pact) en kom op 3 september naar de online informatie dag.

Inschrijvingen worden beoordeeld op mate van impact op het sluiten van de kunststofketen, vernieuwend karakter, betrokkenheid van ketenpartijen, schaalbaarheid en haalbaarheid. De winnaars van deze P>Act Challenge gaan in 2021/2022 een halfjaar lang met een bijdrage van max. € 50.000 en eigen inbreng van minimaal 50% van de aangevraagde bijdrage hun innovatie in concrete vorm uitwerken. Kennis en ervaring die ze daarmee opdoen worden in de vorm van een eindverslag openbaar gedeeld.



**Meindert Stolk**

*Gedeputeerde Tuinbouw en  
Circulair, provincie Zuid-Holland*



"In 2050 wil de provincie Zuid-Holland 100% circulair zijn. Dit lukt alleen als we allemaal meedoen en meedenken, in alle sectoren. In de tuinbouw bijvoorbeeld wordt veel gebruik gemaakt van plastic verpakkingen. Voor het vers houden van producten of voor het vervoer. Mooi als we die veel vaker kunnen hergebruiken. Gelukkig zijn er ontzettend innovatieve ondernemers in onze provincie die hier vast veel goede ideeën voor hebben. Ik ben benieuwd!"

maken we geen gebruik meer van fossiele grondstoffen en is er geen sprake meer van afval maar van her te gebruiken grondstoffen. Het gebruik van kunststoffen voor eenmalig gebruik wordt afgebouwd en op termijn verboden. Reparatie en hergebruik worden het nieuwe normaal en wat niet her te gebruiken valt wordt met innovatieve technieken gerecycled. Vanuit het landelijke grondstoffenakkoord zijn per provincie transitieagenda's ontwikkeld. In lijn met die agenda's stimuleert de provincie Zuid-Holland voor het thema kunststoffen het gebruik van retoursystemen van verpakkingen en een circulaire industrie. Daarnaast verkent de provincie mogelijkheden om het Rotterdamse Haven Industrieel Complex zijn strategische positie als grondstoffen-hub in een circulaire economie te laten behouden en te laten versterken. Mogelijk met een doorgroei naar een circulaire materialen hub om Europa van secundaire grondstoffen te voorzien.

#### *Vernieuwersnetwerken*

In de strategie Circulair Zuid-Holland staat een transitieaanpak centraal: beginnen met het opzetten van vernieuwersnetwerken rondom thema's waarbij stakeholders energie, urgentie en behoefte hebben aan coalitie- en agendavorming én waar we als provincie het verschil kunnen maken. De vernieuwersnetwerken zijn anders dan bestaande netwerken. Ze bestaan vaak uit spelers die nieuwe waardenketens aan het vormen zijn. Partijen die normaal niet met elkaar samenwerken zien de meerwaarde om dat nu wel te doen, waarbij samenwerking wordt gezocht met kennisinstellingen en overheden.

## Inleiding

*De economie in Zuid-Holland floreert. Tegelijkertijd bevindt Zuid-Holland zich in een omvangrijk vernieuwingsproces richting een circulaire samenleving. Twee belangrijke economische gebieden in Zuid-Holland zijn het Haven Industrieel Complex en de glastuinbouw. Beiden van betekenis in de wereldwijde economie. Echter de grotendeels op fossiele grondstoffen gebaseerde industrie en een (glas)tuinbouwsector die nog veel single-use verpakking gebruikt, staan voor een grote transitie. De P>ACT Challenge 2021 richt zich op de circulaire transitie van kunststoffen (plastics) binnen deze twee belangrijke sectoren.*

#### *Circulair Zuid-Holland - Kunststoffen*

Kunststoffen worden in veel producten verwerkt, vaak in de vorm van verpakkingen die na een korte levensduur in de verbrandingsoven belanden of zelfs als zwerfvuil in het milieu. Dit veroorzaakt naast onnodig materiaalverlies en CO<sub>2</sub>-uitstoot ook problemen voor welzijn en gezondheid van mens, dier en plant. Nederland streeft dan ook naar volledig gesloten kringloop van kunststoffen in 2050. Op dat moment

**Jeannette Baljeu**

*Gedeputeerde Industrie en  
Havengebied, provincie Zuid-  
Holland*



"Als Zuid-Holland werken we iedere dag met zijn allen aan een toekomstbestendig Haven Industrieel Complex: Een duurzame hub voor grond- en brandstoffen. Om dit voor elkaar te krijgen is samenwerking hard nodig! Met deze challenge dagen wij dan ook vindingrijke ondernemers uit om mee na te denken over deze duurzame toekomst."

## Algemene informatie

### Het doel

Provincie Zuid-Holland schrijft twee Challenges uit:

Eén in het kader van **vermindering plastic in de tuinbouwsector** en

Eén in het kader van de **circulaire kunststof industrie**.

Met deze Challenges willen we leren hoe we nu en in de toekomst de ontwikkeling van circulaire kunststofketen innovaties kunnen stimuleren. Dat doen we door een aantal initiatiefnemers helpen hun innovatieve techniek, onderzoek of project (verder door) te ontwikkelen en hun kennis en ervaring, in dat proces opgedaan, te delen met circulaire netwerken. Daarnaast stimuleren we samenwerking en organisatie in de keten en kunnen we mogelijke deelnemers voor vernieuwersnetwerken identificeren.

Beide Challenges zijn de start van een vernieuwersnetwerk waarin kennis en ervaringen wordt gedeeld en obstakels en belemmeringen worden onderzocht.

### Wat is P>Act?

P>Act zet netwerk, kennis en geld in om bedrijven te ondersteunen bij het realiseren van circulaire (gesloten) kunststofketens.

Heeft jouw bedrijf een fantastisch idee om het gebruik van fossiele virgin grondstoffen voor kunststoffen terug te dringen? Heb je hulp nodig bij jouw businesscase, dan kan P>Act je wellicht net dat zetje in de goede richting geven. P>Act biedt je daarnaast strategische ondersteuning, een relevant netwerk en financiële middelen om de business case rond te krijgen en op te schalen.

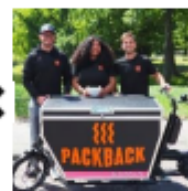
[www.innovationquarter.nl/pact/](http://www.innovationquarter.nl/pact/)

P>Act wordt uitgevoerd door InnovationQuarter en Oost NL.



## Winnaars P>Act Challenge 2019/2020 over deelnemen aan de challenge

**Tine Bakia (PackBack):** De P>ACT challenge is de kickstart geweest van PackBack! Als jonge start-up is het lastig om funding op te halen die ruimte biedt voor innovatie van circulaire systemen en businessmodellen. Met de opdracht konden wij een eerste prototype voor de ideale herbruikbare verpakking maken in samenwerking met essentiële ketenpartners. Ook gaf het ons de mogelijkheid om een eerste pilot te draaien om ons concept te testen in de markt. De challenge biedt de benodigde flexibiliteit om assumpties te testen, te pivoten waar nodig en zo je circulaire service, product of concept te optimaliseren tot een market-ready bedrijf. Door de P>ACT challenge konden wij zo een sterke funding voor PackBack neerzetten waardoor wij vandaag de dag actief in 5 steden in Nederland en België!



**Laura van der Schoor (WPT Biobased):** Door het winnen van de P>Act Challenge heeft WPT Biobased een grote stap kunnen maken in het verbeteren van ons product. Doordat het een relatief snelle regeling is kan je snel starten met de uitvoering. Daarnaast hebben we door het winnen leuke publiciteit, goede nieuwe contacten en partners opgedaan, waarmee we samen weer verder vooruit

## De opdracht

### Opdracht Challenge 1: Vermindering plastics in de tuinbouw

Provincie Zuid-Holland wil graag weten welke innovatie voor herbruikbare verpakkingen kan bijdragen aan een circulaire kunststofketen. Met een grote en innovatieve tuinbouwsector zijn we met name nieuwsgierig naar voor deze sector geschikte retoursystemen inclusief logistiek. De Zuid Hollandse tuinbouw (Greenport West Holland) kan immers in Nederland en in Europa een goed voorbeeld zijn op gebied van retoursystemen voor groenten, bloemen, planten en zaden, ook door de ontwikkelingen van een circulair alternatief voor de veelgebruikte wegwerp (transport) verpakkingen.

Wij zoeken naar systemen die door goede coördinatie en logistiek herbruikbare verpakkingen/producten geschikt maken voor veelvuldig hergebruik in de tuinbouw keten (groenten, planten of bloemeteelt). Het mag hierbij gaan om een nieuw systeem, het implementeren van een bestaand systeem uit een andere sector in de tuinbouwsector of om de verbetering van een bestaand systeem.

Wij zoeken naar innovaties, die de potentie hebben om als hefboom te fungeren richting een circulaire kunststofketen op het gebied van retoursystemen en -logistiek. Systemen die dus impact hebben op de supply chain van tuinbouwproducten, bijvoorbeeld omdat het een schaalbare technologie is waardoor het gebruik van herbruikbare verpakkingen, in welke vorm dan ook, door kan breken in de markt.

Het systeem omvat:

- Een toepassing in (een deel van) de keten.
- De benodigde logistiek, reiniging en monitoring, gericht op samenwerking in de keten.
- Een alternatief product dat de functie(s) van een verpakking vervangt of een circulair alternatief zoals recycklaat of biobased materiaal.

De uitwerking dient een concreet resultaat op te leveren zoals een pilot, prototype, demo, product of dienst.

### Opdracht Challenge 2: Vernieuwende oplossingen voor een circulaire plastic industrie

Chemische recycling innovator, super sorteerder, circulair econoom, digitale of logistieke oplosser? De provincie Zuid-Holland wil het Rotterdamse Haven Industrieel Complex zijn strategische positie als grondstoffen-hub in een circulaire economie te laten versterken. Daarom zoeken wij jou! En jouw innovaties, nieuwe samenwerkingen, onderzoeken en andere oplossingen voor ons doel die daaraan bij kunnen dragen. Een aantal uitdagingen waar we jouw oplossing voor zoeken:

- Voor de ontwikkeling van een regionale circulaire materialen hub is het nodig om reststromen geconcentreerd en goed georganiseerd te laten terugvloeien naar het Haven Industrieel Complex. Waarbij we bij voorkeur verschillende plastic typen gescheiden houden (mono-stromen). Jouw digitale oplossing zoals Artificial Intelligence of blockchain kan de benodigde organisatie en logistiek faciliteren. Of wellicht heb je een organisatorische en logistieke oplossing voor de organisatie van een gesloten mono-stroom recycling systeem.
- Om kunststof reststromen optimaal op industriële schaal te sorteren en mechanisch en chemisch te recycleren zijn technische innovaties nodig. Jouw innovatie op het gebied van sorteren of innovatief hoogwaardig recycleren kan een oplossing zijn.

- We hebben ook veel kennis nodig over technische maar ook economische kwesties. Onderzoeken naar winstgevendende circulaire business cases in de industrie kunnen bijdragen aan de oplossing.
- In de circulaire industrie zullen partijen veel meer moeten samenwerken en afstemmen. Jouw oplossing kan een samenwerkingsverband zijn waarin belangrijke spelers in de industrie innovatieve plannen en afspraken maken.

Met deze Challenge dagen we partijen dan ook uit om bij te dragen aan het ontwikkelen, opschalen of verbeteren van systemen (op potentieel industriële schaal) voor een circulaire kunststof keten.

De uitwerking dient een concreet resultaat op te leveren, bijvoorbeeld een pilot, prototype, demo, product, dienst of serie bijeenkomsten. Het is mogelijk om een onderzoeksvoorstel in te dienen met een rapportage als resultaat. In dat geval dient het voorstel ook concrete activiteiten te omvatten waarbij de informatie uit de rapportage en de presentatie gedeeld wordt met relevante partijen, bijvoorbeeld in de vorm van webinars of workshops.

### **Verslaglegging: delen van opgedane kennis en ervaring (Challenge 1 & Challenge 2)**

De opdracht voor zowel Challenge 1 als Challenge 2 omvat het opleveren van een publieke rapportage en presentatie. Daarin deel je de kennis en ervaring, die je tijdens deze opdracht opdoet met ons en met de relevante netwerken. In de rapportage en presentatie dienen in ieder geval de volgende vragen beantwoord te worden:

- Aan welke innovatie is gewerkt, hoe verliep de samenwerking met eventuele ketenpartners, hoe is de opdracht uitgevoerd, en wat was het resultaat?
- Is de innovatie schaalbaar en wat zou de impact zijn, die de (opgeschaalde) innovatie zou kunnen hebben op de kunststofketen in Zuid-Holland?
- Zijn er ambities en/of plannen om de innovatie verder door te ontwikkelen en welke middelen zijn daarvoor nodig?
- Welke kennis en ervaring is opgedaan tijdens de uitvoering van de opdracht?
  - Challenge 1: Heb je naar aanleiding daarvan aanbevelingen voor partijen in de tuinbouw keten (van grond en kas tot mond en vaas/tuin) of voor bijvoorbeeld initiatiefnemers van soortgelijke innovatieve projecten of voor beleid, dat de provincie Zuid-Holland in zou kunnen zetten om dit soort projecten verder te helpen?
  - Challenge 2: Heb je naar aanleiding daarvan aanbevelingen voor initiatiefnemers van soortgelijke innovatieve projecten die de provincie Zuid-Holland in zou kunnen zetten om dit soort projecten verder te helpen? Voor partijen uit de keten (van grondstoffen producent, tot consument tot recycler)? Of voor beleidsmakers?

### **Optie: business case advies**

Een sluitende business case creëren voor een circulaire economie is een flinke opgave. Daarom willen wij inschrijvers bijstaan met vrijblijvend financieel advies. Het is mogelijk om een business case voor je toekomstige onderneming (gerelateerd aan het onderwerp van je projectplan) mee te sturen met je inschrijving. Medewerkers van de provincie Zuid-Holland en Innovation Quarter met een expertise in finance en business development zullen de business case analyseren en je uitnodigen voor een vrijblijvend adviesgesprek.

## 6.2 Projectvoorstel DOPS Recycling Technologies

### **DOPS' DCI Verkenningen**

Projectplan in het kader van P>ACT van het Innovation Quarter:  
"Vernieuwende oplossingen voor een circulaire plasticindustrie"  
van de provincie Zuid-Holland.

#### **Inleiding**

Plastic producten worden nog steeds gecompliceerder: Nieuwe kunststoffen dienen zich jaarlijks aan, verdergaande integratie van functies (en materialen) neemt nog steeds toe. Deze trend maakt het sorteren, reinigen en direct hergebruik van kunststoffen niet eenvoudiger. En ook de schoorvoetend volwassen wordende chemische recycling technieken (ref. BlueAlp e.a.), waarbij geselecteerde plastic reststromen bij hoge temperaturen gekraakt worden in teer en nafta componenten, hebben hier last van.

DOPS Recycling Technologies' DCI™ (Direct Carbon Immobilization) techniek richt zich in eerste instantie juist op deze complexe "afval" producten, de niet- her te gebruiken en de (sterk) vervuilde kunststoffen. Denk hierbij aan gecombineerd papier en plastic, aan plastic met lijmresten, aan (vezel versterkte) composieten, aan rubbers, aan met grond of etensresten vervuild plastic, aan plastics met weekmakers of brandvertragers en aan sterk met chemicaliën vervuilde plastics. Al die plastic stromen die nu als restafval of als chemisch afval in de (algemene of chemische) afvalverbrandingsovens verdwijnen. Zeg maar het 'putje' van de huidige en de zich ontwikkelende kunststof recycling praktijk.

#### **De Techniek**

De techniek die wij in ontwikkeling hebben kenmerkt zich door een twee-temperaturen regiem: Een hoge temperatuur waarbij alle kunststoffen carboniseren en het vaste residu vrij is van koolwaterstoffen. En voor de gasfase een nog hogere temperatuur waarbij ook persistente kunststoffen (PAK's, PFAS, dioxinen) volledig in kleine, goed te scheiden bouwstenen afgebroken worden. Door een eenvoudige slimme constructie in één enkele vuurvast structuur wordt de gegenereerde warmte optimaal benut.

#### **Het project**

Parallel aan het ontwerpen van een pilot reactor gaan we een serie proeven uitvoeren in samenwerking met de vakgroep Materiaalkunde (3ME) van de TU-Delft. De expertise van de vakgroep en de daar aanwezige ovens en analyseapparatuur sluiten naadloos aan bij de doelstellingen van ons project:

Aantonen dat DOPS' DCI™ techniek gemengde en vervuilde plastic stromen kan scheiden in 'schoon' syngas (als grondstof voor nieuwe chemische producten) en een vast residu waar metalen, mineralen en koolstof als waardevolle grondstoffen uit teruggewonnen kunnen worden.

#### **De monsters**

Voor het proevenprogramma zullen zes verschillende monsters geselecteerd worden uit reële rest-afvalstromen. De monster-hoeveelheden zullen groot genoeg zijn om tot representatieve deelmonsters te komen om alle bewerkingen en analyses meervoudig uit te voeren. We zullen zoeken naar monsters die nu moeilijk verwerkbaar zijn met de huidige recycling technieken. Ten minste één monster zal bewust vervuild worden met een goed bepaalde hoeveelheid van een van de persistente PFAS koolwaterstoffen.

Per monstermateriaal zal circa 20 liter materiaal verzameld worden.

#### **Vorbewerking**

De ruwe monsters zullen eerst verdeeld worden in deelmonsters voor de verschillende bewerkingen. Er zal hierbij opgelet worden dat de monsters voldoende gelijkenis behouden om alle analyses te kunnen vergelijken. Ook zal er van elk monster een deel beschikbaar blijven voor latere analyses of her-testen wanneer de eerste proeven grote verrassingen met zich meebrengen.

Een deel van elk monster zal in kleine stukjes opgedeeld worden en verder gehomogeniseerd. Voor de “analyse vooraf” zal een deel van elk monster verder vermalen en gemengd worden om tot een representatieve bulk-samenstelling te kunnen komen.

### **Carbonisatie stap**

De belangrijkste stap in de experimenten is de carbonisatie van de monsters en het verder kraken van het ontstane syngas. Hiervoor zullen twee bestaande ovens met elkaar gekoppeld worden. In de eerste oven zullen de vaste monsters verhit worden. Dit gaat langzaam, op representatieve wijze voor onze DCI-reactor. De eindtemperatuur zal in stappen opgevoerd worden van 800 °C tot 1200 °C. Tijdens de carbonisatie zullen op verschillende plaatsen in het monster de temperatuur gemeten worden. Dit is van belang, naast verificatie van de bereikte temperatuur, om de warmtegeleidingscoëfficiënt in de carboniserende massa te kunnen bepalen.

De zich ontwikkelende pyrolyse-gassen zullen in de tweede oven verder verhit worden, ook weer in stappen, tot een temperatuur van maximaal 1600 °C. Er zal voor voldoende (representatieve) verblijftijd in de ovens zorggedragen worden.

### **Calorische metingen**

Naast de carbonisatie experimenten zullen er calorische metingen worden uitgevoerd om de noodzakelijke warmte-input voor het proces te kunnen bepalen.

### **Analyses**

De chemische (bulk-) samenstelling zal bepaald worden van de monsters voor carbonisatie, van het vaste residu na carbonisatie, van het ruwe pyrolyse gas en van het na-verhitte gas. Daarnaast zullen er specifieke analyses worden uitgevoerd op de aanwezige koolwaterstoffen in de verschillende stadia van het proces. Voor de monster met PFAS zullen extra gevoelige analyses worden uitgevoerd specifiek gericht op deze stoffen.

### **Nabewerking**

Het vaste residu van elke proef zal nabewerkt worden: Het zal gemalen worden, gezeefd en de verschillende fracties zullen op soortelijk gewicht verder gescheiden worden (allemaal droge technieken). Voor elke fractie zal gekeken worden welke metalen en mineralen aanwezig zijn. Specifiek voor de koolstof (grootste) fractie is het van belang te weten welke elementen zich hier nog aan gebonden hebben. Zijn daar waardevolle metalen bij dan zullen hydro-metallurgische technieken toegepast worden om de metalen separaat terug te winnen.

Voor de gasfase van het gekraakte syngas zullen geen verdere nabewerkingen gedaan worden (anders dan de analyse van de samenstelling). Het syngas zal door de hoge eindtemperatuur van zichzelf al “schoon” (dit zal door de analyses bevestigd moeten worden) zijn. Het verwijderen nog eventueel aanwezig fijnstof, van de halogenen (HF, HCl, HBr) en van H<sub>2</sub>S is bestaande en wel ontwikkelde technologie.

### **Publicatie**

Van het programma zal tenminste één wetenschappelijke publicatie gemaakt worden. Daarnaast zullen de resultaten in artikelen in verschillende op recycling gerichte tijdschriften gepubliceerd worden.

Tenslotte werken wij graag mee met bijvoorbeeld een workshop en/of met netwerkbijeenkomsten van het InnovationQuarter van de provincie Zuid-Holland en van andere betrokken partijen.

### **Planning**

Het project zal starten zodra de uitslag van deze prijsvraag formeel bekend gemaakt is. Het project (inclusief publicaties en eventuele workshops) zal tot en met mei 2022 doorlopen. De proeven zullen in de maanden januari

en februari 2022 worden uitgevoerd. Ook na mei 2022 zal DOPS Recycling Technologies met plezier meewerken met het verdere bekendheid geven, specifiek aan deze proeven en meer algemeen aan de DCI-technologie.

### **Kosten**

De bijdrage van de provincie Zuid-Holland zal met name bestemd zijn voor de bijdrage van de TU-Delft. Dat wil zeggen voor de ombouw (het koppelen) en het geschikt maken van de aanwezige ovens, voor de gebruikskosten van de apparatuur, voor het uitvoeren van de proeven en voor het uitvoeren van alle analyses als hierboven omschreven.

De bijdrage van DOPS Recycling Technologies B.V. zal voor het grootste deel bestaan uit uren. Dit betreft het benaderen van relevante partijen voor het verkrijgen van representatieve monsters, het verzamelen van de monsters, het begeleiden van de ombouw en van de uitvoering van de experimenten, voor het richting geven aan de analyses en de nabewerking, voor de interpretatie van de resultaten en voor de diverse publicaties en voor de voorbereiding en bijdragen aan workshops.

### **Overige ontwikkelingen buiten het project**

DOPS Recycling Technologies is in de verkennende fase van samenwerking met andere partijen met moeilijk te verwerken rest(“afval”)stoffen. Ook hiervoor zullen zo mogelijk experimenten worden opgezet. Het is echter nog te vroeg om hierop te anticiperen.

Naast deze laboratoriumschaal experimenten werkt DOPS Recycling Technologies aan het ontwerp van een pilot installatie. De lab-schaal experimenten zijn voor DOPS van belang om de juiste ontwerpparameters te bepalen en om voldoende basis op te bouwen om toekomstige financiers te overtuigen.

## 6.3 Analyseresultaten van de vaste stoffen

Handelsweg 70  
2988 DB Ridderkerk  
The Netherlands  
T. +31 (0)10-28 23 292  
e-mail: info@tlr.nl



### Analytical Report

**DOPS Recycling Technologies B.V.**  
Attn: Mr. Wiebe Pronker

Netherlands

Reportnr. : **1619390 version 1**  
Sample Arrival Date : 06-May-2022 14:02  
ReportDate Version : **19-May-2022 15:06**  
Packing : Plastic, ambient  
Sampling Date : 06-May-2022  
Samplesize (kg) : 0,06

#### Sample information \*

Disponent Number : 0001  
Sealed / Seal Code : No /  
Product specification : RWZI slib droog voor pyrolyse

\* Information supplied by customer (TLR takes no responsibility for this information).

#### Composition Determination

Parameter	Result (as received)	Result (on dry)	Result (as det)	Result (dry ash free)		
Moisture Airdry			10,57	%		R
Ash		42,66	38,15	%	Q	R
Hydrogen		3,85	4,63	6,72 %		R
Carbon		31,62	28,28	55,15 %		R
Nitrogen		4,36	3,90	7,60 %		R
S. (Sulfer)		1,264	1,130	2,203 %		R
Oxygen (by difference)				28,310 %		

#### Composition Determination

##### Metal and other elements

Parameter	Result (as received)	Result (on dry)	Result (as det)		
Mo (Molybdenum)		14,9	13,3	mg/kg (ppm)	R
Sb (Antimony)		12,19	10,90	mg/kg	R
Tl (Thallium)		< 3,9	< 3,9	mg/kg (ppm)	R
Te (Tellurium)		< 1,0	< 1,0	mg/kg (ppm)	R
Se (Selenium)		1,90	1,70	mg/kg	R
Ba (Barium)		786,7	703,6	mg/kg (ppm)	R
Cl (Chlorine)		0,163	0,146	%	R
F (Fluorine)		330,5	295,6	mg/kg	R
V (Vanadium)		147,1	131,6	mg/kg (ppm)	R
Sn (Tin)		111,0	99,3	mg/kg (ppm)	R
As. (Arsenic)		14,76	13,20	mg/kg	R
Cd. (Cadmium)		3,24	2,90	mg/kg	R
Co.(Cobalt)		20,02	17,90	mg/kg	R
Cr.(Chromium)		129,4	115,7	mg/kg	R
Cu.(Copper)		537,8	481,0	mg/kg	R
Hg. (Mercury)		0,32	0,28	mg/kg	R
Mn.(Manganese)		721,0	644,8	mg/kg	R
Zn. (Zinc)		2552	2283	mg/kg	R
Ni.(Nickel)		107,5	96,1	mg/kg	R

Demanded 06-May-2022 by DOPS Recycling Technologies B.V.  
Analyses according to annex  
Drs. ing. H. Janssens Director TLR International Laboratories

Page 1 of 3



ABN Amro Bank Rotterdam; Accountno: 42.60.49.411; BTW nr./VAT no.: NL - 0043.90.000.001  
All our services are subjected to General Conditions applicable as deposited at the Chamber of Commerce Rotterdam (no. 24130490) and at the registry of the District Court of Rotterdam. Those conditions will be sent to you upon your request.  
TLR International Laboratories is also registered in the register of "GMP+PCS 210+" recognised test laboratories under no. GMPD18011  
Findings are based on the sample as submitted. TLR does not assume responsibility for sampling, selection, representativity and identifications such as codes, markings or product names. Details regarding methodology and measuring uncertainty will be provided upon request. Contact info@tlr.nl



## Analytical Report

Reportnr. : 1619390 version 1  
 Sample Arrival Date : 06-May-2022 14:02  
 ReportDate Version : 19-May-2022 15:06  
 Packing : Plastic, ambient

Sampling Date : 06-May-2022  
 Sample size (kg) : 0,06

Parameter	Result (as received)	Result (on dry)	Result (as det)		
Pb.(Lead)		122,00	109,10	mg/kg	R
<b>Ash Determination</b>					
<b>Common</b>					
CaO.			8,15	%	R
P2O5.			14,79	%	R
SiO2.			39,17	%	R
SO3.			2,11	%	R
K2O.			1,54	%	R
Na2O.			0,83	%	R
Al2O3.			16,85	%	R
BaO.			0,10	%	R
Fe2O3.			14,37	%	R
MgO.			1,84	%	R
MnO2.			0,12	%	R
SrO.			0,04	%	R
TiO2.			0,66	%	R
V2O5.			0,02	%	R
ZnO.			0,32	%	R

**Sample Remarks :**

Alternative preparation via ash due to matrice

Q - Analyses ISO 17025 accredited by RvA (ILAC)

R1 - Carried out by TLR International Laboratories, location Ridderkerk

Demanded 06-May-2022 by DOPS Recycling Technologies B.V.  
 Analyses according to annex  
 Drs. ing. H. Janssens Director TLR International Laboratories

Page 2 of 3



ABN Amro Bank Rotterdam; Accountno. 42.60.49.411. BTW nr. / VAT no.: NL - 0043.90.690.B01  
 All our services are subjected to General Conditions applicable as deposited at the Chamber of Commerce Rotterdam (no. 24130460) and at the registry of the District Court of Rotterdam. Those conditions will be sent to you upon your request.  
 TLR International Laboratories is also registered in the register of 'GMP+PC5 S10+ recognised test laboratories' under no. GMP018011  
 Findings are based on the sample as submitted. TLR does not assume responsibility for sampling, selection, representativity and identifications such as codes, markings or product names. Details regarding methodology and measuring uncertainty will be provided upon request. Contact info@tlr.nl



## Analytical Report

Reportnr.	: 1619390 version 1	Sampling Date	*: 06-May-2022
Sample Arrival Date	: 06-May-2022 14:02	Samplesize (kg)	: 0,06
ReportDate Version	: 19-May-2022 15:06		
Packing	: Plastic, ambient		

### ANNEX

#### Method Descriptions

#### Composition Determination

##### Common

##### Method Description

Determination of ash; gravimetric method  
Coal: NEN-ISO 1171 Biomass: NEN-EN15403; Secondary bio fuels: NEN-EN- ISO 18122  
Determination of carbon (C), nitrogen (N), hydrogen (H) with the element analyser  
Coal : NEN-ISO29541, Biomass: NEN-EN-ISO 16948 : Secondary bio fuels NEN-EN 15407  
Determination of moisture in the analyse sample; gravimetric method  
Coal: NEN-ISO 11722;Biomass: NEN-EN-ISO 18134-3; Secondary bio fuels : NEN-EN15414-3  
Determination of Sulphur (S); NEN-EN-ISO 16994

##### Method Code

##### Metal and other elements

##### Method Description

Determination of chloride (Cl); Ion chromatography  
Biomass: according NEN-EN-ISO 16994 Coal: Own method  
Determination of fluorine (F); IC method  
Coal: Own method ; Biomass: Own Method  
Determination of minor elements. As, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, V and Z : own method (analyse eg NEN-EN-ISO16968)  
Determination of minor elements. As, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, V and Zn

##### Method Code

eq.nen-en-iso16968

#### Ash Determination

##### Common

##### Method Description

Determination of ash; gravimetric method  
Coal: NEN-ISO 1171 Biomass: NEN-EN15403; Secondary bio fuels: NEN-EN- ISO 18122  
Determination of ash-composition

##### Method Code

Acc. NEN-EN 15290

#### Abbreviations:

acc: in accordance with  
eq: Equivalent to

Demanded 06-May-2022 by DOPS Recycling Technologies B.V.  
Analyses according to annex  
Drs. ing. H. Janssens Director TLR International Laboratories

Page 3 of 3

## Analytical Report

**DOPS Recycling Technologies B.V.**  
Attn: Mr. Wiebe Pronker

Netherlands

Reportnr. : **1619387 version 1**  
Sample Arrival Date : 06-May-2022 14:01  
ReportDate Version : **19-May-2022 15:06**  
Packing : Plastic, ambient  
Sampling Date : 06-May-2022  
Samplesize (kg) : 0,055

### Sample information \*

Disponent Number : 0020  
Sealed / Seal Code : No /  
Product specification : RWZI slib na pyrolyse

\* Information supplied by customer (TLR takes no responsibility for this information).

### Composition Determination

Parameter	Result (as received)	Result (on dry)	Result (as det)	Result (dry ash free)	
Moisture Airdry			0,51	%	R
Ash		88,85	88,40	%	Q R
Hydrogen	0,15		0,21	1,38 %	R
Carbon	9,70		9,65	87,01 %	R
Nitrogen	0,19		0,19	1,71 %	R
S. (Sulfer)	0,895		0,890	8,025 %	R
Oxygen (by difference)				1,865 %	

### Composition Determination

#### Metal and other elements

Parameter	Result (as received)	Result (on dry)	Result (as det)		
Mo (Molybdenum)		14,2	14,1	mg/kg (ppm)	R
Sb (Antimony)		10,75	10,70	mg/kg	R
Tl (Thallium)	< 3,9		< 3,9	mg/kg (ppm)	R
Te (Tellurium)	< 1,0		< 1,0	mg/kg (ppm)	R
Se (Selenium)	1,81		1,80	mg/kg	R
Ba (Barium)	802,0		797,9	mg/kg (ppm)	R
Cl (Chlorine)	0,129		0,128	%	R
F (Fluorine)	633,3		630,1	mg/kg	R
V (Vanadium)	133,6		132,9	mg/kg (ppm)	R
Sn (Tin)	3,1		3,1	mg/kg (ppm)	R
As (Arsenic)	11,76		11,70	mg/kg	R
Cd (Cadmium)	0,09		0,09	mg/kg	R
Co (Cobalt)	17,79		17,70	mg/kg	R
Cr (Chromium)	122,5		121,9	mg/kg	R
Cu (Copper)	500,5		497,9	mg/kg	R
Hg (Mercury)	< 0,02		< 0,02	mg/kg	R
Mn (Manganese)	662,4		659,0	mg/kg	R
Zn (Zinc)	1322		1316	mg/kg	R
Ni (Nickel)	100,4		99,9	mg/kg	R

Demanded 06-May-2022 by DOPS Recycling Technologies B.V.  
Analyses according to annex  
Drs. ing. H. Janssens Director TLR International Laboratories

Page 1 of 3



## Analytical Report

Reportnr. : 1619387 version 1  
 Sample Arrival Date : 06-May-2022 14:01  
 ReportDate Version : 19-May-2022 15:06  
 Packing : Plastic, ambient  
 Sampling Date : 06-May-2022  
 Samplesize (kg) : 0,055

Parameter	Result (as received)	Result (on dry)	Result (as det)	Unit	Remarks
Pb.(Lead)	8,74	8,70		mg/kg	R
<b>Ash Determination</b>					
<b>Common</b>					
CaO.			8,34	%	R
P2O5.			14,98	%	R
SiO2.			39,98	%	R
SO3.			0,51	%	R
K2O.			1,48	%	R
Na2O.			0,90	%	R
Al2O3.			17,28	%	R
BaO.			0,10	%	R
Fe2O3.			14,79	%	R
MgO.			1,88	%	R
MnO2.			0,12	%	R
SrO.			0,04	%	R
TiO2.			0,69	%	R
V2O5.			0,02	%	R
ZnO.			0,19	%	R

**Sample Remarks :**

Alternative preparation via ash due to matrice

Q - Analyses ISO 17025 accredited by RvA (ILAC)

R1 - Carried out by TLR International Laboratories, location Ridderkerk

Demanded 06-May-2022 by DOPS Recycling Technologies B.V.  
 Analyses according to annex  
 Drs. ing. H. Janssens Director TLR International Laboratories

Page 2 of 3



ABN Amro Bank Rotterdam, Accountno. 42.60.49.411, BTW nr. / VAT no.: NL - 0043.90.690.034  
 All our services are subjected to General Conditions applicable as deposited at the Chamber of Commerce Rotterdam (no. 24130480) and at the registry of the District Court of Rotterdam. Those conditions will be sent to you upon your request.  
 TLR International Laboratories is also registered in the register of 'GMP+PCS 910+ recognized test laboratories' under no. GMP018011  
 Findings are based on the sample as submitted. TLR does not assume responsibility for sampling, selection, representativity and identifications such as codes, markings or product names. Details regarding methodology and measuring uncertainty will be provided upon request. Contact info@tlr.nl





# Elemental and ICP-MS Analysis

## DOPS Recycling Technologies

25 May 2022

**Report prepared by:** Michael Doppert MSc    Wiebe    Pronker  
**Customer details:** [michael@spark904.nl](mailto:michael@spark904.nl) [wiebe.pronker@dops](mailto:wiebe.pronker@dops) Researcher, Spark904 BV    [rt.com](http://rt.com)  
Science Park 402    Co-Founder – Technology  
1098 XH Amsterdam    lead, DOPS Recycling  
Technologies BV

## Table with elemental analysis results

All tests were performed in duplicate and the respective result are presented in the table.

Sample name	% C	% H	% N	% S	% Dry
<b>0014</b>	5,14	0,17	0,33	<0,01	0,00
	5,11	0,16	0,35	<0,01	0,01
<b>0019</b>	30,23	4,27	4,37	0,71	4,00
	30,25	4,29	4,34	0,73	3,97
<b>0038</b>	36,82	2,48	0,41	0,90	55,14
	36,84	2,50	0,39	0,88	55,17
<b>0039</b>	25,52	0,49	0,530	1,52	0,02
	25,54	0,48	0,54	1,50	0,00

2



## Table with ICP-MS analysis results (metals)

Semi-quantitative single determination screening.

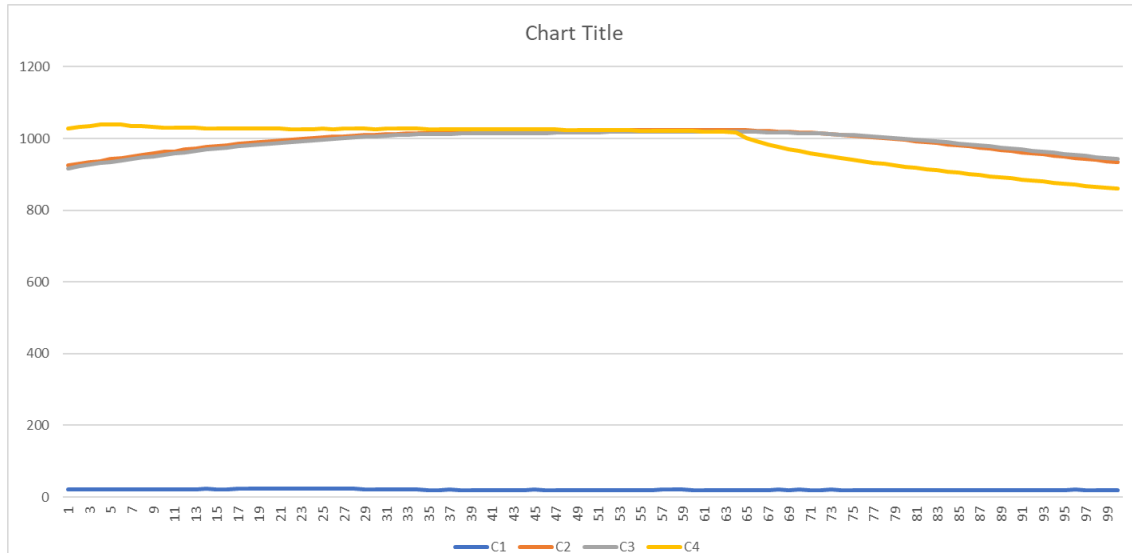
	<b>0014</b>	<b>0019</b>	<b>0038</b>	<b>0039</b>
<b>% Sb</b>	0,02	0,01	<0,01	0,01
<b>% Al</b>	5,67	7,41	4,12	4,51
<b>% As</b>	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
<b>% B</b>	0,02	0,01	<0,01	0,01
<b>% Ba</b>	4,12	2,16	<0,01	<0,01
<b>% Be</b>	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
<b>% Pb</b>	<0,01	0,01	<0,01	0,01
<b>% Ca</b>	23,41	12,36	0,60	1,11
<b>% Cd</b>	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
<b>% Co</b>	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
<b>% Fe</b>	16,54	21,21	33,12	37,47
<b>% K</b>	9,72	7,12	0,05	0,15
<b>% Li</b>	0,01	<0,01	<0,01	0,01
<b>% Mg</b>	10,11	0,39	9,12	11,97
<b>% Mn</b>	0,06	0,03	0,02	0,41
<b>% Mo</b>	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
<b>% Na</b>	0,49	0,16	0,48	0,91
<b>% Ni</b>	0,03	<0,01	7,14	8,36
<b>% P</b>	7,12	3,16	0,05	0,20
<b>% Ag</b>	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
<b>% Ti</b>	0,03	0,03	0,01	0,06
<b>% V</b>	0,01	0,01	0,91	1,36
<b>% Sn</b>	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
<b>% Zn</b>	1,11	0,24	0,05	0,08

3



## 6.4 Thermokoppel metingen

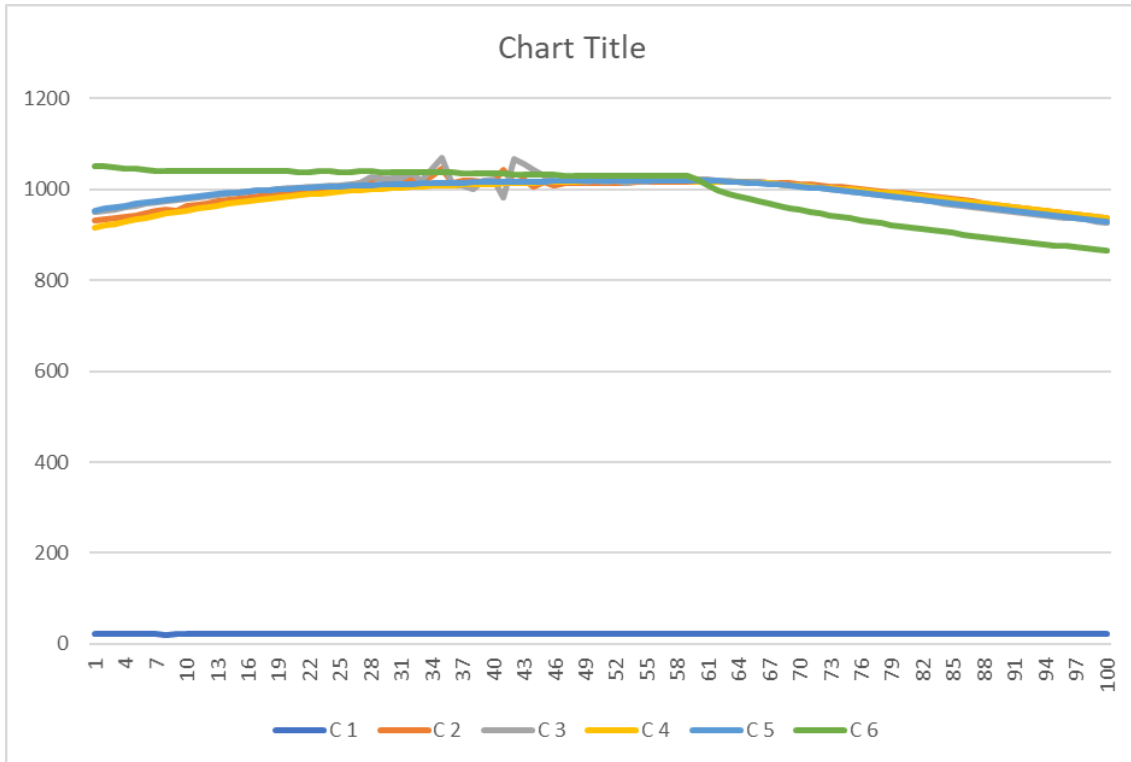
Deze bijlage geeft de resultaten van de thermokoppelmetingen weer.



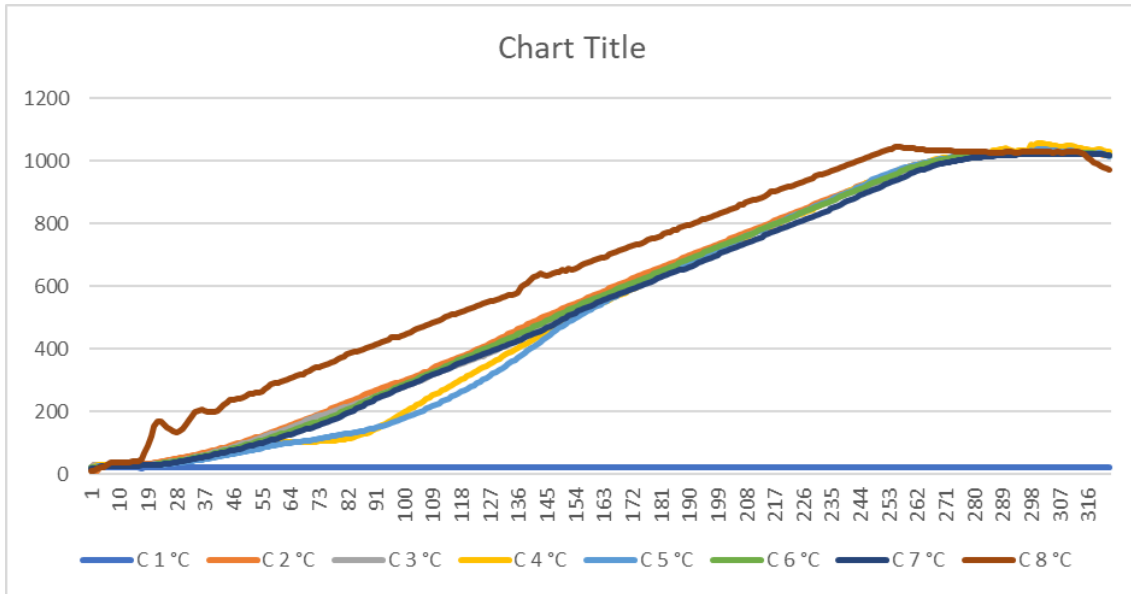
### Temperatuurmeting 1

Thermokoppel metingen van de eerste test. Alleen het gedeelte rond de dwell tijd is bewaard gebleven. Wat we kunnen zien is dat de temperatuur in de oven voorloopt op de temperatuur in het monster. Wat we ook kunnen zien is dat de temperatuur aan de rand van het monster en in het midden van het monster vrijwel gelijklopen. Bij hoge temperatuur (en nadat het materiaal al omgezet was) was de geleiding binnen het monster groot.

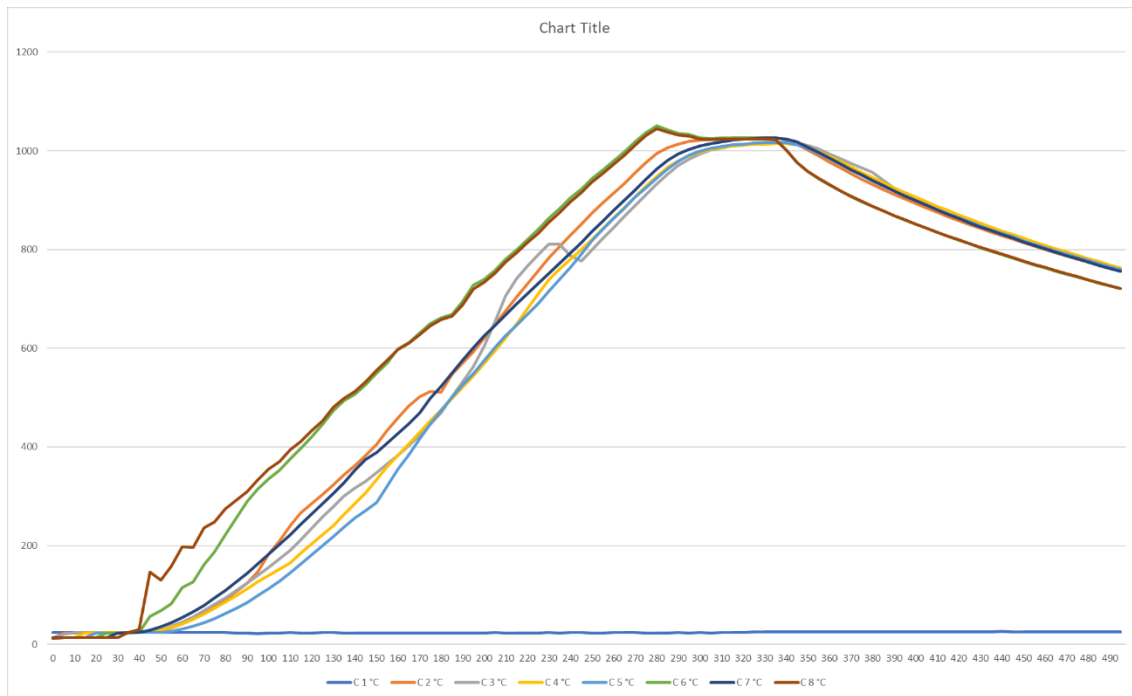




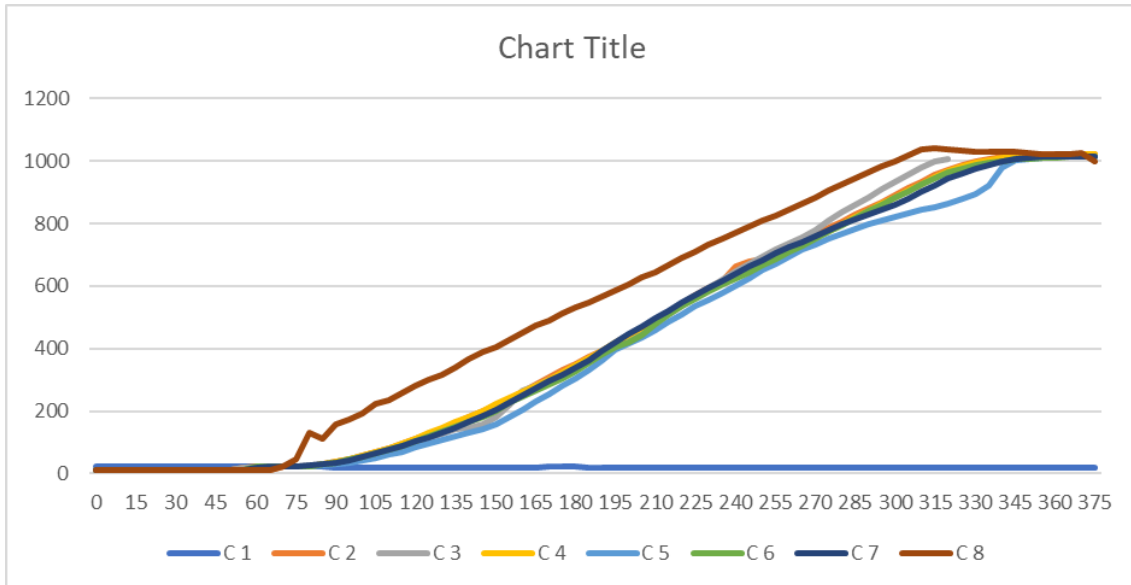
Metingen van de tweede test. Ook van deze test is alleen het gedeelte waarbij de hoogste temperatuur al bereikt was goed opgeslagen. Ook zien we enige storingen op twee kanalen, vermoedelijk als gevolg van aanraken van de draden. Dat niet alle kanalen tegelijkertijd de eindtemperatuur behalen heeft te maken met de positie in de oven en de mate waarin de retort aangestraald werd.



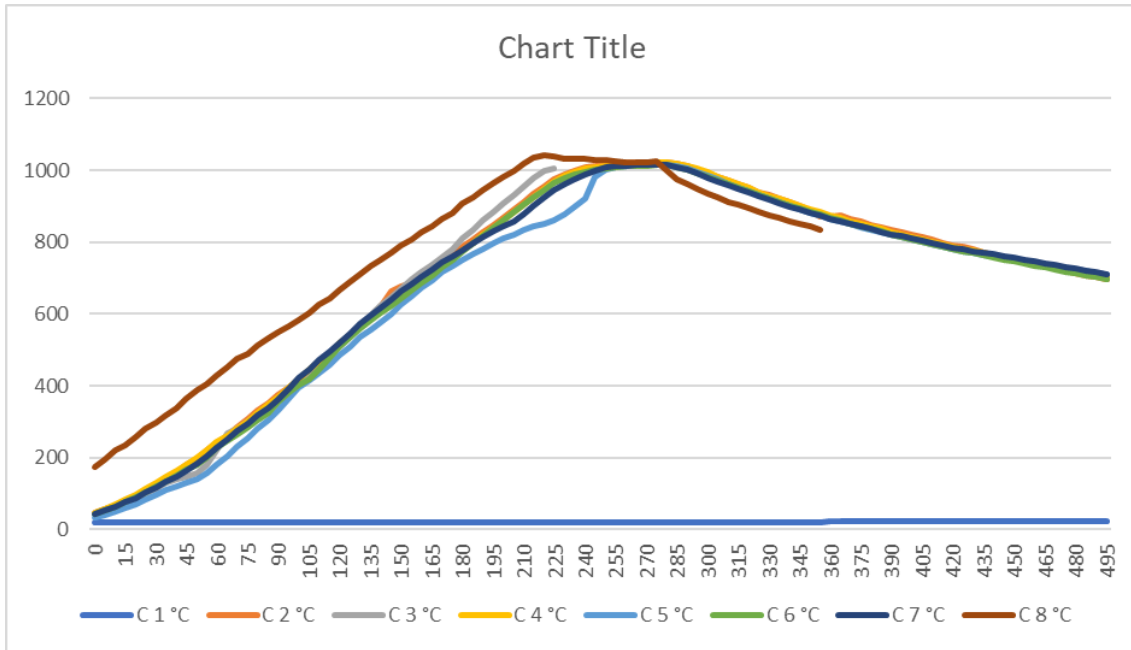
Bij de derde ovenrun is het gehele traject van opwarmen en dwell tijd goed opgeslagen. De bruine lijn is de luchttemperatuur in de oven. Die loopt in het begin snel op en fluctueert als gevolg van de tragere regeling van de ovenelementen. De temperatuur loopt gedurende de hele opwarmcyclus ruim voor op de temperatuur in de retorts. Dit komt doordat de retorts een flinke massa vertegenwoordigde die tijd neemt om tot aan de kern door te warmen. De overshoot die we bij de luchttemperatuur zien wordt dus nergens in de retorts gevoelt. Wat ook opvalt is dat twee temperatuurprofielen achterblijven. Dit zijn monsters waaruit eerst nog veel vocht respectievelijk koolwaterstoffen verdampen. Dit verdampen neemt veel warmte op waardoor de temperatuur in het monster achterblijft.



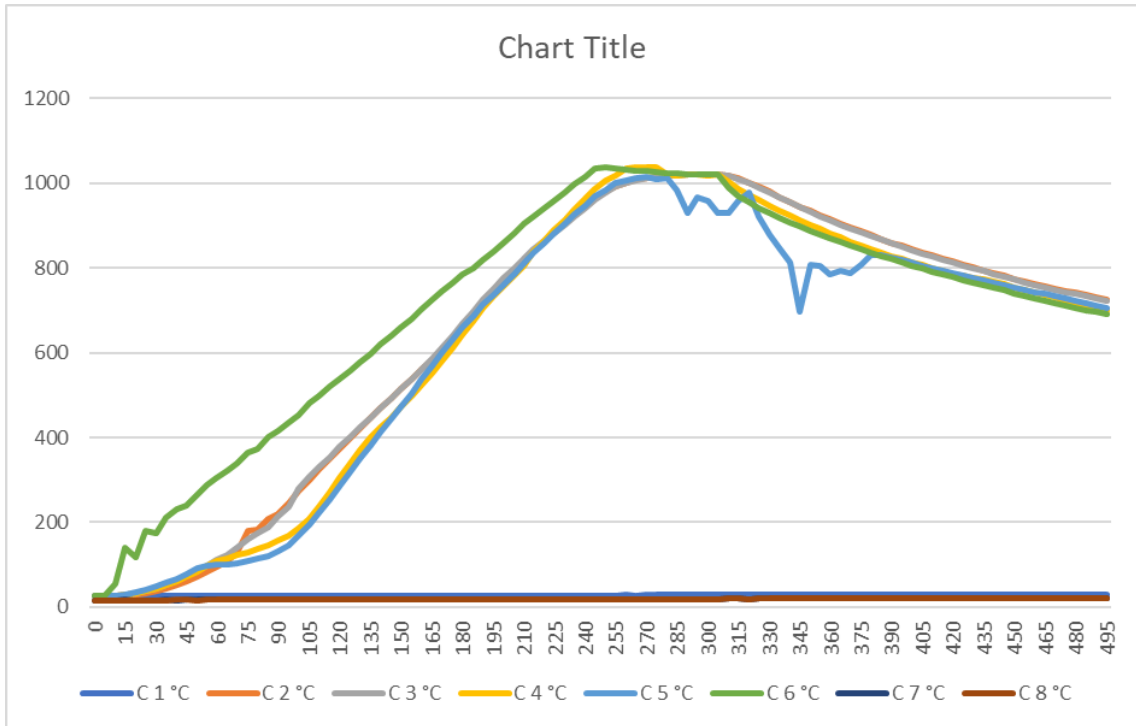
Metingen van 14/04. De bruine lijn (C8) geeft weer de temperatuur in de lucht in de oven weer. De groene lijn (C6) is gemeten in een (van boven open) beker met gedroogd RWZI-slib. Doel van dit slib was om zuurstof eerder af te vangen dan het RWZI-slib in de retort. Dit heeft slechts in zeer beperkte mate effect gehad. Twee opvallende verschijnselen: Zowel de gele en meer nog de grijze lijn vertonen een gebied waarin de temperatuur sneller stijgt dan in de andere monsters. Deze periode wordt gevolgd door een traject waarbij de temperatuur steady blijft of zelfs weer afneemt. De verklaring is dat er tijdens de opwarming een exotherme conversie ingang gezet is die de temperatuur in het monster doet oplopen. De grijze lijn (C3) vertoont dit het sterkst. Dit thermokoppel was in het midden van een rest-plastic monster geplaatst dat we van het NTCP hadden. De donkerblauwe lijn (C7) is aan de rand van dit monster geplaatst. Voordat de exotherme reactie op gang komt blijft de temperatuur in het midden tot maximaal zo'n 40 graden (of circa 12 minuten) achter op de rand van de retort. Na afloop van de exotherme periode neemt het middelste thermokoppel de achterstand weer aan. De lichtblauwe lijn (C5, CR39 materiaal) vertoont een periode waarin de temperatuur achterblijft. Dit zou duiden op een endotherme reactie in het materiaal.



Metingen van 28/04/2022. De blauwe lijn (C5) vertoont een dip boven de 800 °C. Dit was het thermokoppel in de retort met papier. De dip is het gevolg van de (endotherme) omzetting van  $\text{CaCO}_3$  naar  $\text{CaO}$  en  $\text{CO}_2$ . Na deze omzetting trekt de temperatuur weer heel snel bij (mede door de geringe massa die nog aanwezig is). Bij de oranje lijn (C2) zien we een heel klein piekje boven de 600 °C. Dit is het gevolg van een exotherme omzetting van de epoxy van het glas- epoxy monster. De grijze lijn vertoont een dip rond de 160 °C. In dit traject verdampen kennelijk de (laatste) oplosmiddelen.



Dezelfde metingen als hierboven. Bij deze metingen is goed te zien dat het afkoelen van de oven, mede door de goede isolatie, slechts heel langzaam verloopt.



De

Metingen van 23 juni 2022. Los van de storingen in kanaal C5 bij 1000 °C is het gedrag van de thermokoppels C4 en C5 interessant bij lage temperaturen. Dit zijn beiden metingen in een van de scrubber sludges. Er is een duidelijk verschil te zien in de temperatuur waarbij de sludges hun vluchtige bestanddelen verliezen. C4 vertoont nog een opmerkelijke temperatuurstap rond de 1000 °C. Deze wordt vermoedelijk veroorzaakt door een reactie (oxidatie?) van zeer fijnverdeeld metaal in het monster.