

TEIL I – Schlussbericht - Kurzbericht

Zuwendungsempfänger:

DBFZ Deutsches Biomasseforschungszentrum gGmbH

Förderkennzeichen:

03WIR3806C

Vorhabenbezeichnung:

WIR! – INGRAIN – AltCell – Alternative cellulosehaltige Rohstoffe für man-made Cellulosefasern; TP3: Herstellung und Bereitstellung von Zellstoff aus alternativen Rohstoffen und Benchmark-Versuchen

Laufzeit des Vorhabens:

01.08.2023–31.07.2025

Ausgangslage und Stand von Wissenschaft und Technik

Im Rahmen von AltCell wurde das OrganoCat-„Lignin-first“-Aufschlussverfahren zur Biomassefraktionierung, das ursprünglich am Forschungszentrum Jülich (FZJ) im 20-mL-Labormaßstab etabliert wurde, am DBFZ erfolgreich übertragen und weiterentwickelt. Der Prozess wurde zunächst auf einen 0,5-L-Hochdruckreaktor und anschließend auf ein sicheres, integriertes 10-L-Reaktorsystem hochskaliert. Hierfür konstruierte und installierte das DBFZ mehrere speziell angepasste Module – darunter ein Reaction, Stirring & Collection Module (RSCM), einen modifizierten hydrothermalen Membranversuchstand (HTMV), ein N₂-gestütztes Reaktorentleerungssystem sowie ein integriertes Lösemittelmanagement mit Rückgewinnung – in einem geschlossenen System für den Betrieb mit 2-Methyltetrahydrofuran (MTHF) als organischer Phase. Parallel dazu wurde eine gezielte Prozessoptimierung durchgeführt, bei der u. a. Temperaturführung, wässrige-Phase-zu-MTHF-Verhältnis, Rührbedingungen, Partikelgröße, Heizprogramm sowie Säurekonzentration und pH-Bereich systematisch variiert wurden. Das skalierte OrganoCat-System ermöglicht (i) eine weitgehende Entfernung der Hemicellulose und deren Überführung in ein zuckerreiches, xylosedominiertes Hydrolysat, (ii) die selektive Lösung und Abtrennung von Lignin in der organischen Phase mit Lösemittelrückgewinnung sowie (iii) die Herstellung eines cellulosereichen Zellstoffs (Pülpe), dessen Eignung für Nassspinnprozesse und die Erzeugung biobasierter Fasern gemeinsam mit den Projektpartnern weiter untersucht wurde.

Ablauf des Vorhabens – AP 2 – OrganoCat-Skalierung und Zellstoffherstellung

Der Ablauf umfasste Sicherheitskonzept, Reaktoradaption, Prozessvalidierung, Scale-Up-Engineering und Methodenentwicklung.

Sicherheits- und Anlagentechnik

Auf Basis einer umfassenden Sicherheitsbetrachtung zu MTHF wurden Gefährdungsbeurteilung und Betriebsanweisung erstellt und hausintern freigegeben. Der 0,5-L-Hochdruckrührkessel wurde in einem Tischabzug mit maßgeschneiderten Rahmen-, Halte- und Bedienstrukturen installiert, sodass ein sicherer Ein-Personenbetrieb möglich war. Für den 0,5-L-Reaktor wurden PTFE-Inliner und -Fittings installiert, um dort Vergleichsversuche bei pH 1 und pH 2 durchführen zu können.

0,5-L-Organocat-Prozessvalidierung und Optimierung

Der Organocat-Prozess wurde im 0,5-L-Maßstab mit MTHF/H₃PO₄ erfolgreich etabliert und gegen die 20-mL-Referenz validiert. Es wurden ca. 50 g getrockneter Zellstoff mit einer Ausbeute von etwa 55 Gew.-% erzeugt, bei gleichzeitig effizienter Freisetzung von Hemicellulose (Xylose im Hydrolysat ca. 4,5 g/L). Im Rahmen einer gezielten Optimierung wurden Temperatur (140–220 °C), Verweilzeit, MTHF-zu-wässrige-Phase-Verhältnis, Säurekonzentration bzw. pH-Bereich sowie Rührgeschwindigkeit, Partikelgröße und Heizprogramm systematisch variiert. Druckprofile wurden in allen Kampagnen aufgezeichnet und zur Kalibrierung von AspenPlus®-Modellen genutzt, um Dichteänderungen, Lösungsmittelerweiterung und Phasenverteilung für das Scale-up abzubilden.

Innovatives Reaction, Stirring & Collection Module (RSCM)

Zur sicheren und betriebssicheren Handhabung der Feststoffphase bei größeren Füllmengen wurde ein neuartiges Reaction, Stirring & Collection Module (RSCM) entwickelt: ein 5-µm-Edelstahlkorb, der sowohl als Rührorgan als auch als Biomassebehälter fungiert. Im 0,5-L-Reaktor validiert, verhindert das RSCM das Ablagern von Pülpe im Reaktorboden, reduziert Verstopfungsrisiken an Leitungen und ermöglicht eine kontrollierte Fest-Flüssig-Trennung bereits im Reaktor. Die positiven Ergebnisse bildeten die Grundlage für die Auslegung und Fertigung einer vergrößerten RSCM-Variante für den 10-L-Reaktor.

Konzeption, Aufbau und Inbetriebnahme des 10-L-Systems (HTMV-Integration)

Aufgrund unzureichender Luftwechselraten der verfügbaren Reaktorräume für einen offenen Betrieb mit MTHF wurde ein geschlossenes 10-L-Anlagenkonzept entwickelt. Kernstück ist die Integration des 10-L-Reaktors in einen modifizierten hydrothermalen Membranversuchstand (HTMV), der das RSCM, ein N₂-gestütztes Entleerungskonzept, Edelstahl-/PTFE-Rohrleitungen, HDPE-Sammelbehälter mit direktem Anschluss an das Raumabluftsystem sowie manuelle und automatische Ventile mit Überdruckschutz vereint. Ein zentrales Bedienpanel ermöglicht die Überwachung und Führung der Prozessschritte (Befüllung, Reaktion, Entleerung, Phasentrennung).

Bis Ende 2024 waren rund 80 % der Anlage realisiert (HTMV-Basic-Design, P&ID, Beschaffung und Einbau der Kernkomponenten, Integration des RSCM, N₂-Infrastruktur, Anpassung eines Abzugs für die Pülpewäsche). Im weiteren Projektverlauf wurde die 10-L-Anlage in Betrieb genommen und für mehrtägige Kampagnen mit Weizenstroh eingesetzt. Dabei konnten im geschlossenen System sicher ca. 353 g Weizenstroh pro Batch fraktioniert, das MTHF nach der Reaktion in hoher Reinheit zurückgewonnen, Lignin in der organischen Phase abgetrennt und ein cellulosereicher Zellstoff für die Partner bereitgestellt werden.

Methodenentwicklung und Grenzen

Zur Bewertung der Fraktionierung wurden umfangreiche Analysen etabliert und angewendet:

- Gelpermeationschromatografie (GPC) wurde zur Bestimmung der Molmassenverteilung des Organocat-Zellstoffs eingesetzt, um die Eignung für Nassspinn-technische Anwendungen einordnen zu können.
- HPLC diente der Quantifizierung der Zuckerfraktionen (Monomere, Oligomere, Furanaldehyde) im Hydrolysat.
- Die MTHF-Phase wurde mittels GC-MS hinsichtlich organischer Säuren, phenolischer

Verbindungen und ligninbasierter Fragmente charakterisiert.

- In Zusammenarbeit mit dem FZJ wurden zudem Biopolymeranalysen (Cellulose, Hemicellulose, Lignin) an Ausgangsbiomasse und OrganoCat-Zellstoffen durchgeführt. Diese Daten waren wesentlich für die Berechnung von Stoffbilanzen, Ausbeuten und die prozesstechnische Bewertung der Fraktionierung.

Parallel dazu wurden prozesstechnische Methoden entwickelt und im Technikumsmaßstab umgesetzt:

- Ein Aufarbeitungs- und Rückgewinnungsverfahren für MTHF wurde ausgearbeitet und skaliert, sodass das Lösungsmittel in hoher Qualität aufbereitet und in weiteren OrganoCat-Kampagnen wiederverwendet werden kann.
- Ein Verfahren zur Verfestigung der Ligninphase sowie zur Rückgewinnung von Furfural aus der organischen Phase wurde entwickelt und im Labormaßstab erprobt.
- Für die Zellstoffseite wurde ein mehrstufiges Waschkonzept etabliert, bei dem der Zellstoff zunächst im Reaktor (im geschlossenen System) und anschließend mit geeigneten Lösungsmitteln gewaschen wird. Dieses Vorgehen reduziert Ligninreste an der Pülpeoberfläche, entfernt überschüssiges MTHF, erhöht die Arbeitssicherheit beim Öffnen des Systems und erleichtert die nachfolgende Trocknung.

Damit liegen zum Abschluss des Vorhabens ein validierter 0,5-L-Benchmarkprozess, ein erprobtes RSCM-Konzept, eine in Betrieb genommene 10-L-Anlage sowie ein konsistenter analytischer Werkzeugkasten für Pülpe, Hydrolysat, Lignin- und Lösungsmittelfractionen vor, auf deren Basis weitere Optimierungen und Anwendungen aufgebaut werden können.

Zusammenarbeit mit Verbundpartnern

Die Projektarbeit war charakterisiert durch intensive, interdisziplinäre Zusammenarbeit. Besonders hervorzuheben ist der Austausch zwischen dem FZJ und dem Institut für Textiltechnik der RWTH Aachen (ITA). Die Entwicklung von Spinnlösungen wurde gemeinsam bewertet. Das nova-Institut war über einen genehmigten Unterauftrag ebenfalls beteiligt und lieferte Daten zur Nachhaltigkeit und Wirtschaftlichkeit.

Ergebnisse und Fazit

Im AltCell-Projekt wird auf dem Stand der Technik des „Lignin-first“-OrganoCat-Verfahrens aufgebaut, das für nicht-holzbasierte Biomassen wie Weizenstroh entwickelt wurde. Das DBFZ hat diesen Ansatz verfahrenstechnisch auf 0,5-L- und 10-L-Hochdruckreaktoren skaliert und dabei zentrale Einflussgrößen (Temperatur 140–220 °C, wässrige-Phase-zu-MTHF-Verhältnis 1:1–2:1, Partikelgröße, Rührstrategie, Aufheiz-/Halteprogramm) systematisch untersucht. Im 10-L-Maßstab können pro Batch ca. 353 g Weizenstroh zu etwa 185 g getrocknetem Zellstoff aufgearbeitet werden, bei einer Ligninentfernung von 62–82 % aus der Zellstofffraktion und Ligninrückgewinnungsraten von 27–56 % in der MTHF-Phase. Über eine Gesamtsäurehydrolyse wurde gezeigt, dass aus Primärhydrolysat und Prozesswasser zusammen $57,0 \pm 0,3$ g lösliche Kohlenhydrate gewonnen werden, entsprechend einer Gesamtausbeute an rückgewonnenen Zuckern von $16,0 \pm 0,1$ Gew.-% bezogen auf die Trockensubstanz des eingesetzten Weizenstrohs. Der Prozess erreicht eine hohe Hemicelluloseentfernung von 78 ± 1 %, wobei $53,0 \pm 0,5$ % der gebildeten Xylose in der Flüssigphase zurückgewonnen werden. Die lastbezo-

gene Selektivität von $4,5 \pm 0,2$ belegt die gezielte Überführung der Pentosefraktion in die Flüssigphase bei weitgehender Erhaltung der Cellulose im Feststoff. Die so erzeugten Zellstoffe weisen Glucosegehalte von 55–64 Gew.-% und ein gewichtsgemittelttes Molekulargewicht von ca. 272 kg/mol auf und erfüllen damit das im Konsortium definierte Ziel, einen für Nassspinnanwendungen theoretisch geeigneten Molekulargewichtsbereich verfahrenstechnisch zu erreichen; die endgültige Bewertung der Spinnbarkeit erfolgt bei den textiltechnischen Partnern. Das MTHF kann nach der Reaktion mit ausreichender Qualität zurückgewonnen und im Prozesskreislauf wiederverwendet werden, was die Grundlage für eine technisch und ökologisch verbesserte OrganoCat-Anwendung im größeren Maßstab bildet.

Technologische Hürden

Im Rahmen der Skalierung wurde deutlich, dass die ursprünglich im 20-mL-Maßstab eingesetzten stark sauren Bedingungen ($\text{pH} \approx 1$) zwar prozesstechnisch vorteilhaft sind, langfristig jedoch ein Risiko für die Werkstoffintegrität der großtechnischen Druckreaktoren darstellen. Gleichzeitig zeigte die Prozessanalytik, dass der pH-Wert nach der OrganoCat-Reaktion ansteigt und sich typischerweise in einem Bereich von ca. 1,2–2,3 einpendelt, der aus Sicht der DBFZ-Sicherheits- und Werkstoffrichtlinien als beherrschbar eingestuft wird. Vor diesem Hintergrund wurden Versuche bei 200 °C durchgeführt, um gezielt mit höheren pH-Werten (≈ 2) zu arbeiten. Diese Bedingungen führten zwar zu einer effizienten Ligninentfernung, gingen jedoch mit reduzierten Zellstoffausbeuten und einer deutlich verschlechterten Qualität des wässrigen Hydrolysats einher. Aus diesem Grund wurde für das Projekt ein Kompromissprozess bei 140 °C und initial $\text{pH} \approx 1$ gewählt, der die Bereitstellung von drei technisch verwertbaren Produktströmen (Ligninfraktion, zuckerreiches Hydrolysat, zellulosereiche Pulpe) ermöglichte.

Eine weitere technologische Hürde ergab sich aus der biphasischen Fahrweise. Vor der Entleerung des Reaktors kommt die Pülpe zwangsläufig in Kontakt mit der MTHF/Lignin-Phase, wodurch Ligninfragmente an der Zellstoffoberfläche anlagern. Dies beeinträchtigt sowohl die optischen als auch die funktionellen Eigenschaften der Pülpe und ist für nachgeschaltete Anwendungen (z. B. Spinnprozesse) nachteilig. Zur Lösung dieses Problems musste ein ergänzendes, mehrstufiges Waschkonzept entwickelt werden, bei dem die Pülpe zunächst im geschlossenen Reaktor mit Wasser und anschließend mit geeigneten Lösungsmitteln gewaschen wird. Erst dadurch konnten Ligninanhaftungen reduziert, Rest-MTHF entfernt und eine sichere Handhabung und Trocknung des Zellstoffs im Technikumsmaßstab gewährleistet werden.

Perspektive

Die Ergebnisse bilden die Grundlage für das Projekt AltCell2, das unmittelbar im Anschluss begonnen hat und in dem speziell die Zellstoffqualität optimiert und weitere Technologien zur Herstellung von Furfural aus den bei der Fraktionierung abgetrennten Pentosen erweitert werden sollen.

TEIL II – Schlussbericht – Eingehende Darstellung

Zuwendungsempfänger:

DBFZ Deutsches Biomasseforschungszentrum gGmbH

Förderkennzeichen:

03WIR3806C

Vorhabenbezeichnung:

WIR! – INGRAIN – AltCell – Alternative cellulosehaltige Rohstoffe für man-made Cellulosefasern; TP3: Herstellung und Bereitstellung von Zellstoff aus alternativen Rohstoffen und Benchmark-Versuchen

Laufzeit des Vorhabens:

01.08.2023–31.07.2025

Ziele:

Das Ziel des Teilvorhabens an der DBFZ Deutschen Biomasseforschungszentrum gGmbH (DBFZ) war die Übertragung und technische Weiterentwicklung des am Forschungszentrum Jülich (FZJ) etablierten „Lignin-first“-Aufschlussverfahrens OrganoCat vom 20-mL-Labormaßstab auf technisch relevante Reaktorgrößen. Im Fokus stand dabei Arbeitspaket 2 (AP 2), das die sichere Skalierung des Prozesses, die Bereitstellung von Zellstoff (Pülpe) aus nicht-holzbasierter Biomasse sowie die Erzeugung definierter Nebenströme (Lignin und zuckerreiche Hydrolysate) umfasste. Hierzu entwickelte und implementierte das DBFZ geeignete sicherheits- und verfahrenstechnische Konzepte für den Betrieb mit 2-Methyltetrahydrofuran (MTHF) und überführte den OrganoCat-Prozess schrittweise in 0,5-L- und 10-L-Hochdruckreaktoren. Neben der reinen Maßstabsvergrößerung lag ein wesentlicher Schwerpunkt auf der gezielten Prozessoptimierung durch Variation zentraler Betriebsparameter (u. a. Temperaturführung, Säurekonzentration und pH-Bereich, wässrige-Phase-zu-MTHF-Verhältnis, Rührbedingungen, Partikelgröße der Biomasse und Heizprogramme), um eine reproduzierbare Fraktionierung und eine stabile Prozessführung im technischen Maßstab zu gewährleisten. Ziel war es, einen robusten, geschlossenen OrganoCat-Prozess zu etablieren, der (i) Hemicellulose effizient entfernt und als xylosehaltiges Hydrolysat bereitstellt, (ii) Lignin selektiv in einer organischen Phase löst und mit integrierter Lösungsmittelrückgewinnung abtrennt und (iii) einen cellulosereichen Zellstoff erzeugt. Dieser Zellstoff sollte die im Konsortium definierten strukturellen Zielgrößen (insb. Polymerisationsgrad und Zusammensetzung) erreichen, um als geeigneter Ausgangsstoff für weiterführende Untersuchungen zur Nassspinnbarkeit und Faserherstellung – in Zusammenarbeit mit dem Institut für Textiltechnik der RWTH Aachen (ITA) – zu dienen. Damit leistete das DBFZ einen zentralen Beitrag zur technischen Validierung des OrganoCat-Verfahrens für alternative, lignocellulose Rohstoffe und schuf die verfahrenstechnische Grundlage für eine weitere Skalierung sowie für die Bewertung der industriellen Anschlussfähigkeit innerhalb einer biobasierten, zirkulären Wertschöpfungskette.

1 Ergebnisse aus AP 2 unter Beteiligung des DBFZ

In AP 2 stand die Übertragung des am FZJ im 20-mL-Maßstab entwickelten OrganoCat-Prozesses auf Labor- und technische Maßstäbe (0,5 L und 10 L) zur Bereitstellung von Zellstoff (Pülpe) für spinn technische Untersuchungen im Fokus. Der Arbeitsumfang umfasste die Ent-

wicklung eines Sicherheitskonzepts, Reaktoradaptionen, gezielte Prozessoptimierung, Methodenentwicklung sowie Scale-up-Engineering. Auf Basis einer umfassenden Sicherheitsbeurteilung zu MTHF wurden Gefährdungsbeurteilung und Betriebsanweisung erstellt und hausintern freigegeben. Der 0,5-L-Hochdruck-Rührkesselreaktor wurde in einem Tischabzug mit maßgeschneiderten Rahmen-, Halte- und Bedienstrukturen installiert, sodass ein sicherer Ein-Personenbetrieb gewährleistet werden kann. Zusätzlich wurden im 0,5-L-Reaktor PTFE-Inliner und -Fittings integriert, um systematische Vergleichsversuche bei pH 1 und pH 2 durchführen zu können (Abbildung 1).



Abbildung 1 Testaufbau der 0,5-L-Reaktoren für den OrganoCat-Prozess (links); Reaction, Stirring & Collection Module (RSCM) (Mitte); Flüssigphasentrennung und Zellstoff im Feststoffkorb (rechts).

Zur sicheren und betrieblich robusten Handhabung der Feststoffphase bei höheren Einsatzmengen wurde ein neuartiges Reaction, Stirring & Collection Module (RSCM) entwickelt. Dabei handelt es sich um einen 5-µm-Edelstahlkorb, der sowohl als Rührorgan als auch als Biomassebehälter fungiert. Die Validierung im 0,5-L-Reaktor zeigte, dass das RSCM das Ablagern der Pülpe im Reaktorboden verhindert, Verstopfungsrisiken in Rohrleitungen minimiert und eine kontrollierte Fest-Flüssig-Trennung bereits im Reaktor ermöglicht. Im Rahmen einer gezielten Prozessoptimierung wurden zentrale Parameter systematisch variiert, darunter Temperatur (140, 200 und 220 °C), Verhältnis wässrige Phase zu MTHF (1:1 bis 2:1), Partikelgröße (0,5 und 1 mm), Rührstrategie (50 und 100 min⁻¹) sowie Aufheiz- und Halteprogramme. Zu Beginn des Projekts wurde zudem gezielt untersucht, ob durch Erhöhung der Reaktionstemperatur ein vergleichbarer Fraktionierungseffekt bei gleichzeitig reduzierter Säurezugabe erreicht werden kann. Ziel war es, den pH-Wert des Systems von etwa pH 1 in Richtung pH 2 zu verschieben. Hierzu wurde die Konzentration der Phosphorsäure schrittweise von 0,74 mol/L auf bis zu 0,05 mol/L abgesenkt. Tabelle 1 gibt einen Überblick über die zentralen in diesem Zusammenhang durchgeführten Experimente.

Die eingesetzte Weizenstroh-Biomasse wurde in Kooperation mit dem FZJ umfassend charakterisiert, um die Biopolymerzusammensetzung (Cellulose, Hemicellulose, Lignin) quantitativ zu bestimmen (Tabelle 2). Die Analytik der Biopolymere war jedoch zeitaufwendig; zum Zeitpunkt des Abschlusses der Prozessoptimierung traten zudem geräteseitige Einschränkungen bei der Hemicellulosequantifizierung auf. Entsprechend lag der Schwerpunkt der Auswertung im Labormaßstab primär auf den Cellulose- und Ligninfraktionen, da diese für die berechneten Leistungskennzahlen robust und konsistent bestimmbar waren. Auf dieser Basis sind die zur Auswertung der Hochtemperaturfraktionierung verwendeten Kenngrößen und Berechnungsformeln in Tabelle 3 zusammengestellt.

Tabelle 1 Reaktionsbedingungen für die hydrothermale Biomassefraktionierung unter Verwendung von 0,05 M H₃PO₄ als Katalysator (V_{kat}) bei variierenden Partikelgrößen des Weizenstrohs (d_{ws}); Haltezeit bei Zieltemperatur: 3 h.

Versuch	Kat-MTHF-Verhältnis	T [°C]	d_{ws} [mm]	V_{kat} [mL]	V_{MTHF} [mL]
1:1 140 1.0*	1:1	140	1,0	150	150
1:1 200 0.5	1:1	200	0,5	150	150
1:1 220 0.5	1:1	220	0,5	150	150
2:1 200 0.5	2:1	200	0,5	200	100
1:1 200 1.0	1:1	200	1,0	150	150
1:1 220 1.0	1:1	220	1,0	150	150
2:1 200 1.0	2:1	200	1,0	200	100
2:1 220 1.0	2:1	220	1,0	200	100

* Verwendung von 0,74 M H₃PO₄ als Katalysator

Tabelle 2 Zusammensetzung des eingesetzten Weizenstrohs sowie der aus der hydrothermalen Biomassefraktionierung gewonnenen Zellstoffe (bezogen auf Trockensubstanz): Gehalte an Essigsäure (HAc), Cellulose, Lignin, Hemicellulosezucker, alkohollöslichen Bestandteilen (ASC) und Stärke.

Versuch	HAc [Gew.-%]	Cellulose [Gew.-%]	Lignin [Gew.-%]	Zucker [Gew.-%]	ASC [Gew.-%]	Stärke [Gew.-%]	Total [Gew.-%]
Weizenstroh	2,0 ± 0,1	34,0 ± 0,5	25,7 ± 0,8	21,6 ± 1,8	8,8 ± 0,1	7,5 ± 0,0	99,5 ± 0,8
1:1 140 1.0	0,4 ± 0,1	53,5 ± 0,5	17,1 ± 0,7	8,5 ± 1,4	10,5 ± 0,1	2,0 ± 0,1	91,9 ± 1,7
1:1 200 0.5	0,0 ± 0,2	57,0 ± 1,0	10,5 ± 0,5	1,7 ± 0,9	19,1 ± 0,1	1,1 ± 0,2	89,3 ± 3,2
1:1 220 0.5	0,0 ± 0,1	49,0 ± 1,4	9,3 ± 0,6	5,2 ± 0,5	13,0 ± 0,1	0,7 ± 0,0	77,3 ± 0,6
2:1 200 0.5	0,0 ± 0,1	50,3 ± 1,2	11,9 ± 0,1	3,0 ± 0,4	10,7 ± 0,0	0,4 ± 0,1	76,0 ± 1,6
1:1 200 1.0	0,0 ± 0,1	66,1 ± 1,8	11,8 ± 0,5	6,4 ± 0,5	8,0 ± 0,1	1,2 ± 0,2	93,5 ± 1,0
1:1 220 1.0	0,0 ± 0,1	58,6 ± 0,8	10,5 ± 0,4	5,8 ± 0,4	7,4 ± 0,0	0,8 ± 0,0	83,1 ± 1,4
2:1 200 1.0	0,2 ± 0,1	60,2 ± 1,4	11,2 ± 0,5	6,0 ± 0,4	5,3 ± 0,0	1,1 ± 0,1	83,9 ± 0,8
2:1 220 1.0	0,0 ± 0,2	41,3 ± 1,0	11,6 ± 0,7	3,5 ± 0,2	8,0 ± 0,0	0,7 ± 0,0	65,0 ± 1,8

alle Angaben als Mittelwert ± Standardabweichung auf Basis drei individueller Messungen

Tabelle 3 Übersicht der verwendeten Gleichungen und Kenngrößen zur Bewertung der OrganoCat-Fraktionierung von Weizenstroh (WS) insb. mit Blick auf die Qualität des erzeugten Zellstoffs (ZS).

Prozessschritt	Massenbilanzgleichung	Gleichung
Zellstoffausbeute	$Y_{\text{zs}} = \frac{m_{\text{zs}}}{m_{\text{ws}}} \times 100 \%$	[1]
Celluloserückgewinnung	$R_{\text{cell}} = \frac{m_{\text{cell,out}}}{m_{\text{cell,in}}} \times 100 \%$	[2]
Ligninentfernung (Zellstoff)	$RM_{\text{lign}} = \left(1 - \frac{m_{\text{lign,out}}}{m_{\text{lign,in}}}\right) \times 100 \%$	[3]
Ligninausbeute (organische Phase)	$Y_{\text{lign}} = \frac{m_{\text{lign,recov}}}{m_{\text{lign,in}}} \times 100 \%$	[4]
Hemicelluloseentfernung (Zellstoff)	$RM_{\text{hemcell}} = \left(1 - \frac{m_{\text{hemcell,out}}}{m_{\text{hemcell,in}}}\right) \times 100 \%$	[5]

Für $x \in \{\text{cell}, \text{lign}, \text{hemcell}\}$ gilt: $m_{x,\text{in}} = m_{\text{ws}} \cdot w_{x,\text{ws}}$ und $m_{x,\text{out}} = m_{\text{zs}} \cdot w_{x,\text{zs}}$

Die Ergebnisse zeigen eine deutliche Anreicherung der Cellulose aus dem Weizenstroh (34,0 Gew.-%) in den gewonnenen Zellstoffen (41,3–66,1 Gew.-%). Gleichzeitig sind Hemicellulosezucker, Stärke und Essigsäure gegenüber dem Ausgangsmaterial deutlich reduziert, was

eine effektive Abtrennung nicht-cellulosischer Bestandteile widerspiegelt. Eine Erhöhung der Temperatur von 200 auf 220 °C führt in allen untersuchten Fällen zu einem Rückgang des Cellulosegehalts; der höchste Wert (66,1 Gew.-%) wurde bei 1:1|200|1.0 erreicht. ASC (5,3–17,4 Gew.-%) und Lignin (9,3–17,9 Gew.-%) verbleiben als relevante Restfraktionen im Zellstoff.

Die daraus berechneten Kennwerte sowie die prozessseitig relevanten Messgrößen, einschließlich des jeweils beobachteten Maximaldrucks (p_{\max}), sind in Tabelle 4 zusammengefasst und ermöglichen eine vergleichende Bewertung der Fraktionierung unter den untersuchten Hochtemperaturbedingungen.

Tabelle 4 Experimentelle Prozess- und Leistungskennwerte (bezogen auf Trockensubstanz) der Hochtemperatur-Organocat-Fraktionierung von Weizenstroh unter variierenden Reaktionsbedingungen.

Versuch	p_{\max} [bar]	Y_{zs} [%]	R_{cell} [%]	RM_{lign} [%]	Y_{lign} [%]
1:1 140 1.0	16 ± 1	55 ± 2	85 ± 1	61 ± 3	26
1:1 200 0.5	25 ± 0	45 ± 2	74 ± 4	81 ± 2	39
1:1 220 0.5	34 ± 0	37 ± 2	52 ± 4	86 ± 2	52
2:1 200 0.5	24 ± 2	51 ± 2	73 ± 4	76 ± 4	25
1:1 200 1.0	23 ± 1	43 ± 2	82 ± 5	79 ± 5	45
1:1 220 1.0	34 ± 3	30 ± 1	51 ± 3	87 ± 2	48
2:1 200 1.0	22 ± 1	46 ± 1	78 ± 2	79 ± 2	33
2:1 220 1.0	33 ± 1	35 ± 1	42 ± 2	83 ± 2	38

alle Angaben als Mittelwert ± Standardabweichung (Ausnahme Y_{lign} aufgrund Herausforderungen in der reproduzierbaren Rückgewinnung von MTHF im 0,5-L-Maßstab)

Die Versuche bestätigten zudem die zuverlässige Funktion des RSCM unter allen untersuchten Bedingungen. Insb. zeigte sich, dass eine Rührdrehzahl von 50 min^{-1} eine stabile Prozessführung ermöglicht und sich als geeignete Referenzbedingung für die Übertragung auf den 10-L-Maßstab erwiesen hat. Druckprofile wurden in allen Versuchsreihen kontinuierlich aufgezeichnet und zur Kalibrierung von AspenPlus®-Modellen genutzt, um Dichteänderungen, Lösungsmittelexpansion und Phasenverteilung für das Scale-Up abzubilden. Der Maximaldruck (p_{\max}) lag zwischen 16 bar und 34 bar, wobei bei 220 °C durchgängig höhere Werte als bei 200 °C beobachtet wurden. Die Zellstoffausbeute (Y_{zs}) variierte zwischen $30 \pm 1 \%$ und $51 \pm 2 \%$. Insgesamt deutet die Erhöhung der Temperatur von 200 °C auf 220 °C auf eine gesteigerte Reaktionsschwere hin, die mit einer Abnahme von Y_{zs} einhergeht – selbst bei der im Hochtemperaturbetrieb eingesetzten niedrigeren Säurekonzentration (0,05 M). Dies steht im Gegensatz zu den Referenzexperimenten bei 140 °C (0,74 M H_3PO_4), bei denen eine höhere Zellstoffausbeute von $55 \pm 2 \%$ erzielt wurde.

Die Celluloserückgewinnung (R_{cell}) erreichte mit $82 \pm 5 \%$ ihr Maximum für den Versuch 1:1|200|1.0, während der niedrigste Wert ($42 \pm 2 \%$) für den Versuch 2:1|220|1.0 bestimmt wurde. Die Ligninentfernung (RM_{lign}) war unter allen untersuchten Bedingungen hoch (76–87 %) und erreichte mit $87 \pm 2 \%$ ihr Maximum beim Versuch 1:1|220|1.0. Die höchste Ligninausbeute (Y_{lign}) wurde für den Versuch 1:1|220|0.5 mit 52 % bestimmt. Nicht für alle Y_{lign} -Werte liegen Standardabweichungen vor, da die Rückgewinnung der MTHF-Lignin-Phase in einigen Wiederholungen aufgrund von Handhabungsverlusten nicht vollständig reproduzierbar war. Dies verdeutlicht, dass eine effiziente Ligninrückgewinnung maßgeblich von einem robusten

Management des organischen Lösungsmittels abhängt, einschließlich zuverlässiger Reaktorabdichtung, reproduzierbarer Phasentrennung sowie kontrollierter Handhabung, Lagerung und Eindampfung der organischen Phase zur Ligninverfestigung.

Die positiven Ergebnisse des innovativen RSCM im 0,5-L-Maßstab bildeten die Grundlage für die Auslegung und Fertigung einer vergrößerten RSCM-Variante für den 10-L-Reaktor. Aufgrund unzureichender Luftwechselraten in den verfügbaren Reaktorräumen für einen offenen Betrieb mit MTHF wurde ein geschlossenes 10-L-Anlagenkonzept entwickelt. Kernstück ist die Integration des 10-L-Reaktors in einen modifizierten hydrothermalen Membranversuchsstand (HTMV), der das RSCM, ein N₂-gestütztes Entleerungskonzept, Edelstahl-/PTFE-Rohrleitungen, HDPE-Sammelbehälter mit direktem Anschluss an das Raumabluftsystem sowie manuelle und automatische Ventile mit Überdruckschutz vereint. Ein zentrales Bedienpanel ermöglicht die Überwachung und Führung der Prozessschritte (Befüllung, Reaktion, Entleerung, Phasentrennung). Das DBFZ verantwortete das Engineering (HTMV-Design, P&ID), die Spezifikation, Beschaffung und Montage der erforderlichen Komponenten sowie die Installation und Integration der Teilsysteme (RSCM-Skalierung, N₂-Infrastruktur, Abluftanbindung, Anpassung eines Abzugs für die Pülpewäsche). Im Februar 2025 wurde die 10-L-Anlage erfolgreich in Betrieb genommen (Abbildung 2). Anschließend wurden mehrtägige Kampagnen mit Weizenstroh im geschlossenen System durchgeführt. Dabei konnten pro Batch sicher ca. 353 g Weizenstroh fraktioniert, MTHF nach der Reaktion in hoher Reinheit zurückgewonnen, Lignin in der organischen Phase abgetrennt und ein cellulosereicher Zellstoff bereitgestellt werden. Infolge der stabilen Anlagenführung wurden größere Probenmengen erzeugt und an das Konsortium für Bleich- und Nassspinnversuche geliefert.



Abbildung 2 Aufskaliertes RSCM für den 10-L-Reaktor (links) und modifizierter hydrothermaler Membranversuchsstand (HTMV) als geschlossenes 10-L-Scale-Up-System zur Biomassefraktionierung (rechts).

Zur Bewertung der Fraktionierung wurden umfangreiche Analysen etabliert und angewendet:

- Gelpermeationschromatografie (GPC) zur Bestimmung der Molmassenverteilung des Zellstoffs und zur Beurteilung der Eignung für Nassspinn-technische Anwendungen,

- Hochleistungsflüssigkeitschromatografie (HPLC) zur Quantifizierung der Zuckerfraktionen (Monomere, Oligomere) sowie der Nebenprodukte (z. B. Furanaldehyde) im Hydrolysat,
- Gaschromatografie gekoppelt mit Massenspektrometrie (GC-MS) zur Charakterisierung der MTHF-Phase hinsichtlich organischer Säuren, phenolischer Verbindungen und ligninbasierter Fragmente.

Parallel wurden prozesstechnische Methoden entwickelt und im Technikumsmaßstab umgesetzt:

- Entwicklung und Skalierung eines Aufarbeitungs- und Rückgewinnungsverfahrens für MTHF, sodass das Lösungsmittel in hoher Qualität aufbereitet und in weiteren Kampagnen wiederverwendet werden kann,
- Entwicklung eines Konzepts zur Verfestigung der Ligninphase sowie zur Rückgewinnung von Furfural aus der organischen Phase (labormaßstäblich erprobt),
- Etablierung eines mehrstufigen Waschkonzepts für den Zellstoff (zunächst im geschlossenen System/Reaktor, anschließend lösungsmittelbasiert) zur Reduktion von Ligninresten, zur Entfernung von MTHF, zur Erhöhung der Arbeitssicherheit beim Öffnen und zur Unterstützung der nachfolgenden Trocknung.

Damit liegen zum Abschluss des Vorhabens ein validierter 0,5-L-Benchmarkprozess, ein erprobtes RSCM-Konzept, eine in Betrieb genommene 10-L-Anlage sowie ein konsistenter analytischer Werkzeugkasten für Zellstoff-, Hydrolysat-, Lignin- und Lösungsmittelfractionen vor, der als Basis für weitere Optimierungen und Anwendungen dient.

Auf Basis der gezielten Prozessoptimierung im Kleinmaßstab sowie der dabei gewonnenen Erkenntnisse wurde der Fraktionierungsprozess erfolgreich auf den 10-L-Maßstab übertragen. Die im Vorfeld erzielten experimentellen Ergebnisse dienten dabei als Eingangsdaten für ein in AspenPlus® aufgebautes Prozessmodell, mit dem die Phasenausdehnung, die Lösungsmittelverteilung sowie die zu erwartenden Maximaldrücke während Aufheiz- und Haltephase berechnet wurden. Diese modellbasierte Auslegung ermöglichte eine sichere Dimensionierung und Betriebsführung der 10-L-Anlage und stellte die Grundlage für den geschlossenen Betrieb unter Verwendung von MTHF dar.

Die Betriebsparameter wurden gezielt an die im 0,5-L-Maßstab identifizierten optimalen Bedingungen angepasst. Hierzu zählten insb. eine Rührerdrehzahl von 50 min^{-1} , die Optimierung der Aufheiz- und Halteprogramme zur Vergleichbarkeit mit den kleinmaßstäblichen Ergebnissen sowie die Fixierung der Partikelgröße der Biomasse auf 1 mm. Im Rahmen der 10-L-Kampagnen wurden anschließend die Reaktionstemperatur zwischen 140 °C und 200 °C sowie das den Einfluss der Reaktionsschwere auf die Fraktionierungseffizienz, die Produktverteilung und die Zellstoffqualität im Technikumsmaßstab zu bewerten.

Tabelle 5 Reaktionsbedingungen für die hydrothermale Biomassefraktionierung unter Verwendung von H_3PO_4 als Katalysator (V_{kat}); Partikelgrößen des Weizenstrohs (d_{ws}); Haltezeit bei Zieltemperatur: 3 h.

Versuch	Kat-MTHF-Verhältnis	T [°C]	H_3PO_4 [M]	V_{kat} [mL]	V_{MTHF} [mL]	d_{ws} [mm]
1:1 140 0.74	1:1	140	0,74	4760	4760	1,0
2:1 140 0.74	2:1	140	0,74	5700	2850	1,0
1:1 200 0.05	1:1	200	0,05	3620	3620	1,0
2:1 200 0.05	2:1	200	0,05	5760	2880	1,0

In Zusammenarbeit mit dem FZJ wurden Biopolymeranalysen (z. B. Cellulose, Hemicellulose, Lignin) an Ausgangsbiomasse und Zellstoffen durchgeführt (**Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.**); diese Daten bildeten die Grundlage für Stoffbilanzen, Ausbeuteberechnungen und die prozesstechnische Bewertung.

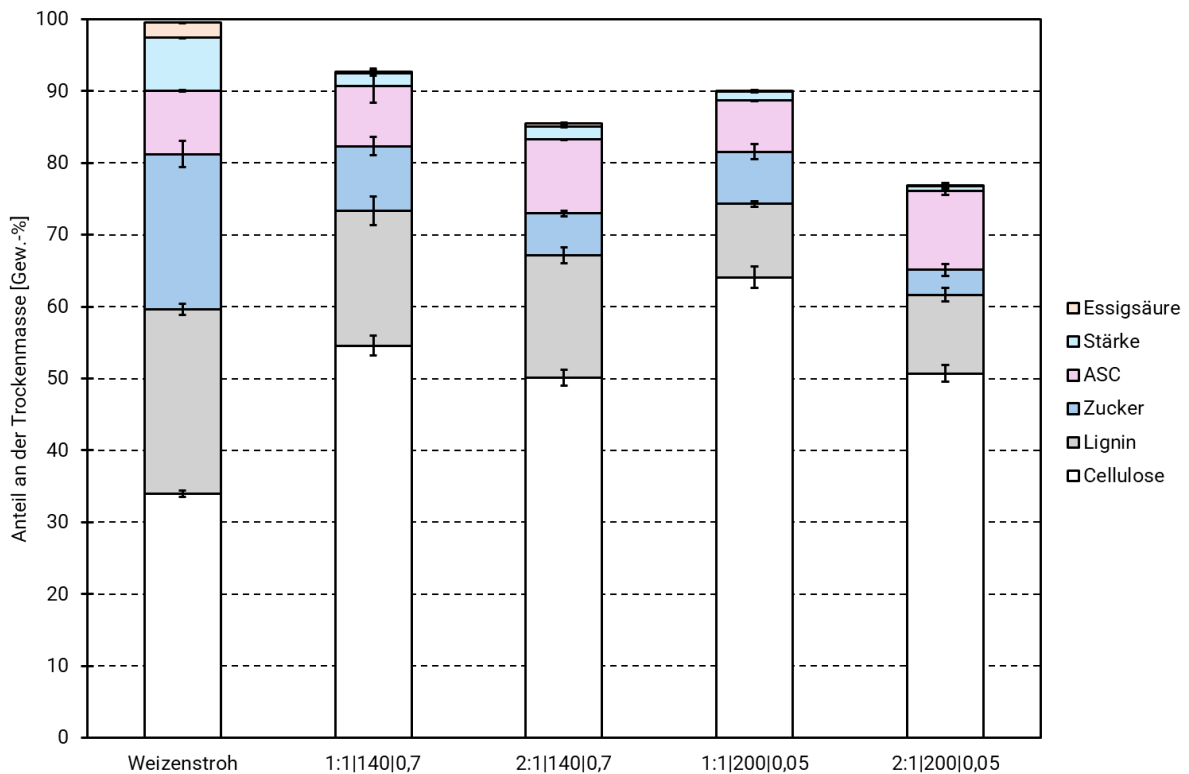


Abbildung 3 Zusammensetzung des eingesetzten Weizenstrohs sowie der aus der hydrothermalen Biomassefraktionierung gewonnenen Zellstoffe aus der Technikumskala (bezogen auf Trockensubstanz); Angaben als Mittelwert \pm Standardabweichung in Gew.-%.

Abbildung 3 zeigt eine deutliche Anreicherung von Cellulose aus dem Einsatzmaterial in den 10-Liter-Zellstoffen, wobei der Cellulosegehalt bei 50,1–64,1 Gew.-% liegt. Parallel dazu weisen die Pülpfen einen starken Rückgang an nicht-cellulosehaltigen Fraktionen auf, insb. an aus Hemicellulose gewonnenen Zuckern (3,4–9,0 Gew.-%), Stärke (0,7–1,8 Gew.-%) und Essigsäure (0,1–0,4 Gew.-%), verglichen mit den jeweiligen Gehalten im Rohmaterial. Diese Verschiebungen stehen im Einklang mit einer effektiven Fraktionierung und Reinigung der cellulosehaltigen festen Phase.

Der höchste Cellulosegehalt wurde bei Versuch 1:1|200|0,05 ($64,1 \pm 1,5$ Gew.-%) erzielt, begleitet von einem deutlich reduzierten Ligningehalt ($10,2 \pm 0,3$ Gew.-%) im Vergleich zu den bei 140 °C hergestellten Zellstoffen ($15,9\text{--}20,8$ Gew.-%). Die Erhöhung des Verhältnisses von wässriger Phase zu MTHF von 1:1 auf 2:1 führte zu einer geringeren Celluloseanreicherung und zu einem höheren relativen Anteil an Restfraktionen wie alkohollöslichen Komponenten.

Die analytischen Massensummen ($76,9\text{--}92,7$ Gew.-%) liegen systematisch unter 100% . Diese Nichtübereinstimmung ist methodisch bedingt und spiegelt den angewandten sequenziellen nasschemischen Arbeitsablauf zur Bestimmung der Zusammensetzung wider, bei dem ASC, Stärke, Hemicellulosezucker, Acetylbromid-lösliches Lignin, Cellulose und Essigsäure quantifiziert werden, während der Mineral-/Aschegehalt sowie andere nicht quantifizierte Bestandteile nicht erfasst werden. Darüber hinaus kann die mehrstufige Probenhandhabung zu geringen kumulativen Verlusten und zu analytischen Unsicherheiten führen. Dennoch ermöglichen die Daten eine zuverlässige vergleichende Bewertung der Zellstoffzusammensetzung sowie der Fraktionierungsleistung unter verschiedenen Prozessbedingungen.

Insgesamt zeigen die Ergebnisse, dass Temperatur und Phasenverhältnis die Zusammensetzung und Qualität der Zellstoffe im 10-L-Maßstab maßgeblich bestimmen und die im Kleinmaßstab identifizierten Trends konsistent bestätigen. Die daraus berechneten Kennwerte sowie die prozessseitig relevanten Messgrößen, einschließlich des jeweils beobachteten Maximaldrucks, sind in Tabelle 6 zusammengefasst und ermöglichen eine vergleichende Bewertung der Fraktionierung unter den untersuchten Reaktionsbedingungen.

Tabelle 6 Experimentelle Prozess- und Leistungskennwerte (bezogen auf Trockensubstanz) der hydrothermalen Biomassefraktionierung unter variierenden Reaktionsbedingungen.

Versuch	p_{\max} [%]	Y_{zs} [%]	R_{cell} [%]	$RM_{\text{hem.cell}}$ [%]	RM_{lign} [%]	Y_{lign} [%]
1:1 140 0.74	16	52	84	78	62	27
2:1 140 0.74	16	52	76	86	66	17
1:1 200 0.05	27	48	91	84	81	56
2:1 200 0.05	29	46	69	93	80	48

Der maximale Druck lag im untersuchten Bereich zwischen 16 bar und 29 bar und war bei 200 °C durchgängig höher als bei 140 °C . Die Zellstoffausbeute variierte nur moderat. Bei 200 °C war sie im Vergleich zu 140 °C leicht reduziert, was auf eine erhöhte Reaktionsschwere trotz der niedrigeren Säurekonzentration von $0,05\text{ M}$ hinweist.

Die Celluloserückgewinnung erreichte mit 91% beim Versuch 1:1|200|0,05 ihr Maximum. Eine Erhöhung des Phasenverhältnisses von 1:1 auf 2:1 führte in beiden Temperaturstufen zu einer deutlichen Abnahme der Celluloserückgewinnung.

Die Entfernung der Hemicellulose war unter allen Bedingungen hoch. Die Ligninentfernung zeigte eine klare Temperaturabhängigkeit und war bei 200 °C mit $80\text{--}81\%$ deutlich höher als bei 140 °C ($62\text{--}66\%$). Entsprechend wurde die höchste Ligninausbeute bei 200 °C erzielt.

Tabelle 7 zeigt die mittels GPC bestimmten Molmassen und Verteilungsparameter der gewonnenen Zellstoffe. Die gewichtsmittleren Molmassen (M_w) liegen im Bereich $46\text{--}272\text{ kg/mol}$ und entsprechen Polymerisationsgraden (DP) von 91 bis 722. Zellstoffe, die bei 140 °C erzeugt wurden, weisen höhere M_w - und DP-Werte auf, was auf eine bessere Erhaltung der Celluloseketten unter geringerer Reaktionsschwere hindeutet. Mit steigender Temperatur auf 200 °C

nehmen M_w , Dispersität (D) und DP ab, was mit einer verstärkten Kettenspaltung während der Fraktionierung konsistent ist.

Gemäß den Vorgaben der Konsortialpartner für nachgelagerte Verarbeitungsschritte wurde ein Zielwert von $DP > 200$ definiert. Dieses Kriterium wird von den meisten Zellstoffen erfüllt, wodurch die Eignung der erzeugten Pülpfen für die weitere Verarbeitung bestätigt wird. Der Versuch 2:1|200|0,05 unterschreitet diesen Zielwert aufgrund höherer Prozessschwere.

Die Dispersität (2,5–8,6) beschreibt die Breite der Molmassenverteilung, wobei hohe D-Werte auf eine breite Verteilung der Kettenlängen hinweisen, während niedrige D-Werte eine homogenere Cellulose mit engerer Molmassenverteilung widerspiegeln.

Tabelle 7 Berechnete mittlere Molmassen der untersuchten Celluloseproben bestimmt mittels GPC.

Versuch	M_n [kg/mol]	M_w [kg/mol]	D*	DP**
1:1 140 0.74	32	272	8,6	722
2:1 140 0.74	16	52	7,7	628
1:1 200 0.05	27	48	5,2	276
2:1 200 0.05	29	46	2,5	91

* Die Dispersität ist definiert als Verhältnis aus M_w zu M_n

** Der Polymerisationsgrad wurde berechnet auf Basis der mittleren Molmasse der Anhydroglucoseeinheit der Cellulose

Abbildung 4 vergleicht die mittels GPC aufgenommenen Chromatogramme der gewonnenen Celluloseproben und die daraus abgeleiteten Molmassenverteilungen.

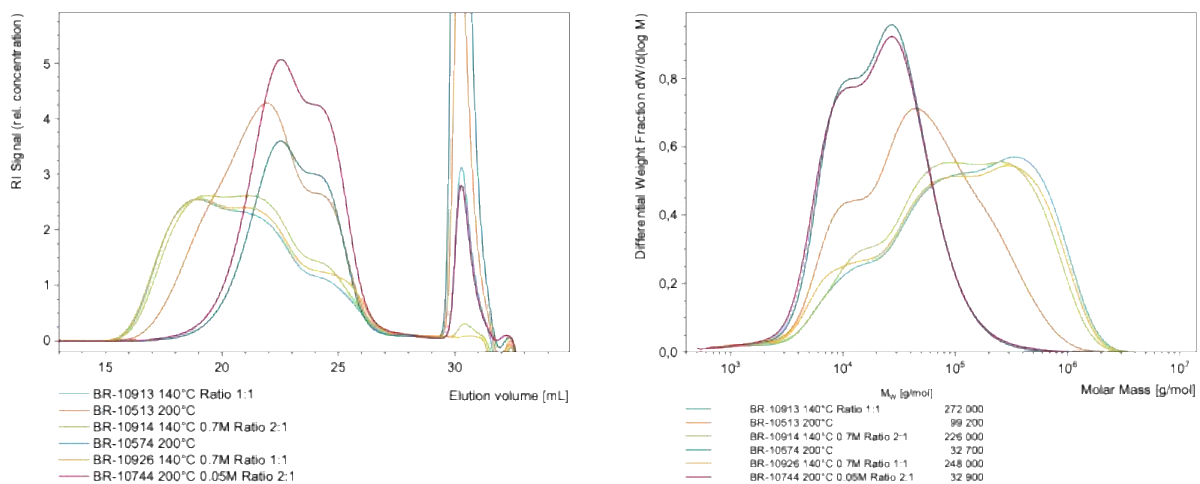


Abbildung 4 GPC-Analyse der Cellulose im Zellstoff: Chromatogramme als Funktion des Elutionsvolumens (links) und daraus abgeleitete Molmassenverteilungen (rechts).

Wie in Abbildung 5 dargestellt, konnte die organische Phase bestehend aus MTHF und gelöstem Lignin effizient aus dem hochskalierten hydrothermalen Biomassefraktionierungssystem abgezogen werden. Nach Abschluss der Reaktion wurden die organische und die wässrige Phase mittels Scheidetrichter voneinander getrennt.



Abbildung 5 Entnahme und Phasentrennung nach der hydrothermalen Biomassefraktionierung: Blick in das modifizierte HTMV-Modul zur sicheren und automatisierten Aufnahme des Reaktionsgemisches in einem geschlossenen System (links) und Phasentrennung der organischen Phase (rechts).

Die HPLC-Analysen zeigen, dass im Rahmen der hydrothermalen Biomassefraktionierung xylosereiche Hydrolysate erzeugt werden können. Im Versuch 1:1|140|0,74 wurden Xylosekonzentrationen von bis zu 4,2 g/L erreicht. Glucose lag in diesen Fällen deutlich niedriger vor (0,7 g/L), was auf eine selektive Umsetzung der Hemicellulose hinweist. Mit steigender Reaktionsschärfe (200 °C, 0,05 M H_3PO_4) nahmen die Konzentrationen monomerer Zucker deutlich ab, während die Bildung von Dehydratisierungsprodukten zunahm. So wurden Furfuralkonzentrationen von bis zu 0,9 g/L sowie HMF-Gehalte bis 0,5 g/L gemessen.

Im Prozesswasser aus der in-situ-Waschstufe konnten weiterhin signifikante Mengen an Xylose nachgewiesen werden (bis 2,4 g/L bei 140 °C), was auf eine effektive Auswaschung löslicher Hemicelluloseabbauprodukte aus dem Zellstoff hinweist. Die mittels GC-MS bestimmten phenolischen Verbindungen lagen überwiegend im mg/L-Bereich, wobei im Hydrolysat unter schärferen Bedingungen insb. Vanillin (bis 5,3 mg/L) und Syringaldehyd (bis 3,6 mg/L) detektiert wurden, während diese Komponenten im Prozesswasser überwiegend unterhalb der Nachweisgrenze lagen.

In Abstimmung mit dem Konsortium wurden die Prozessbedingungen 1:1|140|0,74 als optimal im Hinblick auf die Projektziele (Bereitstellung eines geeigneten Zellstoffs bei gleichzeitiger Erzeugung eines xylosereichen Hydrolysats) ausgewählt. Diese Bedingungen wurden anschließend reproduzierbar gefahren, um ausreichend Zellstoffmaterial für nachgelagerte Untersuchungen im Konsortium bereitzustellen.

Zur quantitativen Bewertung der Prozessperformance wurden auf Basis der Analytik zusätzliche Kenngrößen berechnet (Tabelle 8), darunter die Massenfracht einzelner Stoffströme, der Zuckerausbeute bezogen auf die eingesetzte Trockenmasse, die Xyloserückgewinnung in der flüssigen Phase sowie die Selektivität als Xylose-Glucose-Verhältnis.

Tabelle 8 Gleichungen zur Berechnung zentraler Prozesskennzahlen der hydrothermalen Biomassefraktionierung (Zuckerausbeute, Xylose-Rückgewinnung, Selektivität Xylose/Glucose).

Kenngröße	Massenbilanzgleichung	Gleichung
Massenfracht je Stoffstrom	$m_i = c_i \times V_i$	[6]
Zuckerausbeute bezogen auf die Weizenstroh-TS	$Y_z = \left(\frac{m_H + m_{PW}}{m_{WS}} \right) \times 100 \%$	[7]
Xyloserückgewinnung (flüssige Phase)	$\eta_{xyl} = \left(\frac{m_{xyl, recovered, total}}{m_{xyl, theoretical}} \right) \times 100 \%$	[8]
Selektivität (Xylose/Glucose)	$S_{xyl/glu} = \frac{\sum m_{xyl, total}}{\sum m_{glu, total}} = \frac{(c_{xyl, H} \cdot V_H) + (c_{xyl, PW} \cdot V_{PW})}{(c_{glu, H} \cdot V_H) + (c_{glu, PW} \cdot V_{PW})}$	[9]

H: Hydrolysat; PW: Prozesswasser (Waschstufe)

Im 10-L-Maßstab konnten pro Batch 353 ± 2 g Weizenstroh zu etwa 185 ± 2 g getrocknetem Zellstoff aufgearbeitet werden, bei einer Ligninentfernung von 62–82 % aus der Zellstofffraktion und Ligninrückgewinnungsraten von 27–56 % in der MTHF-Phase. Über eine Gesamtsäurehydrolyse wurde gezeigt, dass aus Primärhydrolysat und Prozesswasser zusammen $57,0 \pm 0,3$ g lösliche Kohlenhydrate gewonnen werden können, entsprechend einer Gesamtausbeute an rückgewonnenen Zuckern von $16,0 \pm 0,1$ Gew.-% bezogen auf die Trockensubstanz des eingesetzten Weizenstrohs. Der Prozess erreicht eine hohe Hemicelluloseentfernung von 78 ± 1 %, wobei $53,0 \pm 0,5$ % der gebildeten Xylose in der Flüssigphase zurückgewonnen werden. Die lastbezogene Selektivität von $4,5 \pm 0,2$ belegt die gezielte Überführung der Pentosefraktion in die Flüssigphase bei weitgehender Erhaltung der Cellulose im Feststoff. Die so erzeugten Zellstoffe weisen Glucosegehalte von 55–64 Gew.-% und ein gewichtsgemittelt Molekulargewicht von ca. 272 kg/mol auf und erfüllen damit das im Konsortium definierte Ziel, einen für Nassspinnanwendungen theoretisch geeigneten Molekulargewichtsbereich verfahrenstechnisch zu erreichen. Die endgültige Bewertung der Spinnbarkeit erfolgt bei den textiltechnischen Partnern. Das MTHF kann nach der Reaktion mit ausreichender Qualität zurückgewonnen und im Prozesskreislauf wiederverwendet werden, was die Grundlage für eine technisch und ökologisch verbesserte OrganoCat-Anwendung im größeren Maßstab bildet.

2 Wichtigste Position des zahlenmäßigen Nachweises

Die wichtigsten Kostenpositionen im zahlenmäßigen Nachweis für AP 2 betreffen insb. Personal, Verbrauchsmaterialien, sowie externe analytische Dienstleistungen. Diese Ausgabenblöcke stehen in direktem Zusammenhang mit der ergebnisorientierten Bearbeitung der Arbeitspakete in AP 2. Den größten Anteil nehmen die Personalkosten ein, die für die Konzeption, den Aufbau und die Inbetriebnahme der Upscaling-Module sowie für die Durchführung der experimentellen Arbeiten zur hydrothermalen Biomassefraktionierung angefallen sind. Ergänzend waren Verbrauchsmaterialien (u. a. Chemikalien) sowie externe Analysen erforderlich, um die erzielten Ergebnisse analytisch abzusichern.

Die Ausgaben- und Kostenplanung wurde im Wesentlichen eingehalten. Die im Finanzplan vorgesehenen Mittel wurden zweckgebunden für die Entwicklung, Optimierung und Skalierung des OrganoCat-Prozesses eingesetzt. Zwei Rechnungen wurden erst nach der Projektlaufzeit beglichen, liegen jedoch innerhalb des bewilligten Budgets und sind direkt durch den Projektverlauf begründet.

Insgesamt beeinträchtigen diese zeitlich nachgelagerten Ausgaben weder die Zielerreichung noch die Budgettreue des Vorhabens, sondern waren erforderlich, um die wissenschaftlich-technische Qualität der Ergebnisse im Rahmen von AltCell sicherzustellen. Die detaillierte Aufstellung und Zuordnung der Kostenpositionen sind in den separat eingereichten Unterlagen zum zahlenmäßigen Nachweis enthalten. Auf Gesamtprojektebene wurden die genehmigten Projektmittel eingehalten. Es kam zu keinen budgetrelevanten Abweichungen.

3 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Projektarbeit

Der Schwerpunkt von AP 2 auf die technische Optimierung und Skalierung der hydrothermalen Biomassefraktionierung war fachlich notwendig und wirtschaftlich angemessen, um innerhalb der Projektlaufzeit einen reproduzierbaren Prozessraum für die Bereitstellung alternativer Zellstoffe zu etablieren. Nur durch die Übertragung des Verfahrens von der Laborentwicklung (20 mL) auf den 10-L-Maßstab konnte eine robuste, kontrollierbare Prozessführung umgesetzt werden, die die Herstellung ausreichender Zellstoffmengen bei konsistenter Qualität für konsortiale Folgearbeiten ermöglicht. Arbeiten an einer weiteren Skalierung auf 100 L wurden im Projektverlauf bewusst nicht weiterverfolgt, nachdem die Komplexität und der Ressourcenbedarf für den Upscaling-Schritt von 20 mL auf 10 L eindeutig belegt waren. Die Fokussierung auf den 10-L-Maßstab stellte damit eine sachgerechte Abwägung zwischen technischem Erkenntnisgewinn, verfügbarem Budget und den priorisierten Projektzielen dar.

Ziel war es, einen robusten, geschlossenen Fraktionierungsprozess zu etablieren, der (i) Hemicellulose effizient entfernt und als xylosehaltiges Hydrolysat bereitstellt, (ii) Lignin selektiv in einer organischen Phase löst und sicher abtrennt und (iii) eine cellulosereiche Zellstofffraktion erzeugt. Diese Zellstofffraktion sollte die im Konsortium definierten strukturellen Zielgrößen (insb. Polymerisationsgrad und Zusammensetzung) erreichen, um als geeigneter Ausgangsstoff für weiterführende Untersuchungen zur Nassspinnbarkeit und Faserherstellung zu dienen. Damit leistete das DBFZ einen zentralen Beitrag zur technischen Validierung des Verfahrens für alternative lignocellulosische Rohstoffe und schuf die Grundlage für eine weitere Skalierung sowie für die Bewertung der industriellen Anschlussfähigkeit innerhalb einer biobasierenden, zirkulären Wertschöpfungskette.

Der Umfang der Arbeiten in AP 2 entsprach dem definierten Arbeitsprogramm und wurde planmäßig umgesetzt. Dies umfasste insb. die verfahrens- und sicherheitstechnische Auslegung, den Aufbau und die Inbetriebnahme des 10-L-Systems einschließlich der notwendigen Anpassungen zur geschlossenen, sicheren Handhabung der organischen Phase (MTHF) sowie die systematische Durchführung reproduzierbarer Versuchsreihen unter konsortial abgestimmten Zielbedingungen. Ergänzend war eine umfassende Probenahme- und Analytikstrategie erforderlich, um die Stoffströme (Zellstoff, Hydrolysat, Prozesswasser und organische Phase) quantitativ zu bilanzieren und die technische Machbarkeit, Selektivität sowie die Erreichung der Zielparame-ter belastbar nachzuweisen. Insgesamt waren die durchgeführten Arbeiten erforderlich, um die im Projekt definierten Ziele in AP 2 zu erreichen. Sie waren dem Umfang und Ressourceneinsatz nach angemessen, da sie die konsortial benötigte Daten- und Materialbasis für nachgelagerte Arbeitspakete zuverlässig bereitgestellt haben.

4 Voraussichtlicher Nutzen und Verwertbarkeit der Ergebnisse

Technisch Die im Rahmen von AP 2 erzielten Ergebnisse liefern einen wesentlichen Beitrag zur technischen Bewertung und Weiterentwicklung der hydrothermalen Biomassefraktionierung für lignocellulose Rohstoffe. Durch die erfolgreiche Übertragung des Prozesses auf den 10-L-Maßstab konnte ein robuster und reproduzierbarer Prozessraum definiert werden, der die Grundlage für eine weiterführende Skalierung sowie für eine belastbare Abschätzung der industriellen Umsetzbarkeit bildet.

Der entwickelte Prozess ermöglicht die gezielte Bereitstellung einer cellulosereichen Zellstofffraktion mit definierter Zusammensetzung und geeigneten strukturellen Eigenschaften. Diese Zellstoffqualität stellt einen unmittelbar verwertbaren Ausgangsstoff für nachgelagerte Anwendungen dar, insb. für die Faserherstellung und Nassspinnprozesse, wie sie im Projekt in Zusammenarbeit mit dem Institut für Textiltechnik (ITA) der RWTH Aachen untersucht wurden. Damit wird die Nutzung alternativer, nicht-holzbasierter Rohstoffe für textile Anwendungen technisch untermauert.

Darüber hinaus zeigt der Prozess das Potenzial zur kaskadischen Nutzung der Biomasse, indem Hemicellulose als xylosereiches Hydrolysat und Lignin als separierte organische Phase gewonnen werden. Diese Stoffströme eröffnen Perspektiven für eine weitergehende stoffliche Verwertung, beispielsweise als Plattformchemikalien oder als funktionale biobasierte Zwischenprodukte, und tragen somit zur Erhöhung der Gesamteffizienz und Wertschöpfung bei. Die im Projekt generierten Prozess-, Stoffstrom- und Analysedaten stellen eine belastbare Basis für techno-ökonomische Bewertungen sowie für ökologische Betrachtungen (z. B. Lebenszyklusanalysen) dar. Damit sind die Ergebnisse nicht nur innerhalb des Konsortiums verwertbar, sondern auch für eine weiterführende Nutzung in Forschung, Entwicklung und industriellen Machbarkeitsstudien relevant.

Insgesamt leisten die Ergebnisse von AP 2 einen Beitrag zur Stärkung biobasierter, zirkulärer Wertschöpfungsketten, indem sie zeigen, dass die hydrothermale Biomassefraktionierung technisch skalierbar ist und hochwertige Zwischenprodukte für material- und chemieorientierte Anwendungen bereitstellen kann.

5 Konkrete Planungen für die nähere Zukunft

Auf Basis der in AP 2 erzielten Ergebnisse ergeben sich klare Ansatzpunkte für weiterführende Arbeiten innerhalb und über den Projektkontext hinaus. Zwar konnten mit dem entwickelten Verfahren die konsortial definierten Zielwerte des Polymerisationsgrades der erzeugten Zellstofffraktion erreicht werden, jedoch traten in den nachfolgenden Verarbeitungsschritten bei den Konsortialpartnern – insb. im Rahmen der Nassspinnversuche – weiterhin technische Herausforderungen auf. Eine mögliche Ursache hierfür ist das Vorhandensein von Spuren weiterer Biopolymere im Zellstoff, die trotz der erfolgreichen Fraktionierung nicht vollständig entfernt wurden. Für die nächsten Arbeitsschritte erscheint daher eine zusätzliche oder optimierte Reinigungsstufe sinnvoll, um die Cellulose weiter zu konzentrieren und die Verarbeitbarkeit in nachgeschalteten Prozessen gezielt zu verbessern.

Parallel dazu besteht ein wesentliches Entwicklungspotenzial in der weiteren Optimierung der Wertstoffkaskade der hydrothermalen Biomassefraktionierung. Neben der Bereitstellung von Zellstoff und xylosehaltigen Hydrolysaten soll künftig insb. die gezielte Erzeugung von Plattformchemikalien stärker in den Fokus rücken. In diesem Zusammenhang plant das DBFZ im

Rahmen des Folgeprojekts AltCell2, die Bildung von Furfural während der hydrothermalen Biomassefraktionierung systematisch zu untersuchen.

Der zukünftige Ansatz zielt darauf ab, Furfural nicht nur aus zuckerreichen Lösungen nachgeschaltet zu erzeugen, sondern dessen simultane Bildung und Abtrennung während der Fraktionierung zu ermöglichen. Hierfür sind die konzeptionelle Weiterentwicklung, Auslegung und Installation eines zusätzlichen Moduls am bestehenden 10-L-System vorgesehen. Dadurch sollen sowohl die Prozessintegration als auch die Gesamteffizienz der Wertschöpfungskette weiter gesteigert werden. Insgesamt zielen die geplanten Arbeiten darauf ab, die hydrothermale Biomassefraktionierung von einem reinen Fraktionierungsprozess zu einer integrierten Plattform für Zellstoff- und Plattformchemikalienproduktion weiterzuentwickeln und damit die industrielle Anschlussfähigkeit des Verfahrens weiter zu erhöhen.

6 Darstellung während der Durchführung des Vorhabens dem ZE bekannt gewordener Fortschritte auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen

Parallel zum Projekt AltCell fanden keine weiteren Forschungsprojekte mit dem Ziel alternative Reststoffe via herkömmliche Spinnverfahren wie CarbaCell, Cupro und Salzhydratschmelzen in Textilien zu verarbeiten statt.

7 Veröffentlichungen

Im Projektkontext sind studentische Abschlussarbeiten sowie interne Berichte entstanden, die die in diesem Endbericht dargestellten Ergebnisse technisch dokumentieren. Hervorzuheben ist insb. eine Abschlussarbeit der Fakultät für Chemie der Universität Leipzig, die sich auf die zielgerichtete Prozessoptimierung im Labormaßstab konzentrierte und damit eine wichtige Grundlage für die spätere Übertragung und Parameterauswahl im Upscaling lieferte.

Für die externe Kommunikation hat das DBFZ zudem ein Disseminationsvideo erstellt, das den Prozess der hydrothermalen Biomassefraktionierung sowie dessen Upscaling anschaulich erläutert.

- Acosta, A. C. (2025). *Raw Material Revolution with Biomass – How Straw is Converted into Textiles and Chemicals* [Disseminationsvideo]. Fast Forward Science 2025. Förderkennzeichen: 03WIR3806C. <https://www.youtube.com/watch?v=n2s4Uhlniak&t=10s>.

Darüber hinaus wurden bzw. werden die Projektergebnisse für die Präsentation auf einschlägigen Fachformaten aufbereitet. Dazu zählen Beiträge zur ACHEMA 2024 sowie zum HTP Expert Forum on Hydrothermal Processes 2024 (Vortrag und Tagungsreader-Beitrag). Im Rahmen der HTP-Beiträge wurde die hydrothermale Biomassefraktionierung als Ausgangspunkt zur Einbettung weiterführender hydrothermalen Prozesskonzepte diskutiert und dabei explizit auf das Projekt AltCell referenziert. Eine weitere Dissemination erfolgte über die 21st International Conference on Renewable Resources & Biorefineries im Jahr 2025.

Ausgewählte Beiträge mit Relevanz für AP 2:

- Acosta, A. C.; Herklotz, B.; Klüpfel, C. (2024). Catalytic Hydrothermal Synthesis [HTS] of Platform Chemicals: Paving the Way for an Integrated Biorefinery Approach. Vortrag, ACHEMA, Frankfurt am Main, 10.–14.06.2024.

- Acosta, A. C.; Klüpfel, C.; Herklotz, B. (2024). Katalytische Hydrothermale Synthese von Plattformchemikalien: Wegbereitung für einen integrierten Biorefinerie-Ansatz. In: DBFZ-Jahrestagung 2024: Multitalent Biomasse (Tagungsreader, 31), ISBN: 978-3-949807-16-9, S. 142–143.
- Acosta, A. C.; Klüpfel, C.; Herklotz, B. (2024). Hydrothermale Synthese [HTS] von Plattformchemikalien: Wegbereitung für einen integrierten Biorefinerie-Ansatz. Poster, DBFZ-Jahrestagung, Leipzig, 11.–12.09.2024.
- Acosta, A. C. (2024). Catalytic Hydrothermal Synthesis [HTS] of Platform Chemicals: Paving the Way for an Integrated Biorefinery Approach. Vortrag, 8. HTP-Fachforum, Leipzig, 12.–13.11.2024.
- Acosta, A. C. (2025). Catalytic Hydrothermal Synthesis [HTS] of Platform Chemicals: Paving the Way for an Integrated Biorefinery Approach. In: 8th Expert Forum on Hydrothermal Processes (Tagungsreader, 33), ISBN: 978-3-949807-22-0, S. 54–69.
- Acosta, A. C.; Herklotz, B. (2025). Alternative Cellulose Feedstocks for Man-Made Cellulose Fibers: Hydrothermal Processing and Scale-Up Perspectives. Poster, 21st International Conference on Renewable Resources & Biorefineries (RRB), Turku, Finland.