



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

1562 68

Int.Cl.³

3(51) C 12 N 1/02

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 12 N/ 2291 29 3

(22) 10.04.81

(44) 11.08.82

- (71) AKADEMIE DER WISSENSCHAFTEN DER DDR, BERLIN, DD
(72) KONIECZNY, BENNO, DIPL.-CHEM.; BECK, DIETER, DR. RER. NAT. DIPL.-CHEM.;
PICKERT, HENNING, DR. RER. NAT. DIPL.-CHEM.; DD;
(73) siehe (72)
(74) ADW DER DDR, INST. F. TECHN. CHEMIE, AG PATENTWESEN, 7050 LEIPZIG, PERMOSERSTR.
15

54) VERFAHREN ZUR ABTRENNUNG VON MIKROORGANISMEN AUS NAEHRSAZLHALTIGEN
FERMENTATIONSABLAEFEN

57) Die Erfindung bezieht sich insbesondere auf die Abtrennung von Mikroorganismen aus einem durch Zuechtung von Mikroorganismen auf flüssigen Kohlenwasserstoffen erhaltenen Fermentationsgemisch. Ziel der Erfindung ist die Entwicklung einer Verfahrensweise, die auch bei alternierenden Parametern des Fermentations- und Aufrahmprozesses eine stabile Phasentrennung durch Kontaktierung mit emulsionsbrechenden Feststoffoberflächen bei hohen Trennleistungen ermöglicht. Aufgabe der Erfindung ist es, durch entsprechende Auswahl der Behandlungsmethoden eine optimale Trennstabilität zu erreichen sowie eine weitgehendste Phasenreinheit durch Berücksichtigung des Koaleszenzverhaltens der Ölphase zu erhalten. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, indem nach Abtrennung eines Teiles der verbleibenden Phase durch Aufrahmung ein wiederholter Wechsel von Koaleszenzbehandlung und Phasenberuhigung vorgenommen wird, wobei eine Phaseninversion des Fermentationsgemisches auftritt. Die Erfindung kann eingesetzt werden in Anlagen, in denen die flüssige Kohlenwasserstoffphase aus Fermentationsgemischen abgetrennt wird oder bei Verfahren, bei denen die Abtrennung flüssiger hydrophober Phasen aus Dispersionen zur Aufgabe steht.

Titel

Verfahren zur Abtrennung von Mikroorganismen aus nährsalzhaltigen Fermentationsabläufen

Anwendungsgebiet

- 5 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Abtrennung von Mikroorganismen aus nährsalzhaltigen Fermentorabläufen, die in einem aeroben Fermentationsprozeß auf der Basis flüssiger Kohlenwasserstoffe kultiviert werden.
Die Erfindung kann eingesetzt werden in Anlagen zur Erzeugung
10 von Futtermittel auf Mikroorganismenbasis und ist in die IPK C 12 N einzuordnen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

- 15 Zur Abtrennung von Mikroorganismen aus nährsalzhaltigen Fermentorabläufen, die auf der Basis von flüssigen Kohlenwasserstoffen als Kohlenstoffquelle kultiviert werden, sind eine Anzahl von Verfahrensweisen bekannt, bei denen das zu behandelnde Gemisch während des Durchströmens einer Packung aus koaleszenzförderndem Material eine Vergrößerung der Tropfen der dispergierten Phase erfährt, wodurch eine Phasentrennung erzielt wird.
20 So ist bekannt, daß eine Abtrennung von Mikroorganismen aus derartigen Fermentorabläufen durch Kontaktierung mit Teflonoberflächen in Gegenwart eines nichtionogenen Tensids als Trennhilfsmittel erfolgen kann (DD-WP 141 390). Dazu wurde festgestellt, daß eine Verminderung der Effektivität bei An-

wendung des Verfahrens auf technisch erzeugte Fermentationsgemische auftreten kann, da ein hoher Wirkungsgrad des Trennverfahrens an Grenzwertbereiche von technischen Parametern der Trennstufe, aber auch speziellen physiko-chemischen Parametern des zu trennenden Gemisches gebunden ist. Insbesondere beeinflussen Grenzflächenspannung, Filmbildungsprozesse und Tensid-Biopolymer-Wechselwirkung in starkem Maße den komplexen Koaleszenzprozeß.

In einer weiteren Verfahrensweise sollen derartige Nachteile durch die Kombination dieser Trennvariante mit einem Zentrifugalapparat eingeschränkt werden (DD-WP C 12 d/217 591).

Hierbei besteht die Zielstellung, die Abtrennung eines Öl/Wasser-Gemisches einerseits und einer höherkonzentrierten Hefe/Wasser-Phase andererseits zu erreichen.

Desweiteren ist eine Vorrichtung bekannt, die die Abtrennung von Ölen aus mikroorganismenhaltigen Gemischen durch Heteroskoaleszenz beschreibt (DD-WP B 01 d/212 052). Hierbei wird auch vorgeschlagen, einen Ölteilstrom zum Kopf der Kolonne zurückzuführen. Diese Ölteilstromrückführung erhöht zwar die Ölkonzentration des zu trennenden Gemisches, was für einen Teil der auftretenden Prozeßzustände vorteilhaft sein kann, stellt aber andererseits eine erhöhte Belastung der Trennvorrichtung dar, was zu Lasten des erzielbaren Massedurchsatzes geht. Desweiteren stellen sich durch die Kreislaufweise Anreicherungen von organischen Inhaltsstoffen der flüssigen Kohlenwasserstoffphase und gegebenenfalls einer ebenfalls rückgeführten Zwischenschicht ein, die sich deshalb nachteilig auswirken, weil sie als Grenzfilmbildner zu einer erhöhten Stabilisierung der dispersen Phase gegen die beabsichtigten Koaleszenzprozesse führen.

Letztlich treten bei Synchronkulturfermentation bzw. Fermentation mit teil- bzw. vollsynchronisierten Kulturen Prozeßphasen auf, die erhöhte Aufwendungen zur Abtrennung der flüssigen Kohlenwasserstoffphase aus dem Fermentationsprodukt notwendig machen. Mit den in der Fachliteratur beschriebenen Verfahrensweisen können dabei keine ausreichenden Abtrenner-

gebnisse erzielt werden, vielmehr ist das Auftreten hoch-
emulgierter Zwischenschichten zu verzeichnen. Diese Zwischen-
schichten treten bei einer kontinuierlichen Verfahrensführung
im konventionellen Sinne, also ohne die erfindungsgemäße Be-
5 handlung sehr häufig mit hoher Intensität auf, wodurch die
Notwendigkeit besteht, sie entweder in die eine oder andere
flüssige Phase zu schneiden. Dadurch erhöhen sich zwangs-
läufig die Aufwendungen zur nachträglichen Reinigung dersel-
ben. Bei Entfernung dieser Zwischenschichten entsteht ein
10 nichtvertretbarer Verlust an Einsatzstoffen, besonders flüssi-
gen Kohlenwasserstoffen. Führt man die entfernten Emulsions-
schichten vor den Phasentrennapparat zurück, ergeben sich die
bereits geschilderten Nachteile.

Ziel der Erfindung

15 Ziel der Erfindung ist die Abtrennung der Ölphase derartiger
Fermentationsgemische durch Auswahl einer solchen Verfahrens-
weise, die eine gute Trennleistung bei hoher Prozeßstabilität
auch unter nicht konstanten technischen und physiko-chemi-
schen Parametern der vorgelagerten Fermentations- und Auf-
20 rahmstufe ermöglicht.

Wesen der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es, durch Auswahl und Anwendung
spezieller Bedingungen eine weitgehendste Ölabtrennung durch
Heterokoaleszenz an festen Oberflächen zu erzielen.
25 Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß man das
zu behandelnde Fermentationsgemisch nach Abtrennung eines
Teiles der wäßrigen Nährsalzlösung einem wiederholten Wechsel
von Koaleszenzbehandlung und Phasenberuhigung unterzieht, wo-
durch die an den Feststoffoberflächen stattfindenden Hetero-
30 koaleszenzvorgänge wirkungsvoll durch Koaleszenzprozesse
zwischen den flüssigen Phasenbestandteilen unterstützt werden,
indem die dispergierten Öltropfen in Kontakt mit einer zu-

sammenhängenden Ölphase gebracht und von dieser nach erfolgter Koaleszenz aus der mikroorganismenhaltigen wäßrigen Phase entfernt werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß man das nach der Kultivierung von Mikroorganismen, bevorzugt von Hefen, auf der Basis flüssiger Kohlenwasserstoffe erhaltene Fermentationsgemisch zunächst, in an sich bekannter Weise unter Ausnutzung des Dichteunterschiedes zwischen Hefe-Öl-Agglomeraten und Nährsalzlösung von einem Teil dieser wäßrigen Phase befreit und dieses aufgerahmte Gemisch einer Kontaktierung mit festen Oberflächen unterzieht, wobei ein Anteil der dispergierten Öltröpfen durch Heterokoaleszenz an dem Kontaktmaterial abgeschieden wird. Dabei ist ein hoher Abscheidegrad zwar günstig für die nachfolgende Behandlung, jedoch nicht unbedingt notwendig zum Erreichen des erfindungsgemäßen Vorteils.

Der Anteil abgetrennter Ölphase wird daraufhin zu einer zusammenhängenden Volumenphase, zumindestens aber zu vergrößerten Volumenanteilen im Gemisch, zusammengeführt. Eine zusammenhängende Volumenphase kann beispielsweise durch kurzzeitiges Passieren eines Beruhigungsgefäßes mit weitgehendst turbulenzfreien Strömungsbedingungen ausgebildet werden. Unter ungünstigeren hydrodynamischen Bedingungen wird unter Umständen diese zusammenhängende Ölvolumenphase nicht erhalten, sondern es bilden sich nur vergrößerte regellose Ölvolumenphasen. Wenn nun innerhalb der Volumenphasen keine Redispergierung auftritt, sondern das Bestreben zur Phasenvergrößerung dominiert, sind auch unter solchen Bedingungen die erfindungsgemäßen Vorteile des Verfahrens zu erzielen.

Im Anschluß an diese Behandlungsstufe, die als Phasenberuhigung gekennzeichnet ist, wird sowohl die Restemulsion wie auch die zusammengeführten Ölphasenanteile gemeinsam einer Wiederholung der ersten Behandlungsstufe, die als Koaleszenzbehandlung gekennzeichnet ist, unterzogen.

In dieser zweiten Koaleszenzbehandlungsstufe wird das zusammenhängende Ölvolumen durch Energieeintrag wieder in Kontakt mit der Restemulsion gebracht, wobei ein weiterer Anteil der dis-

pergierten Öltröpfen abgetrennt wird und sich mit der Öl-
volumenphase vereinigt. In einem nachfolgenden Beruhigungs-
gefäß erfolgt wiederum die Ausbildung von zusammenhängenden
Volumenphasen und die räumliche Trennung von der mikroorga-
nismenhaltigen wäßrigen Phase.

Diese Behandlung kann mit der notwendigen Zyklenanzahl so-
lange weitergeführt werden, bis der gewünschte Abtrenngrad
der Kohlenwasserstoffphase erreicht ist.

Die untere Phase im Beruhigungsgefäß stellt die mikroorganis-
menhaltige wäßrige Phase dar, woraus die Mikroorganismen
mittels bekannter Verfahren abgetrennt und weiteren Aufarbei-
tungsstufen zugeführt werden können.

Bei der weiteren Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfah-
rens wurde gefunden, daß die Abtrennung der Kohlenwasserstoff-
phase aus dem Fermentationsgemisch besonders dann mit hohem
Wirkungsgrad verläuft, wenn unter den beim Trennprozeß vor-
liegenden turbulenten Strömungsbedingungen eine Phaseninver-
sion des emulgierten Kohlenwasserstoff/Nährsalzlösungsgemi-
sches erreicht wird, so daß die mikroorganismenhaltige Nähr-
salzlösungsphase die innere Phase und die Kohlenwasserstoff-
phase die äußere Phase des dispersen Systems bilden.

Unter diesen Bedingungen wird eine Redispergierung der bereits
abgetrennten und zu einer zusammenhängenden Volumenphase ver-
einigten Ölanteile nicht nur wirksam verhindert, sondern
darüber hinaus koaleszieren die Restöltröpfen, die noch disper-
giert in der wäßrigen Phase vorliegen, mit dieser äußeren Öl-
phase. Dabei wird der Abtrenngrad durch den erfindungsgemäßen
wiederholten Wechsel von Koaleszenzbehandlung und Phasenberuhi-
gung auch dadurch erhöht, indem bei jedem neuen Zyklus eine
Tropfenneubildung der wäßrigen Phase eintritt, so daß ein
intensiver Kontakt zwischen den Reaktanten erzielt wird.

Mit der Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es mög-
lich, den Prozeß der Abtrennung der Kohlenwasserstoffphase
durch Auswahl der Zyklenanzahl von Koaleszenzbehandlung und
Phasenberuhigung in Abhängigkeit von den Trenneigenschaften des
Fermentationsproduktes, die sich bekanntermaßen nicht in jedem
Fall über einen längeren Zeitraum konstant darstellen, zu

steuern. Das erfindungsgemäße Verfahren hat den Vorteil, daß die Kohlenwasserstoffphase in gleichbleibend guter Qualität von der mikroorganismenhaltigen wäßrigen Phase abgetrennt wird, insbesondere auch bei Schwankungen in der Substratkonzentration im Fermentations- und Aufrahmprozeß, wobei die wäßrige Phase nur noch solche Mengen an verunreinigenden Kohlenwasserstoffen enthält, die im Vergleich zu bekannten Verfahrensweisen der zentrifugalschwerkraftfreien Emulsionsbrechung nach dem Heterokoaleszenzprinzip wesentlich vermindert sind.

Bei Synchronkulturfermentation bzw. Fermentation mit teil- bzw. vollsynchronisierten Mikroorganismenkulturen wird durch die erfindungsgemäße Verfahrensweise auch in solchen Prozeßzuständen, die eine erhöhte Koaleszenzstabilität während der Phasentrennung aufweisen, eine entscheidende Erhöhung des Abtrenngrades der flüssigen Kohlenwasserstoffphase erreicht. Desweiteren stellt es einen besonderen Vorteil des Verfahrens dar, daß bei seiner Anwendung emulgierte Schichten während der räumlichen Trennung der beiden flüssigen Phasen mit einem hohen Wirkungsgrad beseitigt werden. Von besonderer Auswirkung ist dieser Vorteil auf die bereits mehrfach erwähnte Zwischenschichtausbildung, wodurch letztlich die Notwendigkeit aufwendiger Nachreinigungsprozesse vermindert wird.

Die nachstehenden Beispiele sollen die erfindungsgemäße Verfahrensweise näher erläutern.

Beispiel 1

Ein Fermentationsgemisch der Kohlenwasserstoffverhefung wurde durch Aufrahmen von einem Anteil der Prozeßwasserphase getrennt, so daß sich ein Gemisch der Zusammensetzung 3,1 % Hefetrockensubstanz, 21,1 % Erdöldestillat, 75,8 % wäßrige Nährsalzlösung ergibt.

Dieses Gemisch wurde weiterbehandelt wie im Beispiel 1 beschrieben. Dabei wurden folgende Ergebnisse hinsichtlich der Phasentrennung erzielt:

Anzahl der Zyklen Koaleszenzbehandlung/ Phasenberuhigung	Abtrenngrad der Kohlenwasser- stoffphase (%)	Volumenanteil der Restemul- sion (%)
--	--	--

1	56,8	32
2	79,1	21
3	87,5	10
4	94,2	2
5	97,3	1
6	97,5	1

Bei der vergleichweisen Anwendung einer 15minütigen Kontaktierungszeit ohne wiederholten Wechsel von Koaleszenzbehandlung und Phasenberuhigung wurde nur ein Abtrenngrad von 66 % erhalten.

Beispiel 3

Ein Fermentationsgemisch der Kohlenwasserstoffverhefung, das einem Aufnahmprozeß unterzogen wurde, wies eine Zusammensetzung von

3,2 % Hefetrockensubstanz
28,4 % Erdöldestillat
68,4 % wäßriger Nährsalzlösung

auf.

Als Trennhilfsmittel dienten hier Lipid-Kohlenwasserstoffextrakte, die bei der extraktiven Reinigung von auf flüssigen Kohlenwasserstoffen kultivierten Mikroorganismen erhalten wurden und als eine Komponente Phosphatide enthalten.

Die Hilfsmittelkonzentration betrug 2,5 g/kg Fermentationsgemisch, berechnet auf den Phosphatidgehalt des Lipid-Kohlen-

wasserstoffextraktes.

Nach einer Erwärmung auf 40 °C wurde das Fermentationsgemisch einer Phasentrennung unterzogen, indem ein Polyäthylenmaterial enthaltendes Koaleszenzrohr durchströmt wurde. In
5 einem nachfolgenden Beruhigungsgefäß erfolgte die Abtrennung eines Teiles der dispergierten Ölphase. Diese abgetrennte Ölphase und die Restemulsion wurden anschließend mittels eines Rührwerkes miteinander vermischt und einer weiteren
10 Koaleszenzbehandlung unterzogen. Dieser Zyklus Koaleszenzbehandlung - Phasenberuhigung wurde mehrmals wiederholt und folgende Ergebnisse hinsichtlich des Ölabtrenngrades erzielt:

	Anzahl der Zyklen Koaleszenzbehandlung/ Phasenberuhigung	Abtrenngrad der Kohlenwasser- stoffphase (%)	Volumenanteil der Restemulsion (%)
15	1	26,2	44
	2	58,9	36
	3	74,2	16
	4	84,9	11
	5	96,1	4
20	6	96,3	2

Erfindungsanspruch

Verfahren zur Abtrennung von Mikroorganismen aus nährsalzhaltigen Fermentationsabläufen eines aeroben Fermentationsprozesses auf der Basis flüssiger Kohlenwasserstoffe in Gegenwart von koaleszenzfördernden Oberflächen und eines Trennhilfsmittels, gekennzeichnet dadurch, daß das Fermentationsgemisch nach Abtrennung eines Teiles der wäßrigen Nährsalzlösung einem wiederholten Wechsel von Koaleszenzbehandlung und Phasenberuhigung unterzogen wird, wobei die nach Beendigung jeweils eines dieser beiden Verfahrensschritte bereits abgetrennte Kohlenwasserstoffphase zwischen den Verfahrensschritten nicht entnommen wird.