



REPUBLIK
ÖSTERREICH
Patentamt

(10) Nummer: **AT 411 154 B**

(12)

PATENTCHRIFT

(21) Anmeldenummer: A 74/2002
(22) Anmeldetag: 17.01.2002
(42) Beginn der Patendauer: 15.03.2003
(45) Ausgabetag: 27.10.2003

(51) Int. Cl.⁷: **B01D 11/00**

(73) Patentinhaber:
WOLFSBAUER BARBARA
A-2452 MANNERSDORF, NIEDERÖSTERREICH
(AT).

(54) VERFAHREN FÜR DIE EXTRAKTION EINES STOFFES SOWIE EXTRAKTIONSANLAGE

(57) Die Erfindung betrifft ein neues Extraktionsverfahren, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass in einem geschlossenen Unterdruckkreislauf (Ku) mittels Unterdruckpumpe in einem Lösemittel/Extraktbehälter ein Unterdruck (pu) generiert wird, und dass gleichzeitig - in einem ebenfalls geschlossenen Überdruckkreislauf (Kü) im Lösemittel/Extraktbehälter gesammeltes Lösemittel und/oder im Unterdruckkreislauf (Ku) kondensiertes Reinslösemittel mittels Überdruckpumpe auf Überdruck (pü) gebracht und unter Erhöhung der Temperatur und Aufrechterhaltung des Überdrucks durch eine Schicht eines zu extrahierenden Feststoffmaterials im Extraktor geführt und in den Lösemittel/Extraktbehälter zurückgeführt wird, wobei das beim wiederholten Durchlaufen des Überdruckkreislaufs (Kü) sich mit dem Extraktstoff beladene Lösemittel mittels Druckentspannungsventil in den unter Unterdruck stehenden Lösemittel/Extraktbehälter hinein entspannt wird und wobei gleichzeitig ein in die Gasphase übergehender Teil des Lösemittels in den Unterdruckkreislauf (Ku) gelangt und nach Kondensation in einem Reinslösemittel-Pufferbehälter gesammelt wird, sowie eine Anlage zur Durchführung des neuen Extraktionsverfahrens.

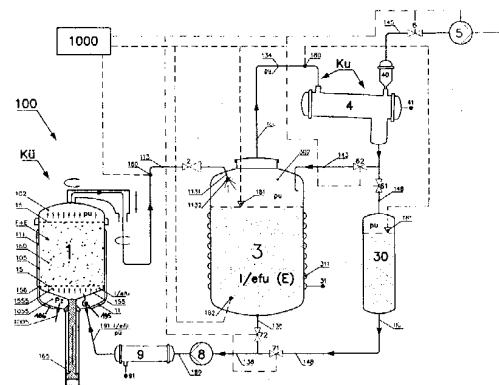


Fig. 1

AT 411 154 B

Die vorliegende Erfindung betrifft ein neues Verfahren sowie eine neue Anlage für die Extraktion mindestens eines extrahierbaren Stoffes aus mindestens einem, denselben enthaltenden Feststoffmaterial.

Es ist in der Vergangenheit eine große Zahl von Extraktionsverfahren und von Anlagen für die Extraktion der verschiedensten Stoffe in den verschiedensten Aggregatzuständen aus Flüssigkeiten und Feststoffmaterialien bekannt geworden, auf welche hier, insbesondere in Hinblick auf die Extraktion von Feststoffen, kurz eingegangen sei:

Beispielsweise ist aus dem Laborbereich das sogenannte Soxhlet-Extraktionsverfahren bekannt, bei welchem ein Löse- bzw. Extraktionsmittel aus einem Lösemittel-Sumpf verdampft wird, an einem oberhalb desselben angeordneten Kühler kondensiert wird und von dort auf bzw. in eine sich in einer Filterhülse befindliche Menge eines den zu extrahierenden Stoff bzw. Extraktstoff enthaltenden, zerkleinerten Feststoffes rinnt oder tropft, sich dort ansammelt und dabei den Extraktstoff aus dem Feststoff laugt. Das mit demselben beladene Lösemittel wird nach Erreichen eines bestimmten Volumens in den Lösemittelsumpf zurückgeführt, wobei dieser Kreislauf so lange fortgesetzt wird, bis ein gewünschter Auslaugungsgrad im Feststoff bzw. eine gewünschte Konzentration an Extraktstoff im Lösemittel im Sumpf erreicht ist. Ein wesentlicher Nachteil dieses Verfahrens besteht u.a. darin, dass das am Kühler kondensierte Lösemittel relativ geringe Temperatur aufweist und daher die zur Extraktion einer bestimmten Menge Extraktstoff benötigte Zeit relativ hoch ist und, dass der sich im Lösemittel anreichernde Extraktstoff über die gesamte Extraktionsdauer der Erhitzung für das Verdampfen des Lösemittels ausgesetzt ist.

In industriellem Maßstab werden Extraktionen mittels Extraktoren durchgeführt, wobei in einem im Wesentlichen mit Zu- und Ablauf ausgestatteten Behälter zwischen zwei Siebplatten od.dgl. eine Schicht des zu extrahierenden Feststoffmaterials angeordnet ist und das Lösemittel, bevorzugt im erhitzten Zustand und unter Druck im Kreislauf durch die genannte Feststoffschicht durchgeführt wird.

Besonders in neuerer Zeit hat sich eine Extraktionstechnik, welche mit sich in sogenannten "überkritischen" Zustand befindlichen Inert-Gasen, wie z.B. CO₂ arbeitet, durchgesetzt, wobei diese Extraktionsprozesse sehr selektiv und gleichzeitig effektiv gestaltet werden können und den Vorteil haben, dass in den Extraktstoffen letztlich keine Reste des Extraktionsmittels zurückbleiben oder an denselben haften bleiben. Diese Technik hat sich insbesondere in der Lebensmittelindustrie, aber auch bei der Gewinnung von biologischen Schädlingsbekämpfungsmitteln aus Pflanzenmaterial, wie z.B. von Pyrethrum bewährt. Auch hiebei ist die thermische Belastung des Extraktstoffes hoch.

Allgemein ist festzuhalten, dass mittels Feststoffextraktion wertvolle Bestandteile aus perkolationfähig (perkolieren = lat: durchsickern) aufbereiteten Substanzen gewonnen oder - was seltener der Fall ist - störende Begleitstoffe aus denselben entfernt werden können. Was die Extraktstoffe und die dieselben enthaltenden Feststoffmaterialien betrifft, seien im Folgenden einige Beispiele genannt:

- Extraktion von pharmazeutischen Rohmaterialien wie Blatt-, Rinden-, Wurzel-, Samen-, und Blütendrogen aus den entsprechenden Pflanzenteilen.
- Bei Polymeren kann ein Auswaschen von Katalysatoren und Verunreinigungen derselben durch Monomer- und Dimer-Rückstände erfolgen. Weiters können an Adsorbentien, wie z.B. Aktivkohle gebundene Stoffe gewonnen werden oder dort adsorbierte Schadstoffe aus dem Adsorbens entfernt werden.
- Extraktion von Ölsaaten, von Gewürzen und/oder Geruchs- und Geschmacksstoffen, bioziden bzw. insektiziden Stoffen aus Pflanzenmaterial.
- Extraktion von Knochen zur Gewinnung von Gelatine und von Tierabfällen zur Gewinnung von Fetten.
- Extraktion von Farbstoffen aus dieselben enthaltenden Materialien.
- Extraktion von Metallen aus Gesteinen.

Die Feststoffextraktion wird auch als "Auslaugen" bezeichnet, vor allem dann, wenn als Lösemittel Wasser verwendet wird.

Der Extraktionsvorgang kann auf verschiedenen Basisprozessen beruhen, wie z.B. auf dem Übergang des Extraktstoffes in das Lösemittel durch Diffusion, Abtrennung des Extraktes (Miscella) von Rückstand (Raffinat), durch Absetzen oder Filtrieren und Austreiben des im Rückstand

noch verbliebenen Extraktes durch Erhitzen mit Wasserdampf, Auswaschen und/oder Auspressen.

Die Art und Weise wie diese Prozesse miteinander jeweils verknüpft werden, hängt u.a. von der Zielsetzung, von der Spezifität der Extraktion, von der erwünschten Ausbeute, von der gewünschten Produktivität u.dgl. ab.

5 Ein weiterer wichtiger Verfahrensschritt ist die Abtrennung des Extraktionsstoffes vom Löse- bzw. Extraktionsmittel: Heute wird dies meist durch Destillation oder Verdampfung erreicht, vermutlich werden in Zukunft Membranprozesse auch auf diesem Gebiet wachsende Bedeutung erlangen.

10 Was das Extraktionsgut, also das den erwünschten, zu extrahierenden Stoff enthaltende Feststoffmaterial betrifft, so bestimmen die Eigenschaften desselben wie Teilchengröße, Oberfläche, Porosität, mittlerer Porendurchmesser und/der Extraktstoffgehalt weitgehend den Verlauf des Extraktionsprozesses.

15 Je kleiner die Teilchen, desto größer die Grenzschicht bzw. Diffusionsfläche zwischen Flüssigkeit und Feststoff. Sinkt die Teilchengröße jedoch zu stark, kann die freie Zirkulation des Lösemittels im Feststoff behindert werden. Nicht-perkolationsfähiges, wie z.B. pulverförmiges Extraktionsgut wird daher oft mit einem grobkörnigen, inerten Trägermaterial vermischt. Die mechanische Vorbereitung, also insbesondere Zerkleinerung, des Extraktionsgutes, soll neben einer Optimierung der Teilchengröße zu einer Verkürzung der Kapillarwege führen.

20 Für die Extraktionszeit bis zum Konzentrationsausgleich gilt eine etwa quadratische Abhängigkeit von der mittleren Kapillarlänge im zu extrahierenden Feststoff. Eine gleichmäßige Teilchengröße ist wichtig, da andernfalls feinere Teilchen schneller extrahiert werden als gröbere Teilchen, wodurch die Leistungsfähigkeit der Extraktionsanlage vermindert wird. Die Porosität bestimmt ebenfalls die zu wählende Aufbereitungsart: Mahlen, Walzen, Granulieren, Pelletieren, Extrudieren oder Sprühtrocknen.

25 Der Wassergehalt des Extraktionsgutes soll bei Einsatz hydrophober Lösemittel möglichst gering sein, da Wasser das Eindringen des Lösemittels in die Korn- bzw. Strukturzwischenräume oder Poren behindert. Daher wird der Extraktion häufig ein Trocknungsschritt vorgelagert. Zusätze von Stoffen, die sowohl im Wasser als auch im Extraktionsmittel löslich sind, wie z.B. Alkohole oder Ketone, können die Extraktion wasserhaltiger Substanzen erleichtern.

30 Außerdem ist die Tendenz zur Quellung, die die Perkolation behindert, nach einer Trocknung bei vielen Feststoffen weniger ausgeprägt.

Das Lösemittel bzw. Extraktionsmittel soll im Wesentlichen folgende Eigenschaften besitzen: Niedrige Viskosität, selektives Lösevermögen für den Extraktstoff, enge Siedegrenzen und niedrigen Siedepunkt bzw. niedrige Verdampfungsenthalpie.

35 Die Extraktionsrate nimmt im Verlauf jedes Extraktionsprozesses ab, nicht nur weil der Konzentrationsgradient abnimmt, sondern weil auch bei den meisten Verfahren die Viskosität der flüssigen Phase durch deren Beladung mit Extraktstoff zunimmt. Durch Anwendung des Gegenstromprinzipes oder durch Temperaturerhöhung kann ein Ausgleich gefunden werden.

40 Die Lösefähigkeit und damit die Extraktionsrate steigt im allgemeinen mit der Temperatur an. Jedoch nimmt dabei auch die Lösefähigkeit für die Verunreinigungen zu, darüber hinaus zersetzen sich manche Extraktstoffe bei zu hohen Temperaturen. Es existiert daher für jede Extraktionsaufgabe ein Temperaturoptimum.

45 Sonderfälle stellen jene Extraktionsprozesse dar, bei denen die Extraktstoff/Extraktionsmittellösung gleichzeitig das Endprodukt darstellt, wie dies z.B. bei Gewürzlikören der Fall ist. Das Lösemittel ist in diesen Fällen eine Wasser/Äthanol-Mischung und daher für die Extraktion besonders gut geeignet.

50 Der Einsatz eines Gegenstromverfahrens oder ein Abdestillieren des Lösemittels würde wohl höhere Ausbeuten an Extrakten erbringen, gleichzeitig aber auch eine Verschiebung des Geschmacksspektrums nach sich ziehen. Durch geschlossene Kreisläufe zwischen Extraktor und Extrakt-Sammeltank können Lösemittelverluste vermieden werden. Das ist nicht nur wirtschaftlicher, sondern ermöglicht auch im Wesentlichen Konstanz der Ergebnisse der einzelnen Chargen.

55 Gegenüber der durch physiko-chemische Gesetzmäßigkeiten, wie insbesondere durch das Nernst'sche Verteilungsgleichgewicht, gekennzeichneten Flüssig/Flüssig-Extraktion bestehen für die Fest/Flüssig-Extraktion einige Besonderheiten, wie z.B., dass zwischen der an den Feststoff gebundenen Extraktsubstanz und dem Extraktgehalt des Extraktionsmittels kein definierbarer

Verteilungsfaktor besteht, dass ein Teil des Extraktes (Miscella) am Ende der Extraktion bzw. bei mehrstufigen Prozessen in jeder Stufe an der Oberfläche und in den Kapillaren des Feststoffs gebunden ist - dieser Anteil wird als "gebundene Lösung" bezeichnet, dass weiters der Gleichgewichtszustand zwischen Fest- und Flüssigphase dann erreicht ist, wenn die Konzentration des Extraktstoffes in der gebundenen Lösung gleich groß ist wie in der freien Extrakt-Lösung, und dass schließlich die Extraktionsrate wesentlich von der Zusammensetzung und Struktur des Feststoffes beeinflusst wird. Diese Randbedingungen müssen bei der Wahl des Extraktionsprozesses, des Lösemittels und bei der Vorbereitung des Extraktionsgutes berücksichtigt werden.

Der entscheidende Vorgang für den Stofftransport aus der festen Phase in den an der Oberfläche und in den Kapillaren gebundenen Flüssigkeitsfilm und von dort weiter in das freie Extraktionsmittel folgt den Diffusionsgesetzen, die hier nicht näher erörtert werden sollen. In jedem Fall gilt, dass eine möglichst große Phasengrenzfläche und ein hoher Konzentrationsgradient anzustreben sind. Die Forderung nach einem hohen Konzentrationsgradienten bei gleichzeitig geringem Gesamtvolumen des Extraktionsmittels kann durch kontinuierliches Abdestillieren und Rückführen des Extraktionsmittels erreicht werden, wobei der konzentrierte Extrakt gleichzeitig abgezogen wird, wie dies eingangs kurz erwähnt ist.

Die in der heutigen industriellen Praxis anzutreffenden Feststoffextraktoren sind im Wesentlichen in diskontinuierlich, halb- oder semikontinuierlich, oder kontinuierlich arbeitende Anlagen einzuteilen:

Diskontinuierliche Extraktion: Das Prinzip eines diskontinuierlichen Extraktors ist folgendes: Der Extraktor wird zuerst mit dem Extraktionsgut befüllt und dann mit dem Extraktionsmittel beschickt. Das Extraktionsgut, das auf einem z.B. filterbespannten, korrosionsbeständigen Siebboden aufliegt und zu etwa zwei Dritteln vom Lösemittel umschlossen ist, wird nun unter Rühren extrahiert. Wenn von Zeit zu Zeit gezogene Proben nach einer gewissen Zeitdauer einen gewünschten Extraktstoffgehalt anzeigen, wird der Extrakt in eine Destillierblase überführt, aus der das Extraktionsmittel abdestilliert, im Kühler kondensiert wird und dann aus dem Lösemittelsammltank wieder in den Extraktor geführt wird.

Gemäß einer anderen Ausführungsform wird das Extraktionsgut nicht gerührt. Das Extraktionsmittel wird über dem Feststoff verteilt, sickert bzw. "perkoliert" durch das Extraktionsgut und wird - beladen mit dem Extraktstoff unterhalb desselben abgezogen. Das Extraktionsmittel wird im Kreislauf geführt und reichert sich im Verlauf des Prozesses mit dem Extraktstoff an. Solche Apparate werden auch "Diffuseure" genannt. Neben "stehenden" Extraktoren werden diskontinuierliche Anlagen auch als rotierende, im Wesentlichen horizontal gelagerte Trommel-Extraktoren eingesetzt, welche sich besonders für schleimige, pulvrige oder andere leicht verklebende Extraktionsgüter, wie z.B. Pressrückstände, Fischmehl, Bleicherden od.dgl. eignen. Sie sind bezüglich Raumbedarf, Betriebskosten, Lösemittelverluste und Durchsatzleistung an sich ungünstiger als stehende Extraktoren.

Halbkontinuierliche Extraktionen werden meist in Mehrkörper-Extraktoren durchgeführt, die mehrere hintereinandergeschaltete Extraktoren umfassen. Zu Beginn werden alle Extraktoren gleichmäßig befüllt. Das Extraktionsmittel durchströmt - von Pumpen gefördert - die Extraktoren. Der aus dem letzten Extraktor austretende Extrakt gelangt in die Destillationsanlage. Das gereinigte Lösemittel wird erneut in den ersten Extraktor gepumpt, wodurch in diesem das Extraktionsgut viel früher erschöpft ist als in den folgenden Extraktoren. Der erste Extraktor wird dann abgeschaltet, entleert und frisches Extraktionsgut eingebracht. Das Extraktionsmittel wird entleert und frisches Extraktionsmittel eingefüllt. Das Extraktionsmittel wird inzwischen am ersten Extraktor vorbei direkt in den zweiten Extraktor geführt, dann wird der zweite Extraktor stillgelegt usw. Der auf diese Weise erhaltene Extrakt ist höher konzentriert als jener aus Einzelextraktoren, wodurch der spezifische Dampf- und Kühlmittelverbrauch verringert wird.

Aus ihrem bisherigen Hauptanwendungsgebiet, der Ölsaaten- und Zuckerrübenextraktion werden diese Mehrkörperanlagen zunehmend durch Zellextraktoren verdrängt. Solche Zellextraktoren bestehen aus einem abgeschlossenen, zylindrischen Gehäuse, das durch einen Schlitzboden horizontal unterteilt ist. Über dem Schlitzboden dreht sich ein Zellenrad mit vertikaler Achse, dessen Zellen mittels Feststoffförderer gefüllt werden. Der Feststoff wird zur Ausfallöffnung, die durch einen Kreissektor in Zellengröße gebildet wird, transportiert. Das frische Lösemittel wird am Beginn auf den fast völlig extrahierten Feststoff aufgegeben, sickert durch die Feststoffschicht, nimmt

Extrakt auf und sammelt sich in Kammern unter dem Siebboden. Das Lösemittel wird dann durch Pumpen, zur Zelle mit der nächsthöheren Extraktstoffkonzentration gefördert usw. Der frisch eingebrachte Feststoff wird schließlich mit dem konzentrierten Extrakt berieselt.

Für die Extraktion von Stoffen aus pulverförmigen und nicht perkulationsfähigen Feststoffen wurde der Immersionszellen-Extraktor entwickelt. Bei diesem werden die Kammern nicht von oben berieselt, sondern es wird das Extraktionsmittel von unten in eine kreisförmige Rinne gepumpt. Diese Rinne wird durch die Blätter eines Sternrades in Zellen unterteilt. Durch das Befüllen von unten wird der Feststoff im Extraktionsmittel suspendiert. Die Strömungsgeschwindigkeit nimmt infolge des sich nach oben erweiternden Querschnittes ab und unterscheidet die Sinkgeschwindigkeit der Feststoffpartikel. Das Extraktionsmittel gelangt über ein Überlaufblech in einen Außenring, von dem es in die Zelle mit nächsthöherem Extraktgehalt gepumpt wird.

Nicht unerwähnt soll bleiben, dass aus der AT 371716 B eine Vorrichtung zum Auslaugen von Feststoffen, wie Wurzeln, Kräuter od.dgl., mittels eines beispielsweise alkoholhaltigen Lösemittels bekannt ist, welche mit einem verschließbaren, eine Öffnung für das Abführen des mit herausgelösten Feststoffanteilen beladenen Lösungsmittels aufweisenden Behälter gebildet ist, in dem ein Einsatzteil mit zwei lösemitteldurchgängigen Stützflächen, z.B. Siebflächen, angeordnet ist, zwischen denen das zu extrahierende Feststoffgut angeordnet ist, und dass eine der Stützflächen mittels Antriebsvorrichtung bewegbar bzw. verschiebbar ist, wobei weiters im Behälter eine Zufuhröffnung für die kontinuierliche Zufuhr des Lösemittels in den Raum, vor bzw. unterhalb der verschiebbaren Stütz- bzw. Siebfläche vorgesehen ist, und dass schließlich eine Pumpe zum Hindurchdrücken des im Kreislauf geführten und gegebenenfalls erhitzten Lösungsmittels durch die Stützflächen und das von diesen bzw. zwischen diesen gehaltenen Feststoffes in Richtung zur Abführöffnung vorgesehen ist.

Mittels der beweglichen Stützfläche kann das Feststoffgut einerseits am Ende der Extraktion ausgepresst werden, um Lösemittel abzutrennen und andererseits kann das Feststoffgut damit aus dem Extraktor ausgetragen werden.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist nun eine neues Verfahren für die Extraktion mindestens eines extrahierbaren Stoffes aus mindestens einem denselben enthaltenden, bevorzugterweise zerkleinerten, Feststoffmaterial mittels im Kreislauf geführten, bevorzugterweise erhöhte Temperatur und/oder erhöhten Druck aufweisenden, Lösemittels in flüssiger Phase, welches in mehreren Zyklen durch eine in einem Extraktor angeordnete Schicht des Feststoffmaterials hindurch bewegt wird und wobei das mit dem zu extrahierenden bzw. extrahierten Stoff angereicherte bzw. beladene Lösemittel in einem Lösemittel-/Extraktbehälter gesammelt wird.

Die wesentlichen Merkmale des neuen Verfahrens bestehen darin, dass

- in einem während des Extraktionsvorgangs geschlossen gehaltenen Unterdruck-Kreislauf (Ku)
- mittels zumindest einer - an eine von dem Lösemittel/Extraktbehälter bzw. von dessen Gas- bzw. Dampfraum oberhalb des sich dort befindlichen Lösemittels ausgehenden Unterdruckleitung mit darin angeordnetem Lösemitteldampf-Kondensator angeschlossenen - Unterdruck- bzw. Vakuumpumpe
- im Lösemittel-/Extraktbehälter bzw. in dessen Gasraum ein geringer Druck bzw. Unterdruck, bevorzugt ein unterhalb des Umgebungsdrucks liegender Druck, generiert und aufrechterhalten wird, und dass im wesentlichen
- gleichzeitig - in einem während des Extraktionsvorganges ebenfalls geschlossenen bzw. geschlossen gehaltenen Überdruck-Kreislauf (Kü) - über eine Lösemittleitung aus dem Lösemittel/Extraktbehälter dort gesammeltes bzw. gespeichertes Lösemittel und/oder über eine Reinslösemittel-Rückführleitung in bzw. an dem dort angeordneten Lösemitteldampf-Kondensator im Unterdruck-Kreislauf (Ku) kondensiertes Reinslösemittel mittels Überdruckpumpe auf einen höheren Druck bzw. Überdruck, bevorzugt auf einen über dem Umgebungsdruck liegenden Druck, gebracht und unter Erhöhung der Temperatur und bei Aufrechterhaltung des Überdrucks durch die Schicht des zu extrahierenden Feststoffmaterials im Extraktor und dann über eine in den Lösemittel/Extraktbehälter bzw. in dessen Gasraum mündende Extraktleitung in denselben zurück gefördert wird,
- wobei das beim wiederholten Durchlaufen des Überdruck-Kreislaufs (Kü) sich mit dem zu extrahierenden Stoff beladene Lösemittel mittels, bevorzugt in der genannten Extraktleitung

angeordneter, Druckminderungs- bzw. Druckentspannungs-Einrichtung, insbesondere Drosselventil in den mit dem Unterdruck beaufschlagten Lösemittel/Extraktbehälter hinein entspannt wird,

- wobei gleichzeitig ein dabei in die Dampf- bzw. Gasphase übergehender Teil des Lösemittels in den Unterdruck-Kreislauf (Ku) gelangt und nach Überführung desselben in die flüssige Phase mittels dem dort angeordneten Lösemitteldampf-Kondensator schließlich in der Reinlösemittel-Rückföhrleitung, vorzugsweise in einem dort eingebauten Reinlösemittel-Pufferbehälter, gesammelt wird.

Das neue Verfahren arbeitet absatzweise, und was wichtig ist, während des Extraktionsvorganges zwischen Befüllung des Extraktors mit dem Extraktionsgut und Anfahren desselben und dem Ende des Extraktionsprozesses arbeitet es im Wesentlichen mit zwei in sich geschlossenen, miteinander allerdings verknüpften Kreisläufen, wobei deren Schnittstelle durch den zu Beginn des Prozesses praktisch nur reines Lösungsmittel und im Verlauf des Prozesses in steigenden Mengen mit Extraktstoff beladenes Lösungsmittel, also Extrakt, enthaltenden Lösemittel/Extraktbehälter gebildet ist.

Dieser Behälter gehört während des Ablaufes des neuen Extraktionsprozesses an sich dem Unterdruck-Kreislauf an bzw. ist Teil desselben und ist gegen den Überdruck-Kreislauf hin einerseits durch die Überdruckpumpe für die Beaufschlagung des Lösemittels mit Überdruck und dessen Förderung und andererseits durch das Druckminderungs- bzw. Entspannventil abgeschottet. Das Lösemittel bzw. der steigenden Extraktstoffgehalt aufweisende Extrakt aus dem Überdruck-Kreislauf wird sozusagen durch die im Lösemittel/Extraktbehälter und in dem Lösemittel-Kondensator-Teil der Anlage vorhandene Unterdruckzone geschleust und gelangt dann wieder in den Überdruck-Extraktionskreislauf.

Beim Entspannen des aus dem Überdruckkreislauf kommenden, unter Druck stehenden und dort durchgehend in flüssiger Phase vorliegenden Lösemittels bzw. Extrakts in den Lösemittel/Extraktbehälter, geht ein Teil des Lösemittels in die Gas- bzw. Dampfphase über und gleichzeitig erfolgt durch dieses Entspannen eine Abkühlung, wodurch dafür gesorgt ist, dass ein Hauptteil des dem starken Druckabbau unterworfenen, extraktstoff-beladenen Lösemittels im Lösemittel/Extraktbehälter trotz des dort herrschenden Unterdrucks letztlich in flüssiger Phase vorliegt.

Der beim erfindungsgemäß vorgesehenen Entspannen in Dampfform in den Unterdruck-Kreislauf übergehende Teil des Lösemittels gelangt in den durch das vorher vorgenommene Evakuieren und das danach folgende Absperren bzw. Schließen des Ventils der Unterdruckpumpe geschlossenen bzw. geschlossen gehaltenen Unterdruck-Kreislauf, wird am Kondensator abgekühlt, kondensiert und fällt als Reinlösemittel wieder in flüssiger Form an. Dasselbe wird dann durch die Förderwirkung der Überdruckpumpe vom Unterdruck-Kreislauf wieder in den Überdruck-Kreislauf mit dem Extraktor eingebracht, wobei das Reinlösemittel bei Erreichung höherer Extraktionsgrade nach Fortschreiten des Prozesses für die Gewinnung von Rest- bzw. Spurenmengen an Extraktstoff aus dem teilerschöpften oder schließlich dann fast gänzlich ausgelaugten Feststoff gegen Ende des Extraktionsvorganges immer wichtiger wird.

Es sei an dieser Stelle ausdrücklich betont, dass die beiden Ausdrücke "Unterdruck" und "Überdruck" nicht immer bedeuten, dass im Unterdruck-Kreislauf ein unterhalb des Atmosphärendruck liegender Druck generiert und aufrecht erhalten werden muss, wichtig und entscheidend für das neue Verfahren ist, dass zwischen Über- und Unterdruck-Kreislauf eine Druckdifferenz von zumindest einigen kPa besteht.

Das gemäß dem neuen Konzept arbeitende Extraktionsverfahren mit integrierter Vakuum- bzw. Unterdruck-Lösemittel-Auffrischung ermöglicht eine vollständige oder exakt begrenzbare Ausbeutung des Extraktionsgutes, die Gewinnung hochkonzentrierten Extraktstoffes oder von Extraktphasen mit begrenzter Konzentration und eine weitestgehend vollständige "Auffrischung" des Lösemittels. Sie ermöglicht weiters sowohl eine fraktionierte als auch eine selektive Extraktion, ferner eine Extraktion, welche genau gemäß einem bestimmten Extraktionsprogramm "gefahren" werden kann, und nicht zuletzt ist bei diesem neuen Verfahren die Verhinderung des Entweichens von Ätherischen Ölen verwirklicht.

Ein ganz wesentlicher Vorteil des neuen Verfahrens besteht darin, dass der Extraktstoff nur beim jeweiligen Durchströmen der Feststoffgut-Schicht mit dem aufgeheizten Lösungsmittel im Extraktor einer thermischen Belastung ausgesetzt ist, sich aber, sobald er ins Lösemittel überge-

gangen ist, über die gesamte restliche Extraktionszeit im kühlen Zustand im Lösemittel/Extraktbehälter befindet, also durchaus schonend behandelt wird.

5 Einen wichtigen Aspekt stellt die Tauglichkeit des neuen Verfahrens für die Extraktion von flüchtigen Stoffen, wie ätherischen Öle und Duftstoffe, Aromen, dar, da die beiden aufeinander eingespielten Kreisläufe während der Extraktion geschlossen gehalten sind, sodass ein Entweichen und Verlust solcher flüchtiger Stoffe unterbunden ist.

Weiters wesentlich und hervorzuheben ist der geringe Energieverbrauch des mit den zwei ineinandergreifenden, geschlossenen Kreisläufen arbeitenden Extraktionsverfahrens gemäß der Erfindung.

10 Für die Erreichung hoher Ausbeuten an Extraktstoff ist eine Ausführungsform gemäß Anspruch 2 von Vorteil, gemäß welchem eine Änderung des Verhältnisses der für die Extraktion vorgesehenen und eingesetzten, sich während des Extraktionsvorganges mit Extraktstoff anreichernden Lösemittelmenge und der im Unterdruckkreislauf anfallenden und eingesetzten Reinlösemittelmenge im Verlauf des Prozesses vorgesehen ist.

15 Insbesondere für übliche Routine-Extraktionen, wie z.B. aus Pflanzenmaterial, hat sich ein Einhalten der Verhältnisse der Drucke im Überdruckkreislauf und im Unterdruckkreislauf zueinander, wie sie aus dem Anspruch 3 hervorgehen, als günstig erwiesen.

Einen wichtigen Aspekt des neuen Verfahrens stellt eine Vorgangsweise, wie sie aus dem Anspruch 4 hervorgeht, dar.

20 Um eine hohe Flexibilität bei der Erreichung optimaler Extraktionsausbeuten und -raten so wie bei der Minimierung des Energieverbrauchs zu erreichen, kann eine "Auffrischung" des Vakuums bzw. des Unterdrucks und dessen eventuelle "Nachbesserung" im Unterdruckkreislauf im Laufe des Extraktionsprozesses gemäß Anspruch 5 von Vorteil sein.

25 Eine auf das jeweilige Extraktionsproblem genau abgestimmte Programmsteuerung, wie sie gemäß Anspruch 6 vorgesehen ist, kann zur Optimierung des neuen Verfahrens einen wesentlichen Beitrag leisten. Es kann damit beispielsweise ganz gezielt auf Schwankungen in der Qualität, im Feuchtegehalt, im Extraktstoffgehalt u.dgl. des zu extrahierenden Feststoffguts, wie sie insbesondere bei pflanzlichen und tierischen Materialien je nach Ernte, Zuchtbedingungen, geographischen Standorten od.dgl. auftreten, Rücksicht genommen werden.

30 Als vorteilhaft hat sich weiters eine Vorgehensweise gemäß Anspruch 7 herausgestellt, bei welcher auf die Änderungen der Verdampfbarkeit des Lösungsmittels infolge der steigenden Beladung desselben mit Extraktstoff, z.B. mittels Druckabsenkung im Unterdruckkreislauf, Rücksicht genommen werden kann und weiters eine jeweils gewünschte Konzentrierung des Extraktes erzielbar ist.

35 An dieser Stelle soll betont werden, dass sich das neue Verfahren in allen bisher beschriebenen Ausführungsformen ganz allgemein für Extraktionsprobleme mit den verschiedensten Ausgangsbedingungen eignet. Es hat sich gezeigt, dass es sich insbesondere in Hinblick auf die thermodynamischen Eigenschaften von Wasser für einen besonders effektiven Einsatz von wasserhaltigen Lösungen und von Wasser als Extraktionsmittel eignet, wie ihn der Anspruch 8 vorsieht.

40 Einen weiteren wesentlichen Gegenstand der vorliegenden Erfindung stellt eine neue Extraktionsanlage mit Überdruck-Kreislauf (Kü) für das Lösemittel mit mindestens einem Behälter für das Extraktions-Lösemittel und mindestens einem, mit dem vom genannten Lösemittel durchströmbar, den zu extrahierenden Stoff enthaltenden, vorzugsweise zerkleinerten, Feststoffmaterial in gewünschter Schichtdicke befüllbaren Extraktor sowie weiters mit mindestens einer vom Lösemittel/Extraktbehälter, insbesondere von dessen Bodenbereich, ausgehenden und in den Extraktor, insbesondere in dessen Bodenbereich, mündenden Lösemittelleitung mit Durchfluss-Regel- bzw. Sperrorgan, insbesondere -ventil, Lösemittel-Förder- und -Druckbeaufschlagungsorgan, vorzugsweise Überdruckpumpe, und Lösemittel-Aufheizeinrichtung, vorzugsweise Wärmetauscher, sowie

50 mit mindestens einer aus dem Extraktor, insbesondere von dessen Kopfbereich, ausgehenden und zurück in den Lösemittel/Extraktbehälter geführten Extraktleitung, dar, welche Anlage dadurch gekennzeichnet ist,
- dass in der Extraktleitung zwischen Extraktor und deren, bevorzugt mit einer (Feinst-) Zerstäuberdüse od.dgl., ausgestatteter Mündung in den Lösemittel/Extraktbehälter, bevorzugt im

55 Nahbereich vor dieser Mündung, mindestens ein Lösemittel-Druckminderungs- bzw.

- Entspannungsorgan, bevorzugt Drosselventil, angeordnet ist, und
- dass die Anlage weiters einen Unterdruck-Kreislauf - mit vom Gas- bzw. Dampfraum über dem im Lösemittel/Extraktbehälter befindlichen Lösemittel bzw. Extrakt ausgehender, über eine mit einem Sperrorgan, bevorzugt Sperrventil, ausgestattete Vakuumleitung mit Unterdruck- bzw. Vakuumpumpe verbundener Lösemitteldampfleitung mit Kühleinrichtung bzw. Kondensator für die Überführung des Lösemittels aus der Dampfphase in die Flüssigphase und einer zum Lösemittel-Förder- und -Druckbeaufschlagungsorgan, insbesondere Überdruckpumpe, zurückführenden Reinslösemittel-Rückführleitung - aufweist.

Ein Pufferbehälter im Unterdruckkreislauf, wie er gemäß Anspruch 10 vorgesehen ist, hat den Vorteil, dass Schwankungen im Anfall und Verbrauch von Reinslösemittel im Laufe des Extraktionsprozesses problemlos berücksichtigt und ausgeglichen werden können.

Eine Anordnung von Ventilen sowohl im Überdruckkreislauf als auch im Unterdruckkreislauf gemäß Anspruch 11 hat den Vorteil, dass die Mengen von in den Extraktor eingebrachtem Lösungsmittel bzw. anfänglich nur gering beladenem Extrakt aus dem Lösemittel-Extraktbehälter und von Reinslösemittel aus dem Unterdruck-Kreislauf bzw. aus dem sich dort befindlichen Pufferbehälter leicht auf den Extraktionsfortschritt während des Prozesses abstimmbare sind.

Im Sinne einer hohen Flexibilität beim Einsatz der neuen Anlage sind Leitungsführungen gemäß Anspruch 12 sowie weiters eine Anordnung von Ventilen dortselbst, wie sie aus dem Anspruch 13 hervorgeht, günstig.

Um auch geringe Verluste an Lösungsmittel oder im Falle einer Extraktion von flüchtigen Extraktstoffen, wie z.B. Aromen, zu vermeiden, ist die Anordnung einer Kühlfalle im Unterdruckkreislauf gemäß Anspruch 14 bevorzugt.

Insbesondere im Sinne eines geringen Personalaufwandes bei gleichzeitiger Optimierung der Sicherheit der Anlage und des Extraktionserfolgs ist eine entweder einzelne, mehrere oder alle einer Regelung zugängliche Komponenten der Anlage steuernde, entsprechend sensor-gestützte Steuerung gemäß Anspruch 15 und/oder Anspruch 16 von besonderem Vorteil.

Bevorzugt kommt im Rahmen der Erfindung ein Extraktor mit einem verschiebbaren, z.B. mittels Hydraulik angetriebenen Siebboden gemäß Anspruch 17 zum Einsatz, mittels welchem, z.B. am Ende der Extraktion das Feststoffgut vor dessen Ausbringung ausgepresst werden kann und so die dort anhaftenden Extraktreste weitestgehend zurückgewonnen werden können.

Besonders bevorzugt ist eine Ausführungsform des Extraktors gemäß Anspruch 18 mit einem zusätzlich zur, bevorzugt hydraulisch, verschiebbaren (Auspress-)Siebfläche vorgesehenen, mit demselben verbundenen Druckverstärkungs-Boden, welcher seinerseits z.B. mittels Druckluft mit Zusatz-Pressdruck beaufschlagbar ist und somit das Auspressen von Lösemittel/Extrakt aus dem Feststoffgut nach beendeter Extraktion wesentlich unterstützen kann.

Anhand der Zeichnung wird das erfindungsgemäße Verfahren bzw. die neue Anlage für die Durchführung dieses Verfahrens näher erläutert:

Es zeigen die Fig. 1 ein Schema der gesamten Anlage, die Fig. 2 ebenfalls schematisch einen bevorzugt eingesetzten Extraktor und die Fig. 3 ein bevorzugtes zusätzliches Detail des Extraktors.

Die Fig. 1 zeigt eine erfindungsgemäße Anlage 100. Sie umfasst als, jeweils über Leitungen miteinander verbundene, Grundkomponenten einen - jedenfalls im Betriebszustand - aufrechtstehenden, ansonsten beispielsweise schwenkbaren, Extraktor 1 mit einem Heizmantel 111 mit Heizmittelzufuhr 11, in welchem Extraktor 1 zwischen zwei Siebplatten 15 eine Schicht 160 des in zerkleinertem Zustand vorliegenden, den zu extrahierenden Stoff E enthaltenden Feststoffes F angeordnet ist, einen Lösungsmittel/Extraktbehälter 3 mit Heizschlange 311 mit Heizmittelzufuhr 31, sowie weiters eine Kühleinrichtung bzw. einen Lösemitteldampf-Kondensator 4 mit Kühlmittelzufuhr 41, eine Unterdruck- bzw. Vakuumpumpe 5, sowie weiters eine Lösemittel-Förder- und -Druckbeaufschlagungspumpe bzw. Überdruckpumpe 8 sowie eine Erhitzungsvorrichtung, bevorzugt Wärmetauscher 9, für das mit der genannten Pumpe 8 mit Druck zu beaufschlagende und durch die Feststoff-Schicht 160 zu fördernde flüssige Lösemittel I/efü. Vom Boden des aufrechtstehenden Lösungsmittel-Extraktbehälters 3 geht eine mit einem Durchflussregel- bzw. Sperrventil 72 ausgestattete Lösemittelleitung 138 aus, über welche das im Behälter 3 gesammelte flüssige Lösemittel I/efu bzw. zumindest anfänglich der wenig konzentrierte Extrakt E in die Lösemittelförder- und Druckbeaufschlagungspumpe bzw. Überdruckpumpe 8 gelangt. Diese Überdruckpumpe 8 bildet den Beginn des Überdruck-Kreislaufes Kü der neuen Extraktionsanlage 100. Über ein

Leitungsstück 189 wird das nun mit Druck (pü) beaufschlagte Lösemittel I/efü durch den Wärmetauscher 9 geführt, wo es auf eine jeweils gewünschte Extraktions-Temperatur erwärmt bzw. aufgeheizt wird und weiterhin im flüssigem Zustand verbleibend, dem Extraktor 1 über eine in dessen Bodenbereich 155 mündende Leitung 191 zugeführt wird. Im Extraktor 1 durchströmt das unter Druck stehende erhitzte Lösemittel I/efü die Schicht 160 mit dem den Extraktstoff E enthaltenden zerkleinerten Feststoff F.

Die untere Siebplatte 15 im Extraktor 1 mit der etwa zylindrischen Wandung 15 und dem gewölbten Boden 106 ist in der in Fig. 1 gezeigten Ausführungsform mittels Gleitdichtung 156 gleitbar gegen die Extraktorwand 106 abgedichtet. Außerdem ist sie an ihrer Peripherie mit einem nach unten gewölbten Pressdruck-Verstärkungsboden 155 verbunden. In den Raum 155 zwischen Siebplatte 15 und Verstärkungsboden 155 führt eine -hier druckbeständige flexible Zuleitung 195 für das Extraktions-Lösemittel I/efü. Diese flexible Lösemittel-Zuleitung 195 durchquert den Raum 1055 zwischen Extraktorboden 106 und dem verschieblichen Pressdruck-Verstärkungsboden 155 mit der unteren Siebplatte 15. In den Raum 1055 führt eine Pressluft-Zufuhrleitung 1005, mittels der - zusätzlich zur Druckbeaufschlagung mittels einer mit dem Druckverstärkungsboden 155 verbundenen Hydraulik 165 - eine wesentliche Druckverstärkung auf den Druck-Verstärkungsboden 155 und damit auf die Siebplatte 15 bewirkt werden kann.

Von dem Kopfraum 102 des Extraktors 1 strömt das nun mit Extraktstoff E beladene, weiterhin im flüssigen Zustand vorliegende Lösungsmittel I/efü durch die Extraktleitung 113 zum Druckminderungs- bzw. -Entspannungs-Ventil 2, wo der Überdruckkreislauf Kü endet und mittels welchem der dem Lösemittel auferlegte Überdruck pü abgebaut wird und von wo aus weiters das infolge der mittels des Drosselventils 2 erfolgenden Druckminderung bei diesem Übergang in den Unterdruck-Kreislauf Ku sich relativ stark abkühlende und einerseits infolge des dort herrschenden Unterdruckes pu zum Teil in die Gas- bzw. Dampfphase übergehende Lösungsmittel Igu und andererseits der trotz des herrschenden Unterdruckes pu in flüssig bleibende restliche Lösemittel- bzw. Extraktanteil mit während des Prozesses ansteigendem Extraktstoffgehalt I/efu über die zur besseren Feinverteilung mit einer Feinst-Zerstäuberdüse 1132 od.dgl. ausgestatteten Leitungsmündung 1131 in den Behälter 3 gelangt.

Von der tiefsten Stelle des Bodens des Behälters 3 kann das Lösemittel I/efu über die Lösemitteleitung 138 mit dem Regel- und Sperrventil 72 mittels der Überdruckpumpe 8 für einen weiteren Überdruck-Extraktionszyklus wieder in den Überdruckkreislauf Kü eingebracht werden.

Vom Behälter 3 bzw. von dessen Gas- bzw. Dampfraum 302 über dem flüssigen Lösemittel bzw. Extrakt I/efu, im Kopf des Behälters 3 geht eine - in den Lösemitteldampf-Kondensator 4 führende - Lösemitteldampfleitung 134 für das dort in Gasphase bzw. Dampfform vorliegende Lösemittel Igu weg.

Vom Kondensator 4 führt, bevorzugt über eine Kühlfalle 40, eine Vakuum-Saugleitung 145 mit Regel- und Sperrventil 6 zur Unterdruck- bzw. Vakuumpumpe 5, mit deren Hilfe im Unterdruck-Kreislauf Ku, zu welchem jedenfalls der Lösemittel/Extraktbehälter 3 und der Kondensator 4 gehören, der dort während des Extraktionsprozesses aufrechtzuerhaltende, unterhalb des Umgebungsdrucks liegende Unterdruck pu generiert werden kann. Ist ein vorgegebener Wert dieses Unterdruckes pu erreicht, wird das Ventil 6 geschlossen, und damit wird der Unterdruck-Kreislauf Ku zu einem geschlossenen Kreislauf, der dann - gegebenenfalls unter zeitweiser Vornahme von eventuell nötigen Druck-Korrekturen oder -Nachjustierungen - jeweils während eines gesamten Extraktionsvorganges aufrechterhalten bleibt bzw. wird.

Der Unterdruck-Kreislauf Ku umfasst außer dem Lösemittel/Extraktbehälter 3 und dem Kondensator 4 weiters eine Reinslösemittel-Rückführleitung 148, über welche das im Kondensator 4 aus der Dampfphase in die flüssige Phase zurückverwandelte Reinslösemittel Ifu abfließen kann und nach Passieren des in der Leitung 148 eingebauten Regel- und Sperrventils 71 mittels der schon vorerwähnten Überdruckpumpe 8 in den Überdruck-Kreislauf Kü, also in den eigentlichen Extraktions-Kreislauf, gefördert wird.

In die Reinslösemittel-Abführleitung 148 kann vorteilhafterweise ein Reinslösemittel-Pufferbehälter 30 eingebaut sein, mittels welchem Schwankungen beim Anfall bzw. beim Bedarf an Reinslösemittel ausgeglichen werden können.

Schließlich kann weiters noch eine nach dem Kondensator 4 von der Lösemittel-Rückführleitung 148 abzweigende, in den Lösemittel/Extraktbehälter 3 zurückführende Kondensatleitung

143 mit Ventil 62 vorgesehen sein, wobei in der Rückführleitung 148 dann ein Regel- bzw. Sperrventil 61 angeordnet ist.

Es ist nun so, dass nach dem Evakuieren mittels der Unterdruckpumpe 5 und nach erfolgtem Sperren des Ventils 6 in der Vakuumleitung 145 ein in sich geschlossener, vollständiger Unterdruck-Kreislauf Ku mit Behälter 3, Leitung 134, Kondensator 4, Reinlösemittel-Rückführleitung 148 mit eventuellem Pufferbehälter 30 und Lösemittleitung 138 zum Behälter 3 hin gegeben ist, und dass weiters ein zu diesem Überdruckkreislauf Kü im wesentlich parallel geschalteter, von der Überdruckpumpe 8 über den Extraktor 1 bis zum Druckminderungsventil 2 sich erstreckender, "unvollständiger" Überdruck-Kreislauf vorliegt, welcher aber durch die "Überschneidung" bzw. "Gemeinsamkeit" mit dem geschlossenen und während des Extraktionsvorganges auch geschlossenen bleibenden Unterdruckkreislauf Ku vom Druckminderungsventil 2 weg über den Behälter 3 und die Lösemittleitung 138 mit Ventil 72 bis zur Überdruckpumpe 8 so überbrückt wird, dass auch er letztlich geschlossen ist.

Für die Steuerung der Anlage ist eine mit den jeweiligen Prozess-Vorgaben und -Steuerungsprogrammen ausgestattete Steuerungseinheit 1000 vorgesehen, welche über nicht näher bezeichnete mit unterbrochenen Linien angedeutete Messdatenleitungen von den verschiedenen Sensoren 180 für die Messung Unterdruck p_u , für Überdruck $p_{\bar{u}}$ in den beiden Kreisläufen Ku und Kü, 181 für Füllstandsmessung in den Behältern 3 und 30 und beispielsweise 182 für die Bestimmung des Extraktstoffgehaltes im Lösemittel L/efu im Behälter 3 mit Messdaten versorgt wird und von wo aus über - ebenfalls nicht näher bezeichnete mit strichpunktierten Linien angedeutete - Steuerleitungen, die Betätigungsorgane, beispielsweise für die Regulierung der Heizmittelzufuhr 91 zum Wärmetauscher 9, für die Vakuum- bzw. Unterdruckpumpe 5, für das für die Schließung des Unterdruck-Kreislaufes Ku verantwortliche Unterdruck-Sperrventil 6 und für die Durchfluss-Regel- und -Sperrventile 61, 62, 71 und 72 gesteuert werden.

Ein typischer Prozessablauf innerhalb der in der vorher erläuterten Fig. 1 schematisch dargestellten Extraktionsanlage 100 sei im Folgenden kurz wiedergegeben:

Der Extraktor 1 ist mit Extraktionsgut F + E und der Lösemittel/Extraktbehälter 3 mit unter Druck stehenden flüssigen Lösungsmittel L/efü gefüllt

Ventil 6: AUF - Vakuumpumpe 5: EIN

Die Vakuumpumpe 5 läuft solange, bis der eingestellte Unterdruck p_u im Unterdruck-Kreislauf Ku erreicht ist

Ventil 72: AUF - Überdruckpumpe 8: EIN

Wärmeaustauscher 9 und Extraktorheizung 11, 111: EIN

Druckentspannungsventil 2: AUF

Lösemittelbehälter 3 - Heizung 31, 311: EIN

Lösemittelkondensator bzw. dessen Kältemaschine 4: EIN

Ventil 61: AUF-Ventil 62: ZU

Bei Erreichen eines maximalen Niveaus im Lösemittel-Pufferbehälter 30 wird das Ventil 72 geschlossen.

Die Druck-Umlaufperkulation findet statt, bis eine gewünschte Konzentration des zu extrahierenden Stoffes E im Lösemittel L/efu im Behälter 3 erreicht ist.

Nach Erreichen des genannten Konzentrationswertes wird das Ventil 61 geschlossen.

Das Ventil 62 wird geöffnet, und die restliche Menge Lösemittel mit Extrakt wird durch Abdestillieren im Behälter 3 gesammelt und kann von dort abgezogen werden.

Der Extraktor 1 der Fig. 2 ist - bei gleichbleibenden Bezugszeichenbedeutungen - gleich aufgebaut wie jener gemäß Fig. 1, dessen untere Siebplatte 15 ist mittels Hydraulikantrieb 165 auf- und abwärts verschiebbar. Auf diese Weise kann jederzeit während und nach dem Extraktionsvorgang das den zu extrahierenden Stoff E enthaltende Feststoffmaterial F bzw. F+E zusammen- oder eben ausgepresst werden. Schließlich kann der Extraktor mittels Kipplagerung 125 kippbar ausgebildet sein und die Hydraulik 165 letztlich für das Ausbringen des schließlich ausgelaugten Feststoffgutes F herangezogen werden.

Die Detailansicht der Fig. 3 zeigt bloß den unteren Teil des Extraktors 1 mit Wandung 105 und Boden 106 näher. Die untere Siebplatte 15 ist hier mittels Gleitdichtung 156 gleitbar gegen die Extraktorwand 106 abgedichtet. Außerdem ist sie an ihrer Peripherie mit einem nach unten gewölbten Pressdruck-Verstärkungsboden 155 verbunden. In den Raum 1555 zwischen Siebplatte

15 und Verstärkungsboden 155 führt eine - hier druckbeständige flexible Zuleitung 195 für das Extraktions-Lösemittel I/efü. Diese flexible Lösemittel-Zuleitung 195 durchquert den Raum 1055 zwischen Extraktorboden 106 und dem verschieblichen Pressdruck-Verstärkungsboden 155 mit der unteren Siebplatte 15. In den Raum 1055 führt eine Pressluft-Zufuhrleitung 1005, mittels der -
 5 zusätzlich zur Druckbeaufschlagung mittels einer mit dem Druckverstärkungsboden 155 verbundenen Hydraulik 165 - eine wesentliche Druckverstärkung auf den Druck-Verstärkungsboden 155 und damit auf die Siebplatte 15 bewirkt werden kann.

Es sei abschließend betont, dass es nicht zwingend ist, eine der Siebplatten 15 im Extraktor 1 für ein Auspressen des Feststoffgutes F+E druckbeaufschlagbar beweglich zu gestalten, es kann
 10 erfindungsgemäß selbstverständlich auch ein Extraktor 1 mit nicht druckbeaufschlagbaren Siebplatten 15, zwischen denen das den Extraktstoff E enthaltende Feststoffmaterial eingebracht ist, zum Einsatz gelangen.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren für die Extraktion mindestens eines extrahierbaren Stoffes aus mindestens einem denselben enthaltenden, bevorzugterweise zerkleinerten, Feststoffmaterial mittels im
 20 Kreislauf geführten, bevorzugterweise erhöhte Temperatur und/oder erhöhten Druck aufweisenden, Lösemittels in flüssiger Phase, welches in mehreren Zyklen durch eine in einem Extraktor angeordnete Schicht des Feststoffmaterials hindurch bewegt wird und wobei das mit dem zu extrahierenden bzw. extrahierten Stoff angereicherte bzw. beladene Lösemittel in einem Lösemittel-/Extraktbehälter gesammelt wird,
 25 dadurch gekennzeichnet, dass
 - in einem während des Extraktionsvorgangs geschlossen gehaltenen Unterdruck-Kreislauf (Ku)
 - mittels zumindest einer - an eine von dem Lösemittel/Extraktbehälter bzw. von dessen Gas- bzw. Dampfraum oberhalb des sich dort befindlichen Lösemittels ausgehenden Unterdruckleitung mit darin angeordnetem Lösemitteldampf-Kondensator angeschlossenen
 30 - Unterdruck- bzw. Vakuumpumpe
 - im Lösemittel/Extraktbehälter bzw. in dessen Gasraum ein geringer Druck bzw. Unterdruck (pu), bevorzugt ein unterhalb des Umgebungsdrucks liegender Druck, generiert und aufrechterhalten wird, und dass im wesentlichen
 - gleichzeitig - in einem während des Extraktionsvorganges ebenfalls geschlossenen bzw.
 35 geschlossenen gehaltenen Überdruck-Kreislauf (Kü)- über eine Lösemittelleitung aus dem Lösemittel/Extraktbehälter dort gesammeltes bzw. gespeichertes Lösemittel und/oder aus dem über eine Reinslösemittel-Rückführleitung in bzw. an dem dort angeordneten Lösemitteldampf-Kondensator im Unterdruck-Kreislauf (Ku) kondensiertes Reinslösemittel mittels Überdruckpumpe auf einen höheren Druck bzw. Überdruck (pü),
 40 bevorzugt auf einen über dem Umgebungsdruck liegenden Druck, gebracht und unter Erhöhung der Temperatur und bei Aufrechterhaltung des Überdrucks durch die Schicht des zu extrahierenden Feststoffmaterials im Extraktor und dann über eine in den Lösemittel/Extraktbehälter bzw. in dessen Gasraum mündende Extraktleitung in denselben zurück gefördert wird,
 - wobei das beim wiederholten Durchlaufen des Überdruck-Kreislaufs (Kü) sich mit dem zu extrahierenden Stoff beladene Lösemittel mittels, bevorzugt in der genannten Extraktleitung angeordneter, Druckminderungs- bzw. Druckentspannungs-Einrichtung, insbesondere Drosselventil in den mit dem Unterdruck beaufschlagten Lösemittel/Extraktbehälter hinein entspannt wird, wobei gleichzeitig ein dabei in die Gasphase übergehender Teil des Lösemittels in den Unterdruck-Kreislauf (Ku) gelangt und, nach Überführung desselben in die flüssige Phase mittels dem dort angeordneten Lösemitteldampf-Kondensator schließlich in der Reinslösemittel-Rückführleitung, vorzugsweise in einem dort eingebauten Reinslösemittel-Pufferbehälter, gesammelt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,
 55 - dass zu Beginn der Extraktion das Lösemittel über die Lösemittelleitung aus dem Löse-

- mittel/Extraktbehälter und/oder über die Reinlösemittel-Rückführleitung des Unterdruck-Kreislaufs (Ku) in den Extraktor gefördert wird, und
- dass - dem jeweils erreichten bzw. steigenden Extraktionsgrad entsprechend - das Verhältnis von aus dem Lösemittel/Extraktionsbehälter geförderter Lösemittel- bzw. Extrakt-Mengenrate zur aus dem Unterdruck-Kreislauf (Ku) geförderter Reinlösemittel-Mengenrate verringert wird, bis gegen Ende der Extraktion nur mehr Reinlösemittel aus dem Unterdruck-Kreislauf (Ku) in den Überdruck-Kreislauf (Kü) gefördert wird.
- 5
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass ein Verhältnis zwischen Überdruck (pü) im Überdruck-Kreislauf (Kü) und Unterdruck (pu) im Unterdruck-Kreislauf (Ku) von 100:1 bis 20:1, bevorzugt ein solches von 50:1 bis 30:1, eingestellt und aufrechterhalten wird.
- 10
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet,
- dass die Generierung des Unterdrucks im Unterdruck-Kreislauf (Ku) im wesentlichen zu Beginn des Extraktionsprozesses erfolgt, und
 - dass - jeweils nach Generierung und Einstellung des Unterdrucks im Unterdruck-Kreislauf (Ku) auf einen jeweils vorgesehenen Unterdruck-Ausgangswert - der Unterdruck-Kreislauf (Ku) mittels Verschlussorgan, insbesondere Ventil, von der, bevorzugterweise dann abgeschalteten, Unterdruckpumpe bzw. von deren Saugwirkung getrennt bzw. abgekoppelt wird, während die Förderung des Lösemittels durch den Extraktor im Überdruck-Kreislauf (Kü) fortgesetzt wird.
- 15
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass bei einem Ansteigen des Unterdrucks im Unterdruck-Kreislauf (Ku) während der Extraktion auf einen jeweils vorgesehenen Unterdruck-Maximalschwellenwert mittels Unterdruckpumpe der Unterdruck, vorzugsweise auf den Unterdruck-Ausgangswert gesenkt wird, wonach der Unterdruck-Kreislauf (Ku) wieder geschlossen wird.
- 20
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass während der Extraktion im Überdruck-Kreislauf (Kü) und/oder im Unterdruck-Kreislauf (Ku)
- bevorzugterweise mittels automatischer Steuerung - die Temperatur und/oder der dort aufrechterhaltene Druck, insbesondere Überdruck, gemäß einem auf eine jeweils aktuelle Extraktionsaufgabe abgestimmten Extraktionsprogramm verändert, bevorzugterweise erhöht, wird.
- 25
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass nach Erreichen einer gewünschten Konzentration des zu extrahierenden Stoffes, bevorzugterweise nach beendeter Extraktion, in dem im Lösemittel/Extrakt-Behälter gesammelten Lösemittel bzw. Extrakt - insbesondere zur Extraktgehalts-Erhöhung und/oder Lösemittel-Rückgewinnung - mittels Generierung von Unterdruck im Unterdruck-Kreislauf (Ku) Lösemittel aus dem Lösemittel/Extrakt-Behälter in den Unterdruck-Kreislauf (Ku) verdampft und dort kondensiert wird, wonach der so aufkonzentrierte Extrakt aus dem Lösemittel/Extraktbehälter abgezogen wird.
- 30
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass als Lösemittel für die Extraktion ein polares Lösemittel, insbesondere ein Wasser enthaltendes, bevorzugt wassermischbares, Lösungsmittel, oder Wasser eingesetzt wird.
- 35
9. Extraktionsanlage, insbesondere diskontinuierlich und mit Druckbeaufschlagung arbeitende Extraktionsanlage, mit Überdruck-Kreislauf (Kü) für das Lösemittel mit mindestens einem Behälter (3) für das Extraktions-Lösemittel und mindestens einem, mit dem vom genannten Lösemittel durchströmbaren, den zu extrahierenden Stoff enthaltenden, vorzugsweise zerkleinerten, Feststoffmaterial in gewünschter Schichtdicke befüllbaren Extraktor (1) sowie weiters mit mindestens einer vom Lösemittel/Extrakt-Behälter (3), insbesondere von dessen Bodenbereich, ausgehenden und in den Extraktor (1), insbesondere in dessen Bodenbereich, mündenden Lösemittelleitung (139) mit Durchfluss-Regel- bzw. Sperrorgan (71), insbesondere -ventil, Lösemittel-Förder- und -Druckbeaufschlagungsorgan (8), vorzugsweise Überdruckpumpe, und Lösemittel-Aufheizeinrichtung (9), vorzugsweise Wärmetauscher, sowie mit mindestens einer aus dem Extraktor (1), insbesondere von dessen Kopfbereich, ausgehenden und zurück in den Lösemittel-Extraktbehälter (3) geführten Extraktleitung (113), dadurch gekennzeichnet,
- 40
- 45
- 50
- 55

- dass in der Extraktleitung (113) zwischen Extraktor (1) und deren, bevorzugt mit einer (Feinst-) Zerstäuberdüse (1132) od.dgl. ausgestatteten Mündung (1131) in den Lösemittel/Extraktbehälter (3), bevorzugt im Nahbereich vor dieser Mündung (1131), mindestens ein Lösemittel-Druckminderungs bzw. -Druckentspannungsorgan (2), bevorzugt Drosselventil, angeordnet ist, und
 - dass die Anlage (100) weiters einen Unterdruck-Kreislauf (Ku) - mit vom Gasraum (30) über dem im Lösemittel/Extraktbehälter (3) befindlichen Lösemittel bzw. Extrakt ausgehender, über eine mit einem Sperrorgan (6), bevorzugt Sperrventil, ausgestattete Vakuumleitung (145) mit Unterdruck- bzw. Vakuumpumpe (5) verbundene Lösemitteldampfleitung (134) mit Kühleinrichtung (4) bzw. Kondensator für die Überführung des Lösemittels aus der Dampfphase in die Flüssigphase und einer zum Lösemittel-Förder- und -Druckbeaufschlagungsorgan, insbesondere Überdruckpumpe (9), zurückführenden Reinslösemittel-Rückführleitung (148) - aufweist.
10. Extraktionsanlage nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass in der Reinslösemittel-Rückführleitung (148) ein Reinslösemittel-Pufferbehälter (30) angeordnet ist.
 11. Extraktionsanlage nach Anspruch 9 oder 10, dadurch gekennzeichnet, dass sowohl in der Lösemittelleitung (138) als auch in der Reinslösemittel-Rückführleitung (148) von deren Vereinigung vor der Überdruck-Fördereinrichtung (9) jeweils ein individuell einstell- und regelbares Durchfluss-Regel- bzw. Sperrorgan (71, 72), vorzugsweise Ventil, angerechnet ist.
 12. Extraktionsanlage nach einem der Ansprüche 9 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass von der aus der Kühleinrichtung (4) führenden Reinslösemittel-Rückführleitung (149) eine in den Lösemittel/Extraktbehälter (3) zurückführende Kondensatleitung (143) abzweigt.
 13. Extraktionsanlage nach einem der Ansprüche 9 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass sowohl in der Reinslösemittel-Rückführleitung (148) nach der Abzweigung der Kondensatleitung (143), bevorzugt in deren der Kühleinrichtung (4) nahem Abschnitt als auch in der Kondensatleitung (143) ein Durchfluss-Sperrorgan (61, 62) angeordnet ist.
 14. Extraktionsanlage nach einem der Ansprüche 9 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass in der Vakuumleitung (145) zwischen Kühleinrichtung (4) und Vakuumpumpe (5) bzw. Unterdruck-Sperrorgan (6) eine Kühlfalle (42) eingebaut ist.
 15. Extraktionsanlage nach einem der Ansprüche 9 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass sowohl im Überdruck-Kreislauf (Kü) als auch im Unterdruck-Kreislauf (Ku) jeweils zumindest ein mit einer Steuereinheit (1000) datenfluss-verbundener Druckmess-Sensor (150) angeordnet ist, von welcher Steuereinheit (1000) aus - jeweils mit demselben steuersignalfloss-verbunden - der Antrieb für die Unterdruckpumpe (5) und/oder für das Unterdruck-Sperrorgan (6) und/oder für die Überdruckpumpe (9) und/oder die Energiezufuhr (91) zum Wärmetauscher (10) und/oder die Energiezufuhr (11) zum Heizmantel (111) des Extraktors (1) und/oder die Kühlmittelzufuhr (41) zur Kühleinrichtung (4) und/oder das Druckminderungsorgan (2), vorzugsweise Drosselventil, und/oder die Durchfluss-Regel bzw. -Sperrorgane (71, 72) regel- und steuerbar ist bzw. sind.
 16. Extraktionsanlage nach einem der Ansprüche 9 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass im Lösemittel/Extraktbehälter (3) zumindest ein mit der Steuereinheit (1000) datenfluss-verbundener, für den zu extrahierenden Stoff spezifischer Konzentrationsmess-Sensor (180) angeordnet ist, wobei von der Steuereinheit (1000) aus die mit ihr steuersignalfloss-verbundenen Durchfluss-Regel- und -Sperrorgane (71, 72) in der Lösemittelleitung (138) und in der Reinslösemittel-Rückführleitung (148) steuerbar und/oder die Extraktionsanlage (100) nach Erreichung eines jeweils vorgegebenen Konzentrations-Schwellwerts und/oder bei Konstantbleiben der Konzentration des zu extrahierenden Stoffs im Lösemittel abgeschaltet wird.
 17. Extraktionsanlage nach einem der Ansprüche 9 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass sie einen mit einem Deckel verschließbaren, eine Zuführleitung (191, 195) für Lösemittel und eine Abführleitung (113) für das Abführen des mit dem extrahierten Stoff (E) beladenen flüssigen Lösemittels /efü aufweisenden Extraktor (1) umfasst, in dem die untere Stützfläche für die vom Lösemittel /efü zu durchströmende Schicht (160) des zu extrahie-

renden Feststoffes (F+E) bzw. die untere Siebplatte (15) mittels einer, vorzugsweise druckmittelbetätigten, bevorzugt hydraulischen, Antriebsvorrichtung (165) bewegbar bzw. verschiebbar angeordnet ist.

- 5 18. Extraktionsanlage nach einem der Ansprüche 9 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass der Extraktor (1) einen mit der unteren Siebplatte (15) verbundenen, im Abstand von demselben angeordneten, gegen die Extraktorwand (105) abgedichtet gleitbaren und zusammen mit demselben verschiebbaren Pressdruck-Verstärkungsboden (155) aufweist, welcher durch in den Raum (180) zwischen demselben und dem eigentlichen Extraktorboden (106) eingebrachte Druckluft (DL) mit - den mittels der Hydraulik (165) auf die Siebplatte (15) selbst oder ebenfalls auf den Druckverstärkungsboden (161), aufgebrachten Pressdruck verstärkendem - Zusatzpressdruck (pz) beaufschlagbar ist.
- 10

HIEZU 3 BLATT ZEICHNUNGEN

15

20

25

30

35

40

45

50

55

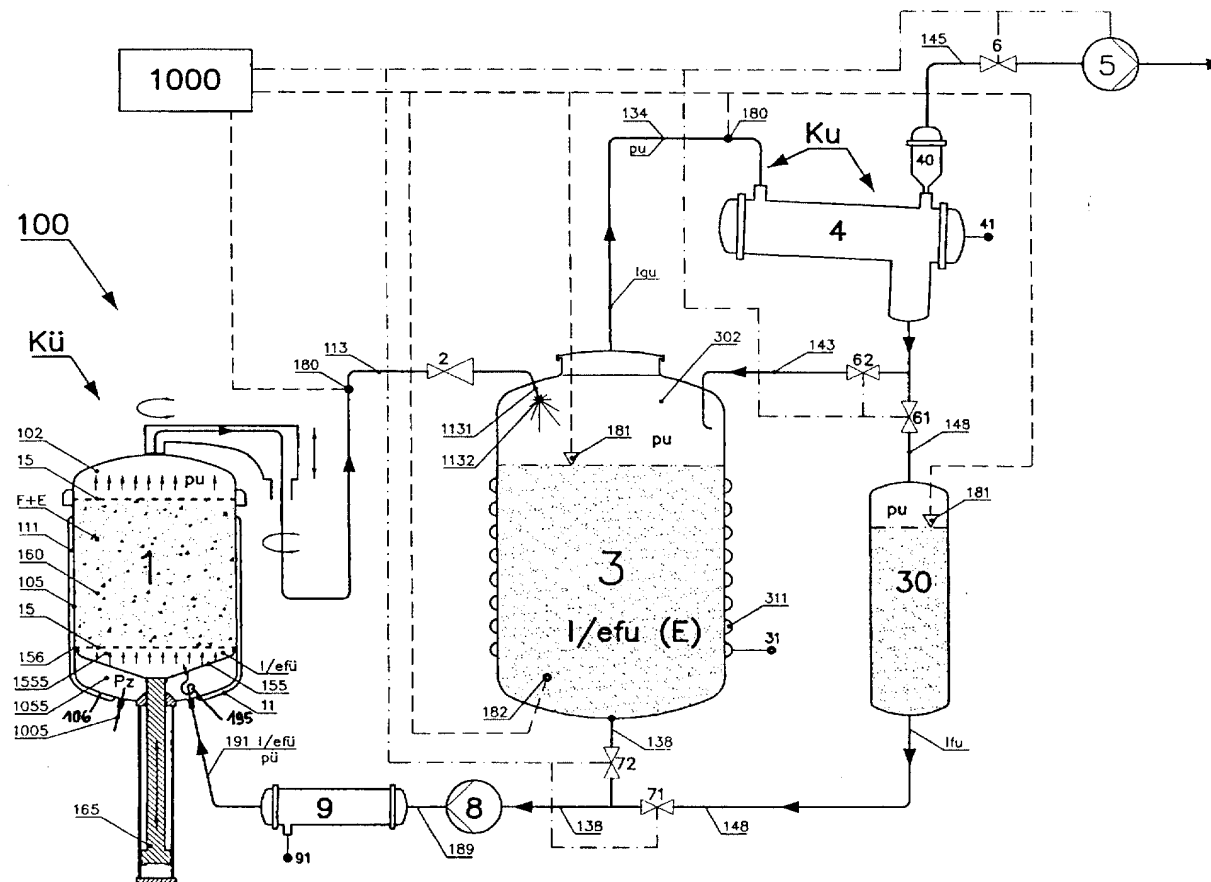


Fig. 1

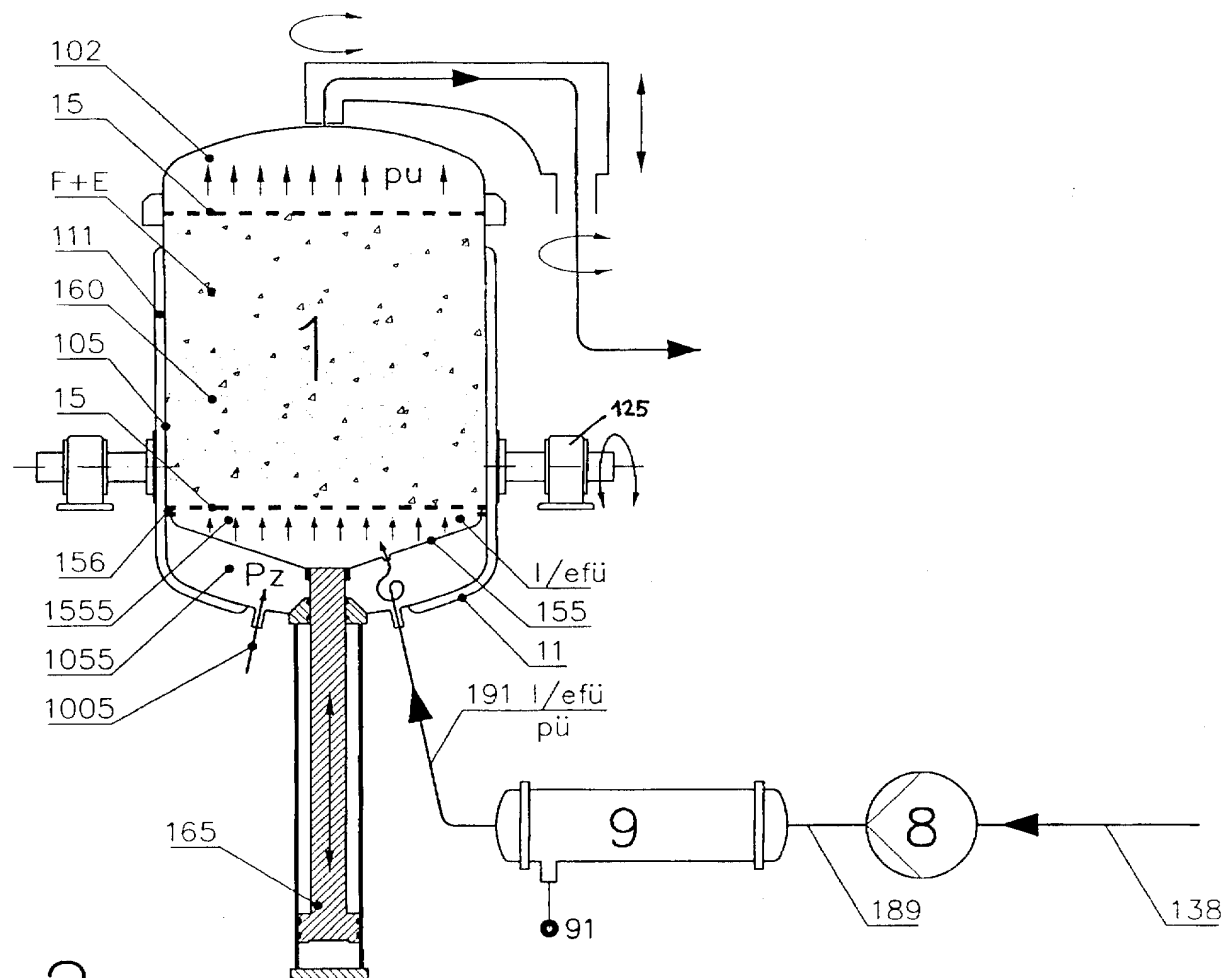


Fig. 2

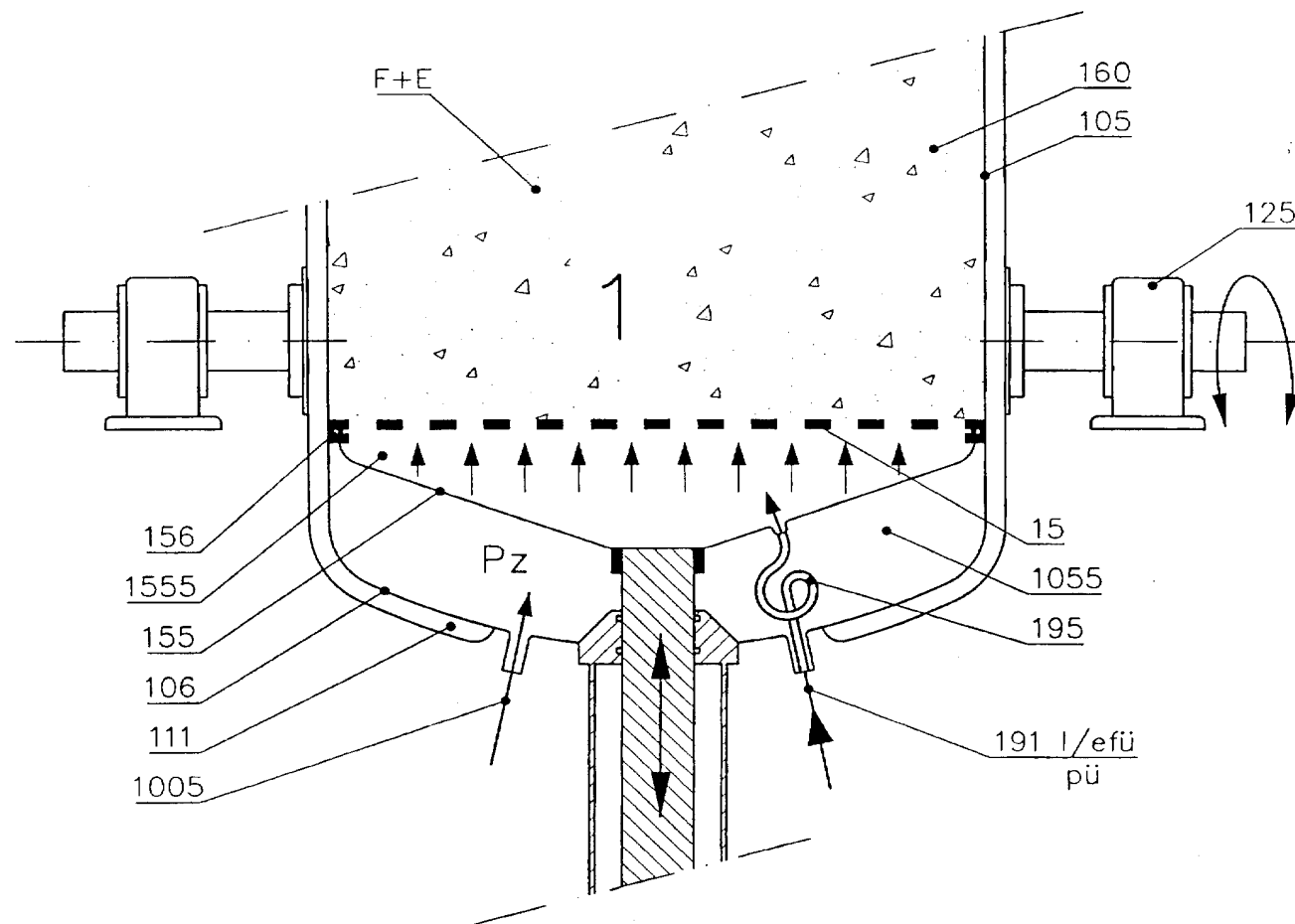


Fig. 3