(19) DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

Wirtschaftspatent

ISSN 0433-6461 (11) 0151 576

Erteilt gemäß § 29 Absatz 1 des Patentgesetzes

Int.Cl.³ 3(51) C 12 N 1/26

Patentbibliothek
des AfEP

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21) WP C 12 N 217 270 (22) 30.11.79 (44) 28.10.81

(71) AKADEMIE DER WISSENSCHAFTEN DER DDR, 1199 BERLIN;DD;
VSESOJUSNYJ NAUCNO-ISSLEDOVATEL'SKIJ INSTITUT BIOSINTEZA BELKOVYCH VESCESTV, MOSKAU; SU;
(72) BIEDERMANN, WOLFGANG,DR.;SCHMIDT, JOACHIM,DIPL.-CHEM.;HEINZE, GUENTHER,DIPL.-CHEM.;;
LEHMANN, GERHARD,DR.;DD;
(73) AKADEMIE DER WISSENSCHAFTEN DER DDR, 1199 BERLIN;DD;
VYESOJUSNYJ NAUCNO-ISSLEDOVATEL'SKIJ INSTITUT BIOSINTEZA BELKOVYCH VESCESTV, MOSKAU, SU;
(74) ADW DER DDR INSTITUT FUER TECHNISCHE CHEMIE AG PATENTWESEN 7050 LEIPZIG,
PERMOSERSTR. 15

(54) VERFAHREN ZUR REINIGUNG VON GETROCKNETEN BIOMASSEN

(57)Die Erfindung gehoert in das Gebiet der mikrobiologischen Eiweissgewinnung. Sie betrifft ein Verfahren zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen einschliesslich biogenen lipophilen Zellinhaltsstoffen aus getrockneten Biomassen, welche auf kohlenwasserstoffhaltigen Substraten gezuechtet wurden. Ziel der Erfindung ist es, den Verfahrensgang sicherer und einfacher zu gestalten. Erfindungsgemaess wird dies dadurch geloest, dass die getrocknete Biomasse bei Temperaturen zwischen 20 und 60 °C mit Methanol extrahiert wird. Der Wassergehalt des Methanols kann bis 10 Ma.% betragen

Titel

Verfahren zur Reinigung von getrockneten Biomassen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung gehört in das Gebiet der mikrobiellen Eiweißgewinnung, in die IPK C 12 d.
Die Erfindung kann eingesetzt werden in Anlagen, in denen getrocknete Biomassen mittels Lösungsmittelextraktion gereinigt werden.
Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen und unerwünschten biogenen lipophilen Zellinhaltsstoffen aus getrockneten Biomassen, die auf kohlenwasserstoffhaltigen Substraten gezüchtet wurden.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Mikroorganismen, die auf kohlenwasserstoffhaltigen Substraten, z.B. n-Alkanen oder Gasölfraktionen, gezüchtet werden, enthalten trotz sorgfältigster Anreicherung und Trennung immer beträchtliche Mengen an Substratanteilen und biogenen lipophilen Zellinhaltsstoffen, die eine direkte Anwendung dieser Mikroorganismen für Fütterungs- und Ernährungszwecke ausschließen. Vor der Verwendung dieser Biomassen als Futtermittel oder vor der Weiterverarbeitung, z.B. zur Herstellung von Eiweißisolaten, müssen diese Kohlenwasserstoffe einschließlich der lipophilen Zellinhaltsstoffe entfernt werden.

Dazu sind verschiedene Verfahren bekannt, die im allgemeinen entweder nach dem Waschen und der Separation eine Extraktion der wäßrigen Mikroorganismensuspension oder nach dem Trocknen der Suspension eine Extraktion der festen, getrockneten Biomasse beinhalten.

So sind Verfahren bekannt, in denen die getrocknete Biomasse zur Entfernung der Kohlenwasserstoffe und unerwünschten lipophilen Zellinhaltsstoffe mit Lösungsmitteln extrahiert werden. Als Extraktionsmittel dienen demgemäß vorzugsweise Kohlenwasserstoffe allein oder in Mischung mit polaren Lösungsmitteln. Die zur Verwendung vorgeschlagenen polaren Lösungsmittelkomponenten sind Äthanol, Isopropanol, Aceton oder Chlorkohlenwasserstoffe, die sämtlich die Eigenschaft besitzen, mit den in der Biomasse enthaltenen und auch mit den als Extraktionsmittel verwendeten Kohlenwasserstoffen, z.B. Benzinen, n-Hexan oder n-Heptan, vollkommen mischbar zu sein (DD-AP 53 984, DD-WP 108 114, DD-WP 108 320).

Ein modernes Verfahren zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen und biogenen lipophilen Zellinhaltsstoffen durch Extraktion der getrockneten Mikroorganismen beruht darauf, die Lösungsmittelextraktion mit einem Benzin/Methanol-Gemisch durchzuführen (DD-WP 124 057). Dadurch sind qualitativ bessere Produkte zu erhalten als bei Verwendung von Benzin/Äthanol- oder Benzin/Propanol-Gemischen, was sich insbesondere in einem geringeren Gehalt der extrahierten Mikroorganismen an nichtutilisierten mittel- bis langkettigen Kohlenwasserstoffen ausdrückt.

Diese bekannten Verfahren besitzen verschiedene Nachteile. So genügen die durch Extraktion der getrockneten Biomassen mit Kohlenwasserstoffen erhaltenen Produkte keinesfalls den Qualitätsforderungen bezüglich des Restkohlenwasserstoffgehaltes und es resultieren trotz mehrstündiger Extraktion noch immer Kohlenwasserstoffgehalte von 0,5 bis zu mehreren Prozenten.

Die Zugabe polarer Lösungsmittelbestandteile bringt zwar eine bedeutende Verbesserung der Reinheit, und durch Zusätze von Methanol zum Extraktionsbenzin werden extrahierte Produkte erhalten, deren Kohlenwasserstoffgehalt im Bereich mehrerer hundert ppm liegt, jedoch führt die Verwendung von Lösungsmittelgemischen aus Benzin und polaren Zusätzen während des Prozesses der Extraktion immer zu einer Trennung der sich in Verbindung mit dem in der Biomasse stets vorhandenen und für die Extraktion erforderlichen Wasser ausbildenden Gemische Kohlenwasserstoff/polare Substanz/Wasser in zwei Phasen. Diese Phasentrennung, die für eine effektive Durchführung der Extraktion mit Lösungsmittelgemischen erforderlich ist, führt zu großen technologischen Schwierigkeiten, da in Behältern, Rohrleitungen oder Apparaten infolge Temperaturabsenkung oder z.B. der möglichen Dosierung einer Entmischungskomponente eine Phasentrennung erfolgen kann, die u.U. im Havariefall bis zum Abschalten der Gesamtanlage führen kann. Für eine kontrollierte Durchführung des Extraktionsprozesses muß daher großer technologischer und meßtechnischer Aufwand betrieben werden (effektive Isolierung, Beheizung von Anlagenteilen, Kontrolle der Phaseneinheitlichkeit, kontinuierliche Analyse der Lösungsmittelzusammensetzung an den verschiedenen Stellen usw.). Schließlich zeigt sich, daß die Trocknung der extrahierten Mikroorganismen bei erhöhter Temperatur in allen Fällen, in denen die Extraktion mit Gemischen aus Kohlenwasserstoffen und Alkoholen durchgeführt wird, zu einer Inclusion erheblicher Mengen der Kohlenwasserstoffe des Extraktionsmittels führen kann, die dann bis zu mehreren Prozenten beträgt. Dadurch treten sowohl sicherheitstechnische als auch ernährungsphysiologische Risiken auf.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die beschriebenen Nachteile zu beseitigen und bei sicherer Absenkung des Gehaltes an nichtutilisierten Kohlenwasserstoffen den Gehalt an Extraktionsmittelbestandteilen in der trockenen Biomasse auf ein Minimum zu senken.

Wesen der Erfindung

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, spezifische Lösungsmittel anzuwenden sowie den Verfahrensgang der Extraktion einfacher und sicherer zu gestalten. Überraschenderweise wurde nun gefunden, daß die erfindungsgemäße Aufgabe dadurch zu lösen ist, daß als Extraktionsmittel für die Biomasse Methanol verwendet wird.Die von der homologen Reihe der Alkohole abweichenden Eigenschaften von Methanol als Extraktionsmittel, die zunächst nicht erwartet werden konnten, äußern sich u.a. darin, daß keine unbeschränkte Mischbarkeit von Methanol mit den im Mikroorganismenmaterial enthaltenen Kohlenwasserstoffen besteht wie bei den folgenden Gliedern dieser Reihe, und es wird angenommen, daß eben dieser Tatbestand für die Verwirklichung des erfindungsgemäßen Verfahrens von Bedeutung ist.
Im einzelnen gestaltet sich die Durchführung der Extraktion wie folgt: Getrocknete Biomasse und Methanol werden einem Extraktor zugeführt, wobei in bekannter Weise die Extraktion des Feststoffes durch das Lösungsmittel bei Temperaturen zwischen 20 °C und 60 °C stattfindet. Nach Abtrennung des Feststoffes aus der Suspension kann die Prozedur ein- oder mehrmals wiederholt werden und schließlich erfolgt nach erneuter fest/flüssig-Trennung die Trocknung des Feststoffes bei Temperaturen zwischen 70 °C und 180 °C in bekannter Weise.

Die getrocknete Biomasse wird analytisch auf ihren Gehalt an nichtutilisierten Kohlenwasserstoffen und Extraktionsmittelbestandteilen untersucht.

Die Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens bestehen darin, daß der Gehalt des Endproduktes an Extraktionsmittelbestandteilen nach der Trocknung wesentlich niedriger liegt als bei vergleichbaren Extraktionsverfahren, wobei der Gehalt des Endproduktes an nichtutilisierten Kohlenwasserstoffen die gleichen niedrigen Werte erreicht wie bei den vergleichbaren Verfahren. Hinzu kommt, daß bei Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens der Nucleinsäuregehalt der extrahierten Produkte ganz bedeutend abgesenkt werden kann, was bei den vergleichbaren Verfahren nicht der Fall ist. Weiterhin hat das vorgeschlagene Verfahren den Vorteil, daß bei der technischen Durchführung der Extraktion Phasentrennungen, wie sie bei Verwendung von Gemischen aus Kohlenwasserstoffen und Alkoholen als Extraktionsmittel immer auftreten, nicht stattfinden können. Schließlich ist durch Verwendung einer chemisch einheitlichen Substanz als Extraktionsmittel sowohl die Prozeßdurchführung und -kontrolle als auch die Aufarbeitung des Feststoffes und der Miszella wesentlich vereinfacht.

Die Erfindung soll anhand der nachfolgenden Beispiele näher erläutert werden.

Beispiel 1:

200 g sprühgetrocknete Hefe, die von einem Stamm Candida lipolytica auf einem Erdöldestillat des Siedebereiches 240 bis 360 °C gezüchtet wurde und nach Abtrennung, Aufarbeitung und Sprühtrocknung in einer Korngröße von 0,05 bis 0,5 mm vorlag, wird in einem Rührgefäß von 1,5 Liter Fassungsvermögen bei 40 °C mit 400 g Methanol versetzt und 10 Minuten lang gerührt. Nach Abtrennung des Feststoffes wird diese Prozedur noch dreimal wiederholt.

Der extrahierte Feststoff wird in einem dampfbeheizten Trockenschrank unter Umwälzung 30 Minuten lang getrocknet. Es wurden 2 Vergleichsversuche unter bekannten Bedingungen, der Verwendung von Benzin/Methanol 80/20 und der Verwendung von Benzin/Äthanol 80/20, durchgeführt. Von allen Endprodukten nach der Trocknung wurde neben der Bestimmung des Gehaltes an Substratkohlenwasserstoffen auch die Analyse auf Lösungsmittelreste durchgeführt. In dem nach dem erfindungsgemäßen Verfahren gereinigten Feststoff wurde ein Restgehalt an Erdöldestillat-Kohlenwasserstoffen von 0,02 Ma.% ermittelt. Der Rest-Methanolgehalt betrug 0,18 Ma.%. In den nach den bekannten Verfahren gereinigten Feststoffen (Vergleichsversuche) wurden 0,02 Ma.% und 0,04 Ma.% Erdöldestillat-kohlenwasserstoffe und 6,7 Ma.% Benzin (bei Verwendung von Benzin/Methanol) bzw. 6,2 Ma.% Benzin (bei Verwendung von Benzin/Äthanol) sowie 1,8 Ma.% Methanol bzw. 1,6 Ma.% Äthanol gefunden. Die Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens kommen somit auch in den niedrigen Lösungsmittelgehalten im getrockneten Feststoff, die bei den nach vergleichbaren Verfahren gereinigten Produkten einige Prozente, beim erfindungsgemäßen Verfahren jedoch nur 0,18 Ma.% betragen, sehr deutlich zum Ausdruck.

Beispiel 2:

In einem kontinuierlich arbeitenden Drehscheibenextraktionsapparat von 150 mm Durchmesser und 6 m Länge werden im Gegenstrom pro Stunde 20 kg Hefe, wie im Beispiel 1 genannt, bei einem Feststoff/Lösungsmittelverhältnis von 1 : 1,5 bei 40 °C mit Methanol, welches einen Wassergehalt von 5 Ma.% aufweist, extrahiert. Anschließend erfolgt über eine Doppelmantelschneckenzentrifuge die kontinuierliche fest/flüssig-Trennung, wobei das Fugat in den Extraktor zurückgeleitet wird. Der Feststoff wird in einem dampfbeheizten Stromtrockner bei 135 °C und einer mittleren Verweilzeit von 12 Minuten getrocknet.

Der Gehalt des Endproduktes an Erdöldestillatkohlenwasserstoffen betrug in diesem Falle 0,02 Ma.%, der Methanolgehalt 0,11 Ma.%.
An diesem Beispiel wird wieder die gute Extraktionswirkung von Methanol, die zu vergleichbaren Resultaten mit den bekannten Verfahren führt, gepaart mit den im Vergleich zu bekannten Verfahren geringen Restlösungsmittelgehalten des getrockneten Feststoffs deutlich.

Patentanspruch

1. Verfahren zur Reinigung von getrockneten Biomassen, insbesondere zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus auf kohlenwasserstoffhaltigen Substraten kultivierten, getrockneten Biomassen durch Extraktion mit Lösungsmitteln, dadurch gekennzeichnet, daß als Lösungsmittel Methanol verwendet wird und die Extraktion bei Temperaturen von 20 bis 60 °C diskontinuierlich oder kontinuierlich bei einem Feststoff/Lösungsmittelverhältnis von 1 : 1 bis 1 : 10 durchgeführt wird.

2. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Methanol bis zu 10 Ma.% Wasser enthalten kann.