



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2007 019 379 A1** 2008.10.30

(12)

## Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2007 019 379.5**

(22) Anmeldetag: **23.04.2007**

(43) Offenlegungstag: **30.10.2008**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **C07C 67/48** (2006.01)

**C07B 63/00** (2006.01)

**C07C 67/03** (2006.01)

**C07C 67/02** (2006.01)

**C07C 27/00** (2006.01)

**C07C 31/22** (2006.01)

**C07C 29/74** (2006.01)

(71) Anmelder:

**Bayer Technology Services GmbH, 51373  
Leverkusen, DE**

(72) Erfinder:

**Traving, Michael, Dr., 51399 Burscheid, DE;  
Schaefer, Johannes-Peter, 51515 Kürten, DE;  
Warsitz, Rafael, 45136 Essen, DE; Widuch,  
Waldemar, 51375 Leverkusen, DE; Bäcker, Werner,  
51688 Wipperfürth, DE; Spörer, Uwe, 46049  
Oberhausen, DE**

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Aufreinigung von Produktgemischen aus Umesterungsreaktionen**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein industrielles Verfahren zur Aufreinigung des Produktgemisches einer Umesterungsreaktion mit einer polaren, Elektrolyt-haltigen organischen Phase, bei dem mittels eines Nanofiltrationsschritts die Elektrolyte von der permeierenden polaren organischen Phase abgetrennt werden.

**Beschreibung**

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufreinigung von Produktgemischen aus Umesterungsreaktionen umfassend eine polare, Elektrolyt-haltige organische Phase durch eine Nanofiltration.

**[0002]** Eine Vielzahl von Verfahren zur Aufreinigung von Produktgemischen, insbesondere von Elektrolyt-haltigen organischen Phasen, ist seit langem bekannt. Diese Verfahren basieren meist auf verschiedenen thermischen Verfahren.

**[0003]** Im Allgemeinen wird bei solchen Produktgemischen eine Produktaufreinigung zur Abtrennung der Elektrolyte in Form einer Destillation durchgeführt. Diese Vorgehensweise lässt sich auch in industriellem Maßstab anwenden, vorausgesetzt, dass eine ausreichend große Kolonne eingesetzt wird, um eine Verunreinigung der organischen Phase durch Mitschleppen eines Salzanteils zu verhindern.

**[0004]** Nachteilig ist an den bisher eingesetzten Destillationsverfahren vor allem der hohe Energieaufwand gerade im Hinblick auf einen großindustriellen Einsatz. Daneben verursachen die auftretenden Salzverkrustungen in der Destillationsvorlage und auch in den Kolonnen zusätzlich die Notwendigkeit, den Destillationsvorgang periodisch zu unterbrechen und eine Reinigung der Geräte vorzunehmen. Auch dies ist im industriellen Umfeld von großem Nachteil bei der Integration des Destillationsvorgangs in kontinuierliche Herstellungsverfahren.

**[0005]** Ein anderer Ansatz zur Aufreinigung von salzhaltigen organischen Phasen besteht in der Anwendung von Elektrodialyseverfahren.

**[0006]** Ein Beispiel des vorgenannten Prinzips bezogen auf die Reinigung von Glycerin aus der Herstellung von Fettsäure-Methylestern ist in den Veröffentlichungen von F. Schaffner and R. Audinos, „Electrodialysis of crude glycerol recovered after esterification of colza oil“, Proc. 7th World Filtration Congress, Budapest, 1998, pp. 629–633 und KR 2003 026 269 A beschrieben. Hierbei wird die mit Salz beladene organische Phase in einem Elektrodialysem modul gegen salzfreies Wasser geführt. Durch den Stromtransport werden die Salzionen durch die Trennmembran transportiert und damit in der organischen Phase abgereichert.

**[0007]** Nachteilig an dieser Methode zur Aufarbeitung von Elektrolyt-haltigen organischen Produktgemischen ist jedoch der hohe Einsatz von zusätzlichem Wasser, welches nach der Aufreinigung durch Dialyse mit Elektrolyt beladen ist. Gerade im Hinblick auf die immer strenger werdenden Umweltauflagen ist die Entsorgung der großen salzhaltigen Wassermengen bei industriellen Prozessen ein wichtiger und kostenträchtiger Aspekt. Eine thermische Aufarbeitung des zusätzlichen Wassers verursacht wie bei der alternativen Methode der Destillation weitere Energiekosten.

**[0008]** Eine weitere Aufarbeitungsmethode besteht in der Entsalzung der organischen Phase über spezielle Ionentauscher, die eine gute Abtrennung der Elektrolyte bei hohem Durchsatz zeigen. Unter anderem handelt es sich bei den modernen Ionentauschern um für diese Aufgabe maßgeschneiderte Harze und/oder Zeolithe. Der Nachteil insbesondere bei der Aufreinigung von Glycerin aus industriellen Biodiesel-Prozessen besteht allerdings in der hohen Salzfracht des Glycerins aus dem Prozess. Durch diesen hohen Gehalt wird ein großes Volumen an Ionentauscherharz benötigt, welches auch wieder regeneriert werden muss. Die Regeneration erzeugt eine saure Wassermenge, welche einer separaten Aufarbeitung zugeführt werden muss. Hierdurch entstehen weitere Investitions- und Betriebskosten für die notwendigen Hilfsmittel.

**[0009]** Eine weitere beschriebene Methode zur Aufreinigung von Elektrolyt-haltigen Produktgemischen aus Umesterungsreaktionen ist das Ausfällen der Salze nach Abtrennung von Methanol und Wasser durch die Zugabe von kurzkettigen Alkoholen in einem definierten Phasenverhältnis von 1:0,3 bis 1:4 (beispielsweise Glycerin zu Alkohol). Nach einem intensiven Mischen kann das Salz entsprechend ausgefiltert werden.

**[0010]** Diese Vorgehensweise bringt verschiedene Nachteile mit sich. Eine Entwässerung und Abtrennung des Methanols im Vorfeld der Abtrennung des Elektrolyten ist energetisch sehr aufwendig, wie vorstehend bereits dargelegt. Die entsprechenden Destillationsapparate weisen zudem einen gewissen Salzausfall auf, welcher zu der Notwendigkeit von Stillständen im Prozess führt. Außerdem wird durch diese Vorgehensweise ein erhebliches Zusatzvolumen in Form von Alkohol in das Verfahren eingebracht. Dies bedeutet einen erhöhten Material- und Investitionsaufwand.

**[0011]** In jüngster Zeit gewinnt gerade die Herstellung von Biodiesel in industriellem Maßstab zunehmend

wirtschaftliche Bedeutung. Bei dieser Herstellung werden aus gereinigten beziehungsweise aufbereiteten Ölen im Wege einer Umesterungsreaktion vorzugsweise Methylester der in den Ölen enthaltenen Fettsäuren erhalten, die als Kraftstoff Verwendung finden. Daneben wird Glycerin gewonnen, das ebenfalls als Rohstoff beispielsweise in der Kosmetikindustrie eingesetzt wird. Die Umesterungsreaktion kann entweder sauer oder basisch katalysiert werden. Darüber hinaus sind auch enzymatische Methoden zur Katalyse der Umesterungsreaktion bekannt. Einen Überblick über die bisher verwendeten Verfahren zur großtechnischen Umesterung von Ölen zur Gewinnung von als Kraftstoff verwendbaren Fettsäureestern geben beispielsweise die Druckschriften DE 199 25 871 A1, DE 602 09 028 T2 sowie DE 10 2004 044 660 A1 zusammen mit den darin genannten Verweisen.

**[0012]** Allen bisher bekannten Umesterungsverfahren liegt das Problem zugrunde, die Aufreinigung des Produktgemisches aus Elektrolyt-beladener Glycerin-haltiger Phase möglichst einfach auszuführen, so dass insbesondere das Glycerin nur mit zurückgebliebenen Spuren von Wasser, Elektrolyten und Nebenprodukten gewonnen werden kann. Die bekannten Verfahren basieren insbesondere im großtechnischen Maßstab auf der Abtrennung des Glycerins mittels Destillation mit den vorstehend beschriebenen Nachteilen.

**[0013]** Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist daher die Bereitstellung eines vereinfachten Verfahrens zur Aufreinigung eines Elektrolyt-haltigen Produkts aus dem Gemisch einer Umesterungsreaktion in möglichst hoher Qualität unter Berücksichtigung der Vorgabe, das Verfahren in industriellem Maßstab insbesondere in einen kontinuierlichen Gesamtprozess einzubinden.

**[0014]** Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch ein Verfahren zur Aufreinigung des Produktgemisches einer Umesterungsreaktion mit einer polaren, Elektrolyt-haltigen organischen Phase, in dem mittels eines Nanofiltrationsschritts die Elektrolyte von der permeierenden polaren organischen Phase abgetrennt werden.

**[0015]** Umesterungsreaktionen sind, wie vorstehend bereits dargestellt, eine industriell bedeutsame Klasse organischer Reaktionen, in denen ein Ester durch Austausch der Säuregruppen oder durch Austausch der alkoholischen Gruppen in einen anderen Ester überführt wird. Erfolgt die Umesterung durch Austausch der alkoholischen Gruppen, so spricht man auch von einer Alkoholyse. Bei der Alkoholyse wird der auszutauschende Alkohol im Allgemeinen im Überschuss zugesetzt, um eine hohe Ausbeute an gewünschtem Ester zu erhalten. Denn die Umesterungsreaktion ist eine Gleichgewichtsreaktion, die in der Regel bereits durch Mischen der Reaktanden ausgelöst wird. Die Reaktion verläuft jedoch so langsam, dass für kommerzielle Zwecke ein Katalysator zur Beschleunigung erforderlich ist. Ein Beispiel für eine wirtschaftlich bedeutende Umesterungsreaktion ist die Herstellung von Fettsäureestern kurzkettiger Alkohole, bei der durch Umesterung von natürlichen Fetten oder Ölen wie beispielsweise Rapsöl oder Sojaöl ein als Kraftstoff verwendbares Produktgemisch aus verschiedenen Fettsäureestern erhalten wird.

**[0016]** Fette und Öle biologischen Ursprungs bestehen überwiegend aus Glyceriden (Mono-, Di- und Triglycerid). In der Praxis wird häufig das Bradshaw-Verfahren zur Umesterung von Fetten und Ölen mit Methanol, wie beispielsweise in den US-Patenten 2,271,619 und 2,360,844 beschrieben, angewandt. Aber auch verschiedenste Abwandlungen des Verfahrens sind gängig. Vor allem im Bereich der eingesetzten Katalysatoren gibt es eine breite Variation. Neben den basenkatalysierten Verfahren (vgl. z. B. J. Am. Oil Chem. Soc. 61 (1984), 343 oder Ullmann, Enzyklopädie der Technischen Chemie, 4. Auflage, Band 11, Seite 432) sind auch säurekatalysierte Verfahren sowie enzymatische Methoden denkbar.

**[0017]** Unter dem Begriff Elektrolyt-haltiges Produkt wird erfindungsgemäß der Anteil des Produktgemisches aus der Umesterungsreaktion verstanden, der neben den Elektrolyten auch solche Verbindungen enthält, die eine oder mehrere freie Hydroxid- oder Säuregruppen aufweisen. Beispielsweise handelt es sich um Glycerin und kurzkettige Alkohole sowie in geringem Umfang um freie Fettsäuren (FFA) und Wasser. Als Elektrolyte werden hier und im Folgenden alle salzartigen organischen oder anorganischen Verbindungen bezeichnet. Darunter sind beispielsweise die bevorzugt eingesetzten Katalysatoren der Umesterungsreaktion wie Natrium- oder Kaliumhydroxid, Ammoniumverbindungen oder Schwefelsäureverbindungen zu nennen. Aber auch solche Salze, die als Bestandteil der eingesetzten Edukte in das Reaktionsgemisch gelangen, sollen unter dem Begriff Elektrolyte gemäß der vorliegenden Erfindung zusammengefasst werden.

**[0018]** Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung enthält das Elektrolyt-haltige Produkt Methanol, Ethanol, Isopropanol, Wasser und/oder Glycerin.

**[0019]** Unter dem Begriff Nanofiltration wird erfindungsgemäß ein druckgetriebenes Membrantrennverfahren

verstanden, das Partikel im Nanometer-Bereich zurückhält. Solche Partikel sind beispielsweise zweiwertige Ionen. Die Nanofiltration ist definitionsgemäß bezogen auf ihre Trennleistung zwischen der Umkehrosmose, in der alle gelösten Stoffe zurückgehalten werden, und der Ultrafiltration, in der größere Partikel beispielsweise zwischen 2 nm und 0,1 µm abgetrennt werden können, angesiedelt. Im Vergleich zur Umkehrosmose werden bei der Nanofiltration entsprechend gröbere Filter und geringere Arbeitsdrücke verwendet. Es können sowohl nicht-poröse als auch poröse Membranen verwendet werden. Erfindungsgemäß wird die Nanofiltration nicht in dem bekannten Sinne eingesetzt, von einer wässrigen Phase Elektrolyte und gelöste Substanzen zu trennen. Vielmehr wird vorliegend eine Elektrolyt-haltige organische Phase einer Nanofiltration unterworfen.

**[0020]** Die Filtrationstemperatur ist nicht kritisch und kann in weiteren Bereichen variiert werden. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird die Nanofiltration bei einer Temperatur zwischen 15°C und 90°C, bevorzugt zwischen 20°C und 60°C, besonders bevorzugt zwischen 30°C und 40°C, durchgeführt.

**[0021]** Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren ist es erstmals möglich, einen auch großtechnisch einsetzbaren Prozess zur Aufreinigung von Elektrolyt-haltigen organischen Produktgemischen aus Umesterungsreaktionen zur Verfügung zu stellen, der neben einer erheblich vereinfachten Prozessführung aufgrund des nunmehr kontinuierlich fahrbaren Prozesses eine vereinfachte Integration in das Gesamtverfahren zulässt.

**[0022]** Mit dem erfindungsgemäßen Abtrennen der Elektrolyte von der permeierenden organischen Phase mittels eines Nanofiltrationsschrittes wird vorteilhafterweise erreicht, dass das durch die Membran tretende Gemisch, das vorzugsweise aus Glycerin, Methanol und Wasser besteht, fast vollständig von den Elektrolyten befreit ist.

**[0023]** Aufgrund der Tatsache, dass Membrantrennverfahren ohne Phasenänderung funktionieren, wird deutlich weniger Energie für den Trennprozess benötigt als bei vergleichbaren Trennverfahren mit Phasenänderung wie beispielsweise destillativen Verfahren. Ein weiterer Vorteil besteht darin, dass die Aufreinigung mittels Nanofiltration einen erheblich vereinfachten apparativen Aufbau erlaubt. Zudem kann die Aufreinigung bei Raumtemperatur oder leicht erhöhter Temperatur durchgeführt werden, was neben der angesprochenen Energieeinsparung deutlich schonender für die organischen Produkte abläuft, so dass diese mit einer größeren Qualitätsausbeute gewonnen werden können.

**[0024]** Bevorzugt wird das erfindungsgemäße Verfahren so ausgeführt, dass zunächst eine Reaktionsmischung zur Umesterung aus Edukt-Ester, Katalysator und Alkohol über eine bestimmte Zeit in einem Reaktionskessel gerührt wird. Die Reaktionstemperatur, Druck und Reaktionszeit sind nicht kritisch und werden so gewählt, dass ein möglichst vollständiger Umsatz bei möglichst geringer Verweilzeit erzielt wird. Das so entstandene Produktgemisch wird einer Trennstufe zugeführt, die die unpolare Produktester-Phase von der polaren organischen Phase mit den Alkohol-, Glycerin- und Katalysatorkomponenten trennt. Die abgetrennte polare organische Phase mit den Alkohol-, Glycerin- und Katalysatorkomponenten kann in weiteren Schritten aufgearbeitet werden, die beispielsweise zunächst eine Neutralisation der verwendeten basischen oder sauren Katalysatoren vorsehen. Durch den Neutralisationsschritt werden die als Katalysator eingesetzten Basen oder Säuren in Salze überführt. Die so erzeugte Salzfracht kann anschließend erfindungsgemäß abgetrennt werden. Zusätzlich kann die Salzfracht gegebenenfalls vor dem Nanofiltrationsschritt durch einfache Abtrennung des bereits ausgefallenen Salzes verringert werden.

**[0025]** So wird die aus der Neutralisation erhaltene organische Phase erfindungsgemäß einer Nanofiltration unterworfen. Durch Filtration über eine geeignete nicht-poröse oder poröse Membran unter einem Filtrationsdruck zwischen 5 bar und 70 bar, bevorzugt zwischen 10 bar und 60 bar, besonders bevorzugt zwischen 15 bar und 50 bar, wird erfindungsgemäß ein fast vollständig Elektrolyt-freies Gemisch erhalten. Das Gemisch kann bevorzugt aus Glycerin, kurzkettigen Alkoholen wie Methanol, Ethanol und/oder Isopropanol und geringen Spuren Wasser bestehen.

**[0026]** Unter dem Begriff „fast vollständig Elektrolyt-frei“ wird hier und im Folgenden verstanden, dass ein Elektrolyt-Anteil von unter 0,01 Gew.-% bezogen auf zweiwertige Ionen im Gemisch vorhanden sein kann. Bevorzugt ist nur ein Elektrolyt-Anteil von unter 0,005 Gew.-% bezogen auf zweiwertige Ionen im permeierten Gemisch nachweisbar.

**[0027]** Das zurückgehaltene Salz, welches in einem Restanteil des Gemisches aufkonzentriert vorliegt, kann beispielsweise im Biodieselprozess der Glycerinansäuerung, das heißt der Abtrennungsstufe von freien Fettsäuren, Salz und Glycerinphase, zugegeben werden. Hierdurch wird ein zusätzlicher Einsatz von Hilfsstoffen oder das Erzeugen von zusätzlichen Abfallströmen vermieden.

**[0028]** Die zur Nanofiltration eingesetzte Membran kann aus einer dem Fachmann bekannten porösen oder nichtporösen Membran bestehen. Die verwendete Membran ist bevorzugt eine Polyamid-basierte Membran wie beispielsweise eine DOW Filmtech NF-Membran und kann insbesondere eine Porenweite von 0,005 µm bis 0,1 µm, besonders bevorzugt von 0,01 µm bis 0,05 µm aufweisen.

**[0029]** Außerdem sollte die Membran so gewählt werden, dass bevorzugt vor dem Hintergrund einer großtechnischen Auslegung ein hoher Permeationsfluss und eine gute Beständigkeit der Membran gegeben sind.

**[0030]** In einer besonderen Ausführungsform des Verfahrens ist die Membran eine Polymermembran. Als Polymermembranen werden insbesondere Membranen auf Basis von Polyamid, Polysulfon, Polyethersulfon, Cellulose Triacetat, Celluloseacetat, Thin Film Composite, Silikonen und Kombinationen dieser Verbindungen eingesetzt.

**[0031]** In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung können vor der Filtration polare organische Lösungsmittel und/oder Wasser zugesetzt werden.

**[0032]** Auf diese Weise kann die Viskosität des zu filtrierenden Gemisches durch einfache Zugabe von kurzkettigen Alkoholen wie beispielsweise Methanol oder Ethanol an die optimalen Vorgaben der Prozessführung angepasst werden.

**[0033]** Das erfindungsgemäße Verfahren kann entweder als Batch-Verfahren oder als kontinuierliches Verfahren geführt werden. Besonders bevorzugt wird es als kontinuierliches Verfahren geführt.

**[0034]** Ein Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung kann insbesondere bevorzugt zur Gewinnung von Glycerin aus der Umesterungsreaktion von biologischen, das heißt pflanzlichen und/oder tierischen, Fetten oder Ölen eingesetzt werden.

**[0035]** Die Erfindung wird anhand der folgenden Beispiele näher erläutert, ohne auf diese beschränkt zu sein.

Beispiele:

Beispiel 1:

**[0036]** Durch eine Crossflowanlage wurde ein Glyceringemisch mit Wasser, Methanol, K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> geleitet. Als Membran wurde die Membran DK2540F1073 von GE Osmonics eingesetzt. Die Membran wurde mit einer Membranfläche von 44 cm<sup>2</sup> und einem Volumenstrom von 450 l/h eingesetzt. Durch das Anlegen eines Transmembranendruckes von 59 bar konnte ein Permeat erzielt werden, welches eine mittlere Leitfähigkeit von 0,31 mS aufweist. Das entsprechende Feed, welches im Kreislauf gefördert wurde, hatte eine mittlere Leitfähigkeit von 2,7 mS.

**[0037]** Die analytische Untersuchung der Proben beider Lösungen ergab folgende Messdaten:

Tabelle 1

	Feed	Permeat
Sulfat [Gew%]*	0,42	0,001
Kalium [Gew%]*	0,43	0,037
Wasser [Gew%]	42,3	46,4
Methanol [Gew%]	12,5	15,1
Glycerin [Gew%]	36,4	33,0
Seifen [meq/kg]	11,6	8,4
FFA [meq/kg]	3,5	< 1

**[0038]** Wie aus der Tabelle 1 deutlich hervorgeht, werden die Elektrolyt-Ionen des organischen Feeds durch die Nanofiltration wirksam zurückgehalten, so dass das Permeat bereits nach einem einzigen Filtrationsschritt fast Elektrolyt-frei gewonnen werden kann.

## Beispiel 2:

**[0039]** Durch eine Crossflowanlage wurde ein Glyceringemisch mit Wasser, Methanol und  $K_2SO_4$  geleitet. Als Membran wurde eine NF Membran der Firma DOW Filmtech eingesetzt. Die Membran wurde mit einer Membranfläche von  $44 \text{ cm}^2$  und einem Volumenstrom von  $410 \text{ l/h}$  getestet. Durch das Anlegen eines Transmembranendruckes von  $20 \text{ bar}$  konnte ein Permeat erzielt werden, welches eine mittlere Leitfähigkeit von  $0,49 \text{ mS}$  aufweist. Das entsprechende Feed, welches im Kreislauf gefördert wurde, hatte eine mittlere Leitfähigkeit von  $2,8 \text{ mS}$ . Die analytische Untersuchung der Proben beider Lösungen ergab folgende Messdaten:

Tabelle 2

	Feed	Permeat
Sulfat [Gew%]*	0,43	0,003
Kalium [Gew%]*	0,44	0,060
Wasser [Gew%]	42,9	44,2
Methanol [Gew%]	13,0	13,7
Glycerin [Gew%]	36,7	35,2
Seifen [meq/kg]	12,1	12,7
FFA [meq/kg]	3,3	< 1

**[0040]** Ebenso wie aus Tabelle 1 geht aus der Tabelle 2 deutlich hervor, dass die Elektrolyt-Ionen des organischen Feeds durch die Nanofiltration wirksam zurückgehalten werden, so dass das Permeat bereits nach einem einzigen Filtrationsschritt fast Elektrolyt-frei gewonnen werden kann.

**ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG**

*Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.*

**Zitierte Patentliteratur**

- KR 2003026269 A [\[0006\]](#)
- DE 19925871 A1 [\[0011\]](#)
- DE 60209028 T2 [\[0011\]](#)
- DE 102004044660 A1 [\[0011\]](#)
- US 2271619 [\[0016\]](#)
- US 2360844 [\[0016\]](#)

**Zitierte Nicht-Patentliteratur**

- F. Schaffner and R. Audinos, „Electrodialysis of crude glycerol recovered after esterification of colza oil“, Proc. 7th World Filtration Congress, Budapest, 1998, pp. 629–633 [\[0006\]](#)
- J. Am. Oil Chem. Soc. 61 (1984), 343 [\[0016\]](#)
- Ullmann, Enzyklopädie der Technischen Chemie, 4. Auflage, Band 11, Seite 432 [\[0016\]](#)

**Patentansprüche**

1. Verfahren zur Aufreinigung des Produktgemisches einer Umesterungsreaktion mit einer polaren, Elektrolyt-haltigen organischen Phase **dadurch gekennzeichnet**, dass mittels eines Nanofiltrationsschritts die Elektrolyte von der permeierenden polaren organischen Phase abgetrennt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, dass die polare organische Phase Glycerin, kurzkettige Alkohole und Wasser enthält.
3. Verfahren nach Anspruch 2 dadurch gekennzeichnet, dass die polare organische Phase Glycerin und Methyl-, Ethyl- und/oder Isopropylalkohol enthält.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass die zur Nanofiltration eingesetzte Membran eine poröse oder nicht-poröse Membran ist.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass der Filtrationsdruck der Nanofiltration zwischen 5 bar und 70 bar, bevorzugt zwischen 10 bar und 60 bar, besonders bevorzugt zwischen 15 bar und 50 bar, liegt.
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass die Nanofiltration bei einer Temperatur zwischen 15°C und 90°C, bevorzugt zwischen 20°C und 60°C, besonders bevorzugt zwischen 30°C und 40°C, durchgeführt wird.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass vor der Filtration polare organische Lösungsmittel und/oder Wasser zugesetzt werden.
8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass es als kontinuierliches Verfahren geführt wird.
9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche zur Gewinnung von Glycerin aus der Umesterungsreaktion von pflanzlichen und/oder tierischen Fetten oder Ölen.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen