

(12) **Österreichische Patentanmeldung**

(21) Anmeldenummer: **A 165/2010**

(51) Int. Cl.: **B01D 11/02 (2006.01)**

(22) Anmeldetag: **05.02.2010**

(43) Veröffentlicht am: **15.05.2011**

(73) Patentinhaber:

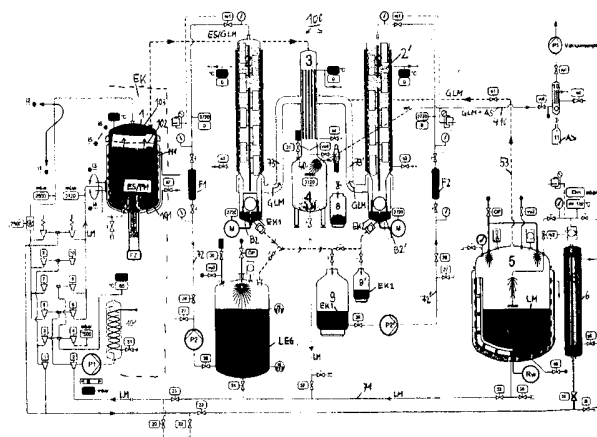
WOLFSBAUER BARBARA
A-2452 MANNERSDORF (AT)

(54) **VERFAHREN ZUR EXTRAKTION EINES EXTRAKTSTOFFS AUS EINEM FESTSTOFF**

(57) Die Erfindung betrifft ein neues Verfahren zur Extraktion eines Extraktstoffes aus einem Feststoffmaterial

-wobei in einem zumindest zweistufigen Kreislaufextraktionsprozess frisches Extraktionslösemittel (LM), so lange im Kreislauf durch das in einen Feststoffextraktor (1) eingebrachte Feststoffmaterial (EFM) geführt wird, bis im wesentlichen das chemophysikalische Konzentrationsgleichgewicht zwischen Extraktstoff und Feststoffmaterial erreicht ist,

- dass dieser Vorgang zumindest ein zweites Mal durchgeführt wird,
- dass danach das so erhaltene, den Extraktstoff enthaltende Lösemittelextraktstoffgemisch (LEG) aus dem Extraktor ausgebracht wird, und dieses Gemisch in eine erste Lösemittelverdampferstufe (2) eingebracht wird, worin die Trennung desselben in Lösemitteldampf (GLM) und in von dort abgeführtes erstes Extraktstoffkonzentrat (EK1) vorgenommen wird,
- dass dieser Vorgang gegebenenfalls in einer zweiten Verdampferstufe (2') zum zweiten Extraktstoffkonzentrat (EK2) abgezogen aufkonzentriert wird,
- wobei das Lösemittel als frisches Lösemittel (LM) wieder in den Kreislaufextraktionsprozess rücküberführt wird.



Zusammenfassung:

Die Erfindung betrifft ein neues Verfahren zur Extraktion eines Extraktstoffes aus einem Feststoffmaterial

- wobei in einem zumindest zweistufigen Kreislaufextraktionsprozess frisches Extraktionslösemittel (LM), so lange im Kreislauf durch das in einen Feststoffextraktor (1) eingebrachte Feststoffmaterial (EFM) geführt wird, bis im wesentlichen das chemophysikalische Konzentrationsgleichgewicht zwischen Extraktstoff und Feststoffmaterial erreicht ist,
- dass dieser Vorgang zumindest ein zweites Mal durchgeführt wird,
- dass danach das so erhaltene, den Extraktstoff enthaltende Lösemittelextraktstoffgemisch (LEG) aus dem Extraktor ausgebracht wird, und dieses Gemisch in eine erste Lösemittelverdampferstufe (2) eingebracht wird, worin die Trennung desselben in Lösemitteldampf (GLM) und in von dort abgeführtes erstes Extraktstoffkonzentrat (EK1) vorgenommen wird,
- dass dieser Vorgang gegebenenfalls in einer zweiten Verdampferstufe (2') zum zweiten Extraktstoffkonzentrat (EK2) abgezogen aufkonzentriert wird,
- wobei das Lösemittel als frisches Lösemittel (LM) wieder in den Kreislaufextraktionsprozess rücküberführt wird.

Die vorliegende Erfindung betrifft ein neues Verfahren für die Extraktion mindestens eines extrahierbaren Stoffes bzw. Extraktstoffes aus mindestens einem, denselben enthaltenden Feststoffmaterial.

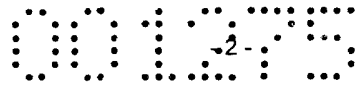
Es ist in der Vergangenheit eine große Zahl von Extraktions-Verfahren und von Anlagen für die Extraktion der verschiedensten Stoffe in den verschiedensten Aggregatzuständen aus Flüssigkeiten und Feststoffmaterialien bekannt geworden, auf welche hier, insbesondere in Hinblick auf die Extraktion von Feststoffen, 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, aus dem wieder reiner Lösungsmitteldampf aufsteigt, 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 des Extraktstoffes benötigte Zeit jedenfalls 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, gegebenenfalls im erhitzten Zustand und unter erhöhtem Druck im Kreislauf durch die genannte Feststoffschicht hin 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. Diese Extraktionsprozesse sind sehr selektiv und effektiv und haben den Vorteil, dass in den gewonnenen Extraktstoffen keine Reste des Extraktions-Lösemittels zurück oder an denselben haften bleiben, was beispielsweise in der Lebensmittelindustrie ganz wichtig ist.



Allgemein ist festzuhalten, dass mittels Feststoffextraktion wertvolle und/oder gefährliche Bestandteile aus perkulationsfähig (perkolieren = lat: durchsickern) aufbereiteten Feststoff-Substanzen gewonnen bzw. entfernt werden können.

Was die Extraktionsprozesse sowie die Extraktstoffe und die dieselben enthaltenden Feststoffmaterialien betrifft, seien im Folgenden nur 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 von 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, sowie von bioziden bzw. insektiziden Stoffen aus Pflanzenmaterialien.
- Extraktion von Knochen zur Gewinnung von Gelatine und von Tierabfällen zur Gewinnung von Fetten.
- Extraktion von Farbstoffen aus dieselben enthaltenden Materialien.
- Extraktion von Metallen oder Metallverbindungen aus Gesteinen.

Der Extraktionsvorgang kann auf verschiedenen Basisprozessen beruhen, wie z.B. auf dem Übergang des Extraktstoffes in das Lösemittel durch Diffusion, Abtrennung des Extraktes (Miscella) vom Rückstand (Raffinat), durch Absetzen oder Filtrieren und Austreiben des im Rückstand noch verbliebenen Extraktes durch Erhitzen mit Wasserdampf, Auswaschen und/oder Auspressen.

Ein wichtiger Verfahrensschritt ist die Abtrennung des Extraktionsstoffes vom Lösemittel: Dies erfolgt meist durch Destillation oder wird in Zukunft vermutlich auch mittels Membranprozessen erfolgen.

Was das Extraktionsgut, also das den erwünschten, zu extrahierenden Stoff enthaltende Feststoffmaterial betrifft, so bestimmen dessen Teilchengröße, Oberflächengröße und -beschaffenheit, Porosität, mittlerer Porendurchmesser und/oder Extraktstoffgehalt weitgehend den Verlauf und Erfolg jedes Extraktionsprozesses.

Je kleiner die Teilchen, desto größer die Diffusionsfläche zwischen Lösemittel und Feststoff. Bei zu geringer Teilchengröße, kann die freie Zirkulation des Lösemittels durch den Feststoff, z.B. durch Verklumpen, behindert werden. Derartig feines, nicht-perkulationsfähiges Extraktionsgut wird günstiger Weise mit einem grobkörnigen, inerten Trägermaterial vermischt.

Für die Extraktionszeit bis zum Extraktstoff-Konzentrationsausgleich, also bis zur Erreichung eines "Extraktstoff-Konzentrations-Gleichgewichts" zwischen Feststoff und

Lösemittel gilt eine etwa quadratische Abhängigkeit von der mittleren Kapillarlänge im zu extrahierenden Feststoffmaterial. Eine gleichmäßige Teilchengröße ist günstig, da sonst feinere Teilchen schneller extrahiert werden als gröbere Teilchen, was die Leistungsfähigkeit der Extraktionsanlage vermindert.

Der Wassergehalt des Extraktionsgutes soll bei Einsatz hydrophober Lösemittel möglichst gering sein, da Wasser das Eindringen des Lösemittels in die Poren oder Spalten des Feststoffs behindert. Daher wird der Extraktion günstiger Weise ein Trocknungsschritt vorgelagert. Zusätze von Stoffen, die sowohl in Wasser als auch im Extraktions-Lösemittel löslich sind, wie z.B. Alkohole oder Ketone, können die Extraktion wasserhältiger Substanzen erleichtern.

Das Lösemittel soll niedrige Viskosität, selektives Lösevermögen für den Extraktstoff, enge Siedegrenzen und einen niedrigen Siedepunkt bzw. eine niedrige Verdampfungsenthalpie besitzen.

Die Extraktionsrate nimmt im Verlauf jedes Extraktions-Prozesses ab, insbesondere deswegen, weil der Konzentrations-Gradient abnimmt. Durch Gegenstrom-Führung des Lösemittels oder durch Temperaturerhöhung kann ein gewisser Ausgleich gefunden werden.

Die Lösefähigkeit und damit die Extraktionsrate steigt üblicher Weise mit steigender Temperatur an. Jedoch nimmt dabei auch die Lösefähigkeit für die Verunreinigungen zu und viele Extraktstoffe zersetzen sich bei zu hohen Extraktions-Temperaturen.

Gegenüber der durch physiko-chemische Gesetzmäßigkeiten, wie insbesondere gegenüber der durch das Nernst'sche Verteilungsgleichgewicht, gekennzeichneten Flüssig/Flüssig-Extraktion bestehen für die hier anzuwendende 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 bzw. bleibt - welcher Anteil als "gebundene Lösung" bezeichnet wird, dass weiters der Gleichgewichtszustand zwischen Fest- und Flüssigphase dann erreicht ist, wenn die Konzentration des Extraktstoffes in der an den Feststoff gebundenen Lösung gleich groß ist wie in der freien Extrakt-Lösung, und dass schließlich die Extraktionsrate auch von der Zusammensetzung und Struktur des Feststoffes beeinflusst wird. Diese besonderen Umstände sind bei der Auswahl des Extraktionsprozesses, des Lösemittels und bei der Vorbereitung des Extraktionsgutes zu berücksichtigen.

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 Extraktions-Lösemittel folgt den Diffusionsgesetzen, wobei an sich gilt, dass günstiger Weise eine möglichst große Phasengrenzfläche und ein hoher Konzentrations-Gradient anzustreben sind.

Übliche Feststoff-Extraktoren sind diskontinuierlich, halb- oder semikontinuierlich, oder kontinuierlich arbeitende Anlagen, die, wie auch die bekannten verschiedenen Extraktor-Bauarten im Einzelnen hier nicht näher behandelt werden sollen.

Nicht unerwähnt bleiben soll der aus der AT 371716 B bekannte schwenkbare Extraktor für das Auslaugen von Feststoffen, wie Wurzeln oder Kräuter, mittels eines Lösemittels, welcher mit einem verschließbaren, eine Öffnung für das Abführen des mit herausgelösten Extraktstoff beladenen Lösungsmittels aufweisenden Behälter gebildet ist. In diesem Extraktionsbehälter ist ein Einsatzteil mit zwei lösemittel-durchgängigen Stützflächen, z.B. Siebflächen, angeordnet ist, zwischen denen das zu extrahierende Feststoffgut angeordnet ist. Eines der Stützsiebe ist mittels Antriebsvorrichtung bzw. zum feststehenden Sieb hin verschiebbar, und auf diese Weise ist der lösemittelbeladene Feststoff auspressbar, wodurch möglichst viel beladenes Lösemittel abzutrennen ist. Das Feststoffgut wird schließlich aus dem Extraktor ausgetragen, wenn der Feststoff im wesentlichen von dem Extraktstoff befreit ist.

Aus der AT 411 154 B sind ein Verfahren und eine Anlage für die bisher beschriebene Extraktion von Feststoffmaterialien bekannt, in dessen Verlauf bzw. in welcher das Lösemittel durch die im Extraktor zwischen den Siebplatten angeordnete Feststoffmaterial-Schicht hindurch bewegt wird und das mit dem Extraktstoff beladene, aus dem Extraktor ausgebrachte Lösemittel in einem Extraktstoff/Lösemittel-Behälter gesammelt wird, und wobei dort mittels einem geschlossen gehaltenen Unterdruck-Kreislauf und einer Entspannung des den Extraktstoff enthaltenden Lösemittels als wesentliche Verfahrensschritte gearbeitet wird.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein wie eingangs genanntes Verfahren zur Extraktion eines extrahierbaren Stoffes aus einem denselben enthaltenden Feststoffmaterial gemäß dem Oberbegriff des Anspruches 1, welches die im Kennzeichen dieses Anspruches genannten Merkmale aufweist.

Das neue Verfahren ist - wie überraschend gefunden wurde - den bisher bekannten kontinuierlichen Extraktionsverfahren z.B. dem Verfahren gemäß AT 411 154 wesentlich überlegen, da es infolge der die hier vorgesehenen Extraktion mit jeweils mehr als einer, also mit zumindest zwei, im Kreislauf durch den Stoff geführtes Charge(n) neuen Lösungsmittel bis zur Erreichung des Zustandes des "Konzentrations-Gleichgewichts" zwischen dem im Feststoffmaterial noch verbleibenden bzw.

verbliebenen Extraktstoff und dem in das Extraktions- bzw. Lösungsmittel übergegangenen Extraktstoff, wie sich unerwarteter Weise gebildet hat, wesentlich rascher, ausbeute-effektiver und auch für den Extraktstoff schonender abläuft als dies bei den bisher bekannten Extraktions-Verfahren der Fall war.

Der Anspruch 2 beschäftigt sich mit der möglichst quantitativen Gewinnung bzw. Rückgewinnung der neben den Extraktstoffen vorliegenden wertvollen - meist hochflüchtigen - Aromastoffe, die jedoch für die Eigenschaften und die Qualität der Extraktstoffe von wesentlicher Bedeutung sein können.

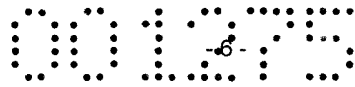
Schließlich ist zum Anspruch 3 darauf hinzuweisen, dass das neue Extraktions-Verfahren durch ein mehrmaliges Wechseln der Durchlaufrichtung des Extraktionslösungsmittels durch das zwischen den beiden Siebplatten im Extraktor angeordnete Feststoffmaterial innerhalb noch kürzerer Zeit und dadurch kostensenkend gestaltet werden kann.

Anhand der Zeichnung wird das erfindungsgemäße Verfahren bzw. die neue Anlage zu dessen Durchführung näher erläutert:

Die Zeichnung zeigt eine erfindungsgemäße Extraktions-Anlage 100. Sie weist als - jeweils mittels Leitungen miteinander verbundene - wesentliche Komponenten einen - jedenfalls im Betriebszustand - aufrechtstehenden, - für den Feststoff-Austrag - nach beendeter Extraktion schwenkbaren, Extraktor 1 mit einem Heizmantel 111, in welchem Extraktor 1 zwischen einer feststehenden 101 und einer in achsialer Richtung verschiebbaren Siebplatte 102 eine Schicht des in zerkleinertem Zustand vorliegenden, den zu extrahierenden Stoff ES enthaltenden Feststoffmaterials FM (ES/FM) angeordnet ist, sowie einen Lösungsmittelbehälter 5 auf.

Das Lösemittel LM gelangt aus dem Lösemittelbehälter 5 über eine Lösemittel-Hauptleitung 71 und eine Druckeinstell- oder -steigerungs-Kaskade DSK mit Wärmetauscher 101 nach Beaufschlagung mit einem jeweils vorgesehenen Druck oder Unterdruck vom Boden her in den schwenkbaren Extraktor 1 und durchströmt unter Herauslaugen des Extraktstoffes ES aus dem zwischen den beiden Siebplatten 101, 102 des Extraktors 1 befindlichen zerkleinerten, den zu Extraktstoff ES enthaltenden Feststoffmaterial ES/FM und tritt nach Passieren der oberen Siebplatte 102 aus dem Schwenk-Extraktor 1 aus und wird solange durch den Extrakt-Kreislaufabschnitt EK der Anlage 100 im Kreislauf durch den Extraktor 1 geführt, bis sich jeweils das wie oben beschriebene Gleichgewicht zwischen der Konzentration des Extraktstoffes ES im Feststoffmaterial FM und der Konzentration des Extraktstoffes ES in dem denselben enthaltenden Lösemittel/Extraktstoffgemisch LEG eingestellt hat.

Ist dieser mit einem entsprechenden Analysegerät festgestellte "Gleichgewichtszustand" im wesentlichen erreicht, so wird das dort gebildete, mit dem



Extraktstoff beladene Lösungsmittel/Extraktstoffgemisch LEG in den Lösungsmittel/Extraktstoffgemisch-Behälter 7 eingebracht.

Dieser Kreislauf-Extraktionsvorgang wird in gleicher Weise, wie soeben beschrieben, mit einer neuen Charge Lösungsmittel aus dem Lösemitteltank 5 zumindest noch einmal bzw. sooft wiederholt, bis praktisch kein Extraktstoff ES mehr aus dem Feststoffmaterial FM herausgelöst werden und in das Extraktions-Lösemittel LM übergehen kann.

Aus dem Lösemittel/Extraktstoffgemisch-Behälter 7 wird das sich in dem selben befindliche Lösungsmittel/Extraktstoffgemisch LEG mittels Pumpe P2 über eine Leitung.72 durch einen Filter F1 in einen ersten Dünnschichtverdampfer 2 von oben her eingebracht. Von dessen Boden wird ein erstes Extraktstoff-Konzentrat EK1 abgezogen und in den Extraktstoff-Konzentrat-Behälter 9 eingebracht.

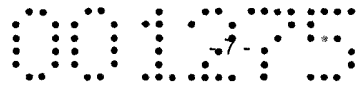
Von dort gelangt das Gemisch EK1 über eine Leitung.72' mit Filter F2 mittels Pumpe P2' in einen zweiten Dünnschichtverdampfer 2', von dessen Boden das sich dort ansammelnde zweite, weiter aufkonzentrierte Extraktstoff-Konzentrat EK2 in den zweiten Extraktbehälter 9' abläuft. Dieses zweite aufkonzentrierte Extraktstoff-Konzentrat EK2 kann dann in beliebiger Weise weiter verarbeitet werden.

Die aus den unteren Bereichen der beiden Dünnschichtverdampfer 2, 2' über die Leitungen.73, 73' abziehenden Bödendämpfe werden in eine gemeinsame Kühl- und Kondensatorkolonne 3 eingebracht, von deren breiteren Unterteil 4 letztlich reines Lösungsmittel wieder in die Lösemittel-Hauptleitung 71 eingebracht wird.

Aus dem gerade erwähnten Unterteil 4 der Kondensationskolonne3 gelangt ein Gemisch von restlichem dampfförmigen Lösungsmittel GLM mit den leichtflüchtigen und empfindlichen Aromastoffen AS über eine Leitung 410 in die (Unterdruck)-Kühlfalle 10 mit Vakuumpumpe P3 und dort scheiden sich die Aromastoffe AS, gegebenenfalls mit Lösungsmittelresten LM, ab, welche in einem eigenen Aromastoff-Behälter 11 gesammelt werden und von dort einer Weiterverwendung oder Weiterverarbeitung zugeführt werden.

Der für die Aufnahme und Lagerung von Rein-Lösungsmittel LM bestimmte Vorrats-Behälter 5 ist mittels Wärmetauscher 6 gegebenenfalls beheizbar und von dem Behälter 5 geht die schon oben erwähnte Lösungsmittel-Hauptleitung 71 zu dem Kreislauf-Extraktionsprozess EK zurück.

Vom Gasraum des Lösungsmittel-Behälters 5 geht weiters eine Leitung 53 aus, über welche dampfförmiges Lösungsmittel GLM in die weiten Brüdendampfleitung 73' von dem Dünnschichtverdampfer 2' in den Kondensator 3 einbringbar sind und dort zu reinem Lösemittel LM in flüssiger Form kondensiert wird.



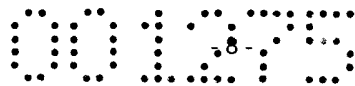
Patentansprüche:

1. Verfahren für die Extraktion mindestens eines extrahierbaren Stoffes bzw. Extraktstoffes (ES) aus mindestens einem denselben enthaltenden, bevorzugterweise zerkleinerten, Feststoffmaterial (EFM) mittels im mehrmaligen Kreislauf geführten, gegebenenfalls erhöhte oder verminderte Temperatur und/oder erhöhten oder verminderten Druck aufweisenden, Lösemittels (LM) in flüssiger Phase, welches durch eine in einem kipp- bzw. schwenkbaren Extraktor (1) zwischen einem feststehenden (101) und einem verfahrbaren und zum Auspressen des ausgelaugten Feststoffs (FM) vorgesehenen Sieb (102) angeordnete Schicht des zu extrahierenden Feststoffmaterials (EFM) hindurch bewegt wird, wobei das mit dem zu extrahierenden bzw. extrahierten Stoff (ES) angereicherte bzw. beladene Lösemittel (LM) in zumindest einem Extraktstoff/Lösemittel-Behälter (7) gesammelt wird, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t ,

- dass im Rahmen eines für einen jeweils bei Unter-, Normal- oder Überdruck in zumindest zwei Stufen durchzuführenden Extraktions-Prozess geschlossen gehaltenen, eigenen ersten Extraktions-Kreislauf (EK), aus einem Lösemittel-Behälter (5), gegebenenfalls dort und/oder in einem demselben zugeordneten Wärmetauscher (6) vorerwärmtes oder vorerhitztes, frisches oder rezykliertes, jedoch frisches Extraktions-Lösemittel (LM), gegebenenfalls unter ansteigendem oder fallendem Druck, so lange im Kreislauf durch das in den Extraktor (1) eingebrachte, oder von einer vorhergegangenen Extraktionsstufe sich dort befindliche, den zu extrahierenden Stoff bzw. Extraktstoff (ES) enthaltende, jeweils auf extraktions-begünstigende Korngröße gebrachte Feststoffmaterial (EFM) geführt wird, bis im wesentlichen das chemo-physikalische Gleichgewicht oder der Konzentrationsausgleich zwischen der relativ hohen oder höheren Konzentration des in das Lösemittel (LM) übergegangenen Extraktstoffes (ES) und der relativ geringen oder geringeren Konzentration des im ausgelaugten Feststoffmaterial (FM) noch verbleibenden bzw. verbliebenen Extraktstoffes (ES) erreicht ist,

- dass der soeben beschriebene Vorgang zumindest ein zweites Mal durchgeführt wird,

- dass nach diesen zumindest zweimaligen batch-weise und jeweils mit frischem oder rezykliertem frischem Lösungsmittel (LM) durchgeführten Extraktions-Kreislaufsprozess das auf diese Weise jeweils erhaltene, den Extraktstoff (ES) enthaltende Lösemittel/Extraktstoff-Gemisch (LEG) unter gleichzeitiger mechanischer Druckbeaufschlagung des Feststoffmaterials (FM) aus dem dann gekippten Extraktor (1) ausgebracht und jeweils in einen Lösemittel/Extraktstoff-Behälter (7) eingebracht wird,



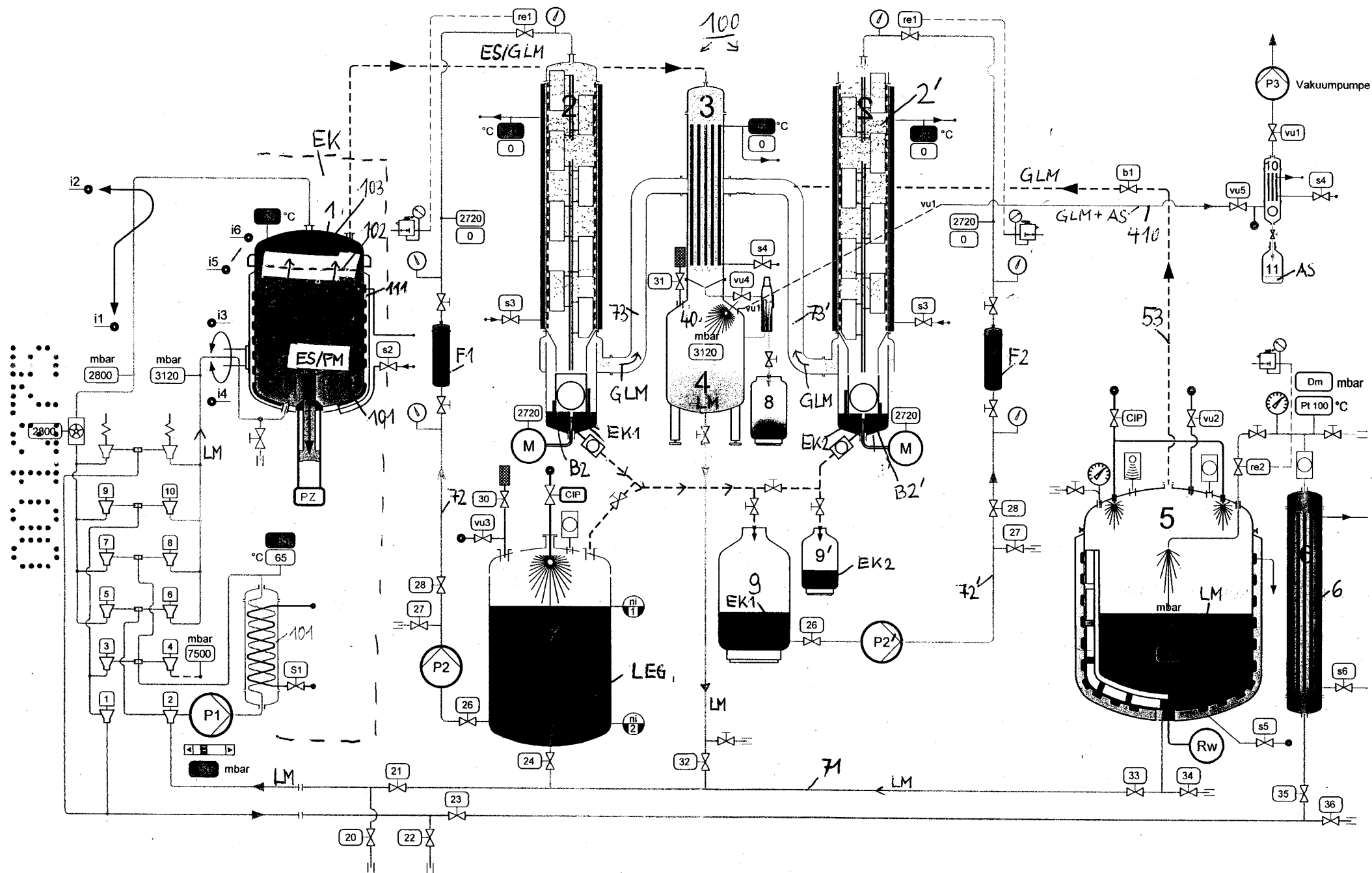
- dass das Lösemittel/Extraktstoff-Gemisch (LEG) über eine erste Filterstufe (F1) in eine erste Lösemittel-Verdampferstufe (2), insbesondere in einen ersten Dünnschicht-Verdampfer, eingebracht wird, in welcher bzw. welchem die Trennung desselben in Lösemitteldampf (GLM) und in vom Boden (B2) des Dünnschicht-Verdampfers (2) dort abgeschiedenes, in einen Erst-Konzentrat-Behälter (9) abgeführtes flüssiges, noch relativ viel Lösemittel (LM) enthaltendes erstes Extraktstoff-Konzentrat (EK1) vorgenommen wird,
- dass bevorzugterweise dieses erste Extraktstoff-Konzentrat (EK1) über eine zweite Filterstufe (F2) in eine zweite Lösemittel-Verdampferstufe (2'), insbesondere in einen zweiten Dünnschicht-Verdampfer, eingebracht wird, wo unter weiterer Reduktion des Gehaltes an Lösemittel (LM) durch dessen weiteres Eindampfen - vom Boden (B2') dieses Verdampfers (2') ein wesentlich aufkonzentriertes zweites Extraktstoff-Konzentrat (EK2) abgezogen und in einem Zweit-Konzentrat-Behälter (9') für dessen Weiterbehandlung gesammelt wird, und
- wobei das aus der ersten Verdampferstufe (2) - und das aus der, bevorzugterweise vorhandenen, zweiten Verdampferstufe (2') - jeweils in Dampfform abgezogene Lösemittel (GLM) in einer Kondensationsstufe (3) in wieder als Flüssigkeit vorliegendes frisches Lösemittel (LM) rücküberführt und schließlich für zumindest einer folgenden Extraktionsstufe oder für einen folgenden Extraktionsprozess wieder dem Extraktions-Kreislauf (EK) zugeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass - insbesondere für den Fall des Einsatzes von bei Normaldruck Gasform und erst unter erhöhtem Druck flüssige Form aufweisendem Lösemittel (LM) für die Kreislauf-Extraktion im Extraktor (1) - aus dem Gasraum (103) über dem zu extrahierenden Feststoffmaterial (EFM) nach dessen Entspannung kondensationsfähiges, eventuelle Extraktstoff(ES)-Reste enthaltendes, dampfförmiges Lösungsmittel (GLM) in die Kondensationsstufe (3) geführt wird und von deren Gasraum (4) etwaige Aromastoffe (AS) enthaltende Lösungsmitteldampf-Reste (GLM) mittels Vakuumpumpe (P3) über eine - auf einer Temperatur von unter 0°C gehaltene - Kühlfalle (10) geführt werden, aus welcher dort angeschiedene bzw. auf diese Weise rückgewonnene Aromastoffe bzw. Aromastoff/Lösungsmittelgemische (AS) in einen Aromabehälter (11) eingebracht werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass - insbesondere zur Verhinderung einer Verstopfung eines der beiden, zwischen einander den zu extrahierenden Feststoffmaterial (FM)-Körper haltenden Siebe (101,102) des Extraktors (1) - in demselben bei der Kreislaufführung des Lösemittels (LM) durch das zu

001275

extrahierende Feststoffmaterial (FM) zumindest einmal, bevorzugt jedoch mehrmals, die Durchlaufrichtung des Lösungsmittels (LM) gewechselt wird.



**re: Österreichische Patentanmeldung A 165/2010
Barbara Wolfsbauer**

Patentansprüche:

1. Verfahren für die Extraktion mindestens eines extrahierbaren Stoffes bzw. Extraktstoffes (ES) aus mindestens einem denselben enthaltenden, bevorzugterweise zerkleinerten, Feststoffmaterial (EFM) mittels im mehrmaligen Kreislauf geführten, gegebenenfalls erhöhte oder verminderte Temperatur und/oder erhöhten oder verminderten Druck aufweisenden, Lösemittels (LM) in flüssiger Phase, welches durch eine in einem kipp- bzw. schwenkbaren Extraktor (1) zwischen einem feststehenden (101) und einem verfahrbaren und zum Auspressen des ausgelaugten Feststoffs (FM) vorgesehenen Sieb (102) angeordnete Schicht des zu extrahierenden Feststoffmaterials (EFM) hindurch bewegt wird, wobei das mit dem zu extrahierenden bzw. extrahierten Stoff (ES) angereicherte bzw. beladene Lösemittel (LM) in zumindest einem Extraktstoff/Lösemittel-Behälter (7) gesammelt wird, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t ,

- dass im Rahmen eines für einen jeweils bei Unter-, Normal- oder Überdruck in zumindest zwei Stufen durchzuführenden Extraktions-Prozess geschlossen gehaltenen, eigenen ersten Extraktions-Kreislauf (EK), aus einem Lösemittel-Behälter (5), gegebenenfalls dort und/oder in einem demselben zugeordneten Wärmetauscher (6) vorerwärmtes oder vorerhitztes, frisches oder rezykliertes, jedoch unbeladenes Extraktions-Lösemittel (LM), gegebenenfalls unter ansteigendem oder fallendem Druck, so lange im Kreislauf durch das in den Extraktor (1) eingebrachte, oder von einer vorhergegangenen Extraktionsstufe sich dort befindliche, den zu extrahierenden Stoff bzw. Extraktstoff (ES) enthaltende, jeweils auf extraktions-begünstigende Korngröße gebrachte Feststoffmaterial (EFM) geführt wird, bis im wesentlichen das chemophysikalische Gleichgewicht oder der Konzentrationsausgleich zwischen der relativ hohen oder höheren Konzentration des in das Lösemittel (LM) übergegangenen Extraktstoffes (ES) und der relativ geringen oder geringeren Konzentration des im ausgelaugten Feststoffmaterial (FM) noch verbleibenden bzw. verbliebenen Extraktstoffes (ES) erreicht ist,

- dass der soeben beschriebene Vorgang zumindest ein zweites Mal durchgeführt wird,

- dass nach diesem zumindest zweimaligen batch-weise und jeweils mit frischem oder rezykliertem frischem Lösungsmittel (LM) durchgeführten Extraktions-Kreislaufsprozess das auf diese Weise jeweils erhaltene, den Extraktstoff (ES) enthaltende

Lösemittel/Extraktstoff-Gemisch (LEG) unter gleichzeitiger mechanischer Druckbeaufschlagung des Feststoffmaterials (FM) aus dem dann gekippten Extraktor (1) ausgebracht und jeweils in einen Lösemittel/Extraktstoff-Behälter (7) eingebracht wird,

- das das Lösemittel/Extraktstoff-Gemisch (LEG) über eine erste Filterstufe (F1) in eine erste Lösemittel-Verdampferstufe (2), insbesondere in einen ersten Dünnschicht-Verdampfer, eingebracht wird, in welcher bzw. welchem die Trennung desselben in Lösemitteldampf (GLM) und in vom Boden (B2) des Dünnschicht-Verdampfers (2) dort abgeschiedenes, in einen Erst-Konzentrat-Behälter (9) abgeführtes flüssiges, noch relativ viel Lösemittel (LM) enthaltendes erstes Extraktstoff-Konzentrat (EK1) vorgenommen wird,

- dass bevorzugterweise dieses erste Extraktstoff-Konzentrat (EK1) über eine zweite Filterstufe (F2) in eine zweite Lösemittel-Verdampferstufe (2'), insbesondere in einen zweiten Dünnschicht-Verdampfer, eingebracht wird, wo unter weiterer Reduktion des Gehaltes an Lösemittel (LM) durch dessen weiteres Eindampfen - vom Boden (B2') dieses Verdampfers (2') ein wesentlich aufkonzentriertes zweites Extraktstoff-Konzentrat (EK2) abgezogen und in einem Zweit-Konzentrat-Behälter (9') für dessen Weiterbehandlung gesammelt wird, und

- wobei das aus der ersten Verdampferstufe (2) - und das aus der, bevorzugterweise vorhandenen, zweiten Verdampferstufe (2') - jeweils in Dampfform abgezogene Lösemittel (GLM) in einer Kondensationsstufe (3) in wieder als Flüssigkeit vorliegendes frisches Lösemittel (LM) rücküberführt und schließlich für zumindest einer folgenden Extraktionsstufe oder für einen folgenden Extraktionsprozess wieder dem Extraktions-Kreislauf (EK) zugeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass - insbesondere für den Fall des Einsatzes von bei Normaldruck gasförmige und erst unter erhöhtem Druck flüssige Form aufweisendem Lösemittel (LM) für die Kreislauf-Extraktion im Extraktor (1) - aus dem Gasraum (103) über dem zu extrahierenden Feststoffmaterial (EFM) nach dessen Entspannung kondensationsfähiges, eventuelle Extraktstoff(ES)-Reste enthaltendes, dampfförmiges Lösungsmittel (GLM) in die Kondensationsstufe (3) geführt wird und von deren Gasraum (4) etwaige Aromastoffe (AS) enthaltende Lösungsmitteldampf-Reste (GLM) mittels Vakuumpumpe (P3) über eine - auf einer Temperatur von unter 0°C gehaltene - Kühlfalle (10) geführt werden, aus welcher dort abgeschiedene bzw. auf diese Weise rückgewonnene Aromastoffe bzw. Aromastoff/Lösungsmittelgemische (AS) in einen Aromabehälter (11) eingebracht werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass - insbesondere zur Verhinderung einer Verstopfung eines der beiden Siebe, zwischen den zu extrahierenden Feststoffmaterial (FM)-Körper haltenden Sieben (101,102) des Extraktors (1) - in demselben bei der Kreislaufführung des Lösemittels (LM) durch das zu extrahierende Feststoffmaterial (FM) zumindest einmal, bevorzugt jedoch mehrmals, die Durchlaufrichtung des Lösungsmittels (LM) gewechselt wird.

Wien, am

14. Aug. 2001