(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer: **0 208 014**
B1

(12) # EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag der Patentschrift: **22.03.89**

(51) Int. Cl.⁴: **C 11 B 3/14**

(21) Anmeldenummer: **85110610.4**

(22) Anmeldetag: **23.08.85**

(54) **Verfahren und Anlage zum Desodorieren und/oder Entsäuern relativ kleiner, wechselnder Chargen hochsiedender Flüssigkeiten.**

(30) Priorität: **10.07.85 DE 3524656**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: **14.01.87 Patentblatt 87/3**

(45) Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung: **22.03.89 Patentblatt 89/12**

(84) Benannte Vertragsstaaten: **BE DE FR GB IT NL SE**

(56) Entgegenhaltungen:
DE-A- 3 227 669
GB-A- 2 036 572

SEIFEN-ÖLE-FETTE-WACHSE, Band 109, Nr. 16, 1983, Seiten 473-474, Augsburg, DE; SCHMIDDING-WERKE, W. SCHMIDDING: "Ölbehandlung mit der Fallfilm-Desodieranlage - Pilotanlage"
FETTE-SEIFEN-ANSTRICHMITTEL, Band 86, Nr. 7, Juli 1984, Seiten 255-264, Stuttgart, DE; H. STAGE: "Entsäuerung und Desodorierung von Speiseölen und Fetten in ein- oder mehrstufig betriebenen Gegenstrom-Filmanlagen - Grundlagen und Wirtschaftlichkeit"

(73) Patentinhaber: **Stage, Hermann, Dr., Ludgeristrasse 9, D-4400 Münster (DE)**

(72) Erfinder: **Stage, Hermann, Dr., Ludgeristrasse 9, D-4400 Münster (DE)**

(74) Vertreter: **Brehm, Hans-Peter, Dr. Dipl.-Chem., Patentanwälte Kern, Brehm & Partner Albert-Rosshaupter-Strasse 73, D-8000 München 70 (DE)**

EP 0 208 014 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

Die Erfindung betrifft das Desodorieren und/oder Entsäuern relativ kleiner, wechselnder Chargen hochsiedender Flüssigkeiten, nämlich Fettsäuren, Speiseöle, Fette, Glyzeride und sonstige hochsiedende Ester.

Ohne daß damit eine Beschränkung verbunden sein soll, wird die Erfindung nachstehend insbesondere mit Bezugnahme auf das Desodorieren und/oder Entsäuern relativ kleiner, wechselnder Chargen von Speiseölen erläutert. Für Fachleute ist jedoch ersichtlich, daß sich die Erfindung in gleicher Weise auf das Desodorieren und/oder Entsäuern relativ kleiner, wechselnder Chargen der anderen hochsiedenden Flüssigkeiten anwenden lässt und dort die gleichen oder analoge Vorteile bringt.

Die üblichen Anlagen zum Desodorieren und/oder Entsäuern relativ kleiner, wechselnder Chargen von Speiseölen sind zumeist auf einen Durchsatz von etwa 2 bis 3 Tonnen Rohöl pro Stunde ausgelegt. Eine «relativ kleine» Charge Speiseöl umfaßt in der Praxis eine Menge von 10 bis 50 t. In den meisten Speiseölraffinerien ist es aus betriebstechnischen und wirtschaftlichen Gründen erforderlich, mehrmals am Tage auf andere Ölqualitäten überzugehen. In der Mehrzahl der Fälle unterscheiden sich sowohl die Ausgangsöle, wie die Fertigöle in ihren Kennzahlen, wie z.B. Jodzahl, Glyzeridzusammensetzung, Titer usw. so stark, daß eine merkliche Vermischung der aufeinanderfolgenden Chargen beim Übergang von einer auf eine andere Ölqualität nicht statthaft ist.

Bisher erfolgte das Desodorieren und/oder Entsäuern relativ kleiner, wechselnder Chargen von Speiseölen zumeist in halb-kontinuierlich betriebenen Anlagen mit mehreren, übereinander angeordneten Austauscherstufen. Typischerweise wird das auf 240 bis 270°C erwärmte Speiseöl unter einem Arbeitsdruck kleiner 10 mbar in verschiedenen Verweilzeitbehältern mit Strippdampf behandelt. Die Verweilzeit in jeder Stufe beträgt typischerweise 20 bis 60 Minuten. Um beim Betrieb derartiger Anlagen beim Chargenwechsel eine Vermischung der aufeinanderfolgenden Ölsorten zu vermeiden, werden zwischengeschaltete Leerchargen vorgesehen. Bei einer durchschnittlichen Aufenthaltsdauer der Ölteilchen einer Charge von etwa 80 bis 220 Minuten zum Durchlaufen von beispielsweise fünf, übereinander angeordneter, nacheinander zu durchlaufender Stufen, verursacht eine solche Leercharge einen Durchsatzverlust, welcher dem in 30 bis 40 Minuten zu erzielenden Öldurchsatz entspricht. Bei beispielsweise dreimaligem Produktwechsel am Tage summieren sich die auf die Leerchargen zurückführbaren Durchsatzverluste auf einige Tonnen Rohöl; bei einer Anlage mit einer Kapazität von 3 t können sich diese durch den Chargenwechsel bedingten Durchsatzverluste auf Werte von 10% und mehr des Gesamtdurchsatzes summieren.

Die Erfindung geht aus von einem Verfahren zum Desodorieren und/oder Entsäuern hochsiedender Flüssigkeiten, nämlich Fettsäuren, Speiseöle, Fette, Glyzeride und sonstige hochsiedende Ester, die bei einem Überdruck von 12 mbar oberhalb etwa 300°C sieden würden, wobei die jeweils auf 180 bis 280°C erwärmte Flüssigkeit unter einem Arbeitsdruck kleiner 10 mbar kontinuierlich mit Treibdampf in einer ein- oder mehrstufigen Fallfilmkolonne behandelt wird, deren Rieselkanalwände auf einer höheren Temperatur als der herablaufende Flüssigkeitsfilm gehalten werden, und im Gegenstrom Treibdampf durch diese Rieselkanäle geführt wird.

Ein Verfahren dieser Art ist aus dem Dokument DE-A-3 227 669 (H. Stage) bekannt. Die dort beschriebenen, relativ großen, hochwirksamen Anlagen zum Entsäuern und/oder Desodorieren von insbesondere Speiseölen werden wegen ihres großen Durchsatzes typischerweise nicht zum Behandeln relativ kleiner, nämlich wenigstens 5 t und vorzugsweise etwa 20 bis 50 t umfassender, wechselnder Chargen eingesetzt. Bei einem Durchsatz von typischerweise wenigstens 5 bis 10 t/h, der ohne weiteres auf etwa 50 t/h gesteigert werden kann, verringern die Ausfallzeiten bei häufigem Chargenwechsel den Auslastungsgrad der Anlage nennenswert und beeinträchtigen die Wirtschaftlichkeit.

Weitere Beiträge zur Entsäuerung und/oder Desodorierung von Speiseölen nach dem Prinzip der kontinuierlichen Gegenstrom-Fallfilm-Treibdampfdestillation in einem von außen aufgezwungenen Temperaturfeld finden sich in SEIFEN-ÖLE-FETTE-WACHSE, Band 109, Nr. 16 (1983), Seiten 473-474, oder FETTE-SEIFEN-ANSTRICHMITTEL, Band 86, Nr. 7 (Juli 1984), Seiten 255-264. Auch dort wird gezielt die wirtschaftliche Desodorierung und/oder Entsäuerung relativ kleiner, wechselnder Chargen nicht angesprochen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, das aus dem Dokument DE-A-3 227 669 bekannte Verfahren ohne nennenswerte Ausfallzeiten und Produktverluste für die Entsäuerung und/oder Desodorierung relativ kleiner, typischerweise etwa 20 bis 50 t umfassender Chargen hochsiedender Flüssigkeiten verfügbar zu machen. Beim Chargenwechsel soll ein nennenswertes Vermischen der jeweiligen aufeinanderfolgenden Flüssigkeiten vermieden und dennoch die Durchsatzverluste gegenüber der herkömmlichen Arbeitsweise ganz erheblich gesenkt werden.

Die erfindungsgemäße Lösung dieser Aufgabe ist ein Verfahren mit den in Anspruch 1 angegebenen Maßnahmen. Vorteilhafte Ausgestaltungen und Weiterbildungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen.

Im einzelnen besteht die erfindungsgemäße Weiterbildung des eben genannten Verfahrens darin, dass zum Desodorieren und/oder Entsäuern relativ kleiner, wenigstens 5 und vorzugsweise etwa 20 bis 50 t umfassender, wechselnder Chargen in der auf die Fallfilmkolonne zuführenden Zuführleitung und in der aus dem Sumpf der Fallfilmkolonne wegführenden Ablaufleitung eine Pfropfenströmung der Flüssigkeit eingehalten wird; bei einem Chargenwechsel im Regelfalle die neue, zu behandelnde Flüssigkeit — ohne jegliche Leerlaufcharge — unmittelbar an die Flüssigkeit der vorausgegangenen Charge anschließend, in die Zuführleitung eingeführt wird; und die Aufgabe der Flüssigkeit auf den Verteiler im Kopf der Fallfilmkolonne für eine kurze Zeitspanne unterbrochen wird, nachdem die Stirnfront der Flüssigkeit der

neuen Charge ein benachbart zu diesem Verteiler angeordnetes Absperrventil erreicht hat.

Eine zur Durchführung des neuen Verfahrens geeignete Anlage sieht wenigstens die nachstehenden Apparateteile vor:

— eine ein- oder mehrstufige Fallfilmkolonne;

— eine Zuführleitung, die von einer Anzahl Flüssigkeits-Zulauftanks zu einem Verteiler im Kopf der Fallfilmkolonne führt;

— eine Ablaufleitung, die vom Sumpf der Fallfilmkolonne zu einer Anzahl Produkt-Tanks führt;

wobei die Zuführleitung und die Ablaufleitung — in Abhängigkeit von der Kapazität der Fallfilmkolonne — einen solchen Durchmesser hat, daß die Flüssigkeit in diesen Leitungen mit einer Pfropfenströmung strömt; und in die Zuführleitung benachbart zum Verteiler im Kopf der Fallfilmkolonne ein Absperrventil eingesetzt ist.

Die nachstehenden Ausführungen beziehen sich speziell auf das Desodorieren und/oder Entsäuern von Palmöl, doch lassen sich die grundlegenden Erfahrungen zwanglos auch auf die Behandlung anderer Triglyzeride und anderer hochsiedender Flüssigkeiten übertragen. Palmöl und andere pflanzliche Öle enthalten neben den Fettsäuretriglyzeriden einen Anteil an Leichtsiedern in der Größenordnung von etwa 5 Gew.-%. Die Hauptmenge der Leichtsieder besteht aus freien Fettsäuren sowie einer Vielzahl weiterer Bestandteile wie Wasser, Pigmente, Stabilisatoren, geruchs- und/oder geschmacksbildende Verbindungen und dergleichen. Im Rahmen der physikalischen Entsäuerung müssen insbesondere die den unangenehmen Geruch verursachenden niederen Fettsäuren und andere, teilweise durch Autoxydation gebildete, geruchsbildende Verbindungen entfernt werden. Eine alleinige Desodorierung kommt in Betracht, wenn das Öl bereits vorher chemisch entsäuert worden ist. Bei den hydrierten Fetten wie etwa Fischölen dient die Desodorierung und/oder Entsäuerung auch zur Entfernung des unangenehmen Hydriergeruches. Im Verlauf der Hochtemperatur-Treibdampfbehandlung reichern sich diese Leichtsieder und die Hochtemperatur-bedingten Abbauprodukte wie Kohlenwasserstoffe, Methylketone, Aldehyde und dergleichen im Dämpfestrom an und werden mit diesem entfernt. In den oben erläuterten, für die Desodorierung und/oder Entsäuerung relativ kleiner, wechselnder Chargen von Speiseölen typischen, halb-kontinuierlich betriebenen Anlagen kann bei einer Temperatur von etwa 240 bis 270°C unter einem Arbeitsdruck von etwa 3 bis 6 mbar mit einer Treibdampfmenge von 1,5 bis 4 Gew.-% des Palmöldurchsatzes der Gehalt an Leichtsiedern im behandelten Öl auf weniger als 0,03 Gew.-% abgesenkt werden.

Unter den aus dem Dokument DE-A-3 227 669 bekannten Bedingungen der kontinuierlichen Gegenstrom-Treibdampf-Fallfilmdestillation in einem von außen aufgezwungenen Temperaturfeld fließt die auf 220 bis 280°C erwärmte Flüssigkeit typischerweise unter einem Arbeitsdruck zwischen 2 und 10 mbar als Dünnschicht einer Schichtdicke kleiner 1,0 mm an der Wand von vertikal angeordneten, Rieselkanäle bildenden Flächen herab, von denen wenigstens ein Teil auf einer höheren Temperatur als die herabfließende Flüssigkeit gehalten wird, und im Gegenstrom wird Wasserdampf durch diese Rieselkanäle geführt. Sofern eine mehrstufige Fallfilmkolonne vorgesehen wird, sind für die Rieselkanäle in der stromaufwärts gelegenen Anfangszone vorzugsweise größere hydraulische Rieselkanal-Durchmesser vorgesehen, als für die Rieselkanäle in der Schlußzone. Aufgrund der sich einstellenden Strömungsbedingungen und Viskositäten der herabrieselnden Flüssigkeit beträgt die Verweilzeit einzelner Flüssigkeitsteilchen in einer solchen ein- oder mehrstufigen Fallfilmkolonne weniger als 20 sec. Dennoch wird eine befriedigende Desodorierung und/oder Entsäuerung bis zu Leichtsieder-Gehalten von weniger als 0,03 Gew.-% des Fertigöls erreicht.

Die aus dem Dokument DE-A-3 227 669 zur Desodorierung und/oder Entsäuerung von Speiseölen bekanntgewordenen Fallfilmkolonnen sind zumeist für erhebliche Durchsätze ausgelegt. Nach den dort angegebenen Beispielen besteht die Anfangsstufe einer Fallfilmkolonne aus 60 Rohren (Länge 4 m) mit einem Innendurchmesser von 84 mm und ist für einen Durchsatz von 10 t Palmöl pro Stunde ausgelegt. Obwohl sich eine solche Fallfilmkolonne auf den ersten Blick nicht zur Desodorierung und/oder Entsäuerung relativ kleiner, wechselnder Chargen von Speiseölen anbietet, ist im Rahmen der vorliegenden Erfindung festgestellt worden, daß nach Beendigung der Ölzufuhr auf den Verteiler im Kopf einer solchen Kolonne innerhalb einer Zeitspanne von etwa 2 Minuten die auf den Innenwänden der Rohre verbleibende Ölmenge überraschenderweise auf weniger als 15 kg Öl zurückgegangen ist, sofern die Viskosität des Ölfilmes weniger als 1 mPa.s beträgt. Auch Versuche mit anders bemessenen Fallfilmkolonnen haben bestätigt, daß die in der Fallfilmkolonne verbleibende, restliche Ölmenge innerhalb weniger Minuten nach Beendigung der Ölzufuhr auf 1 bis 2 Promille des Nenndurchsatzes pro Stunde abgenommen hat.

In der Praxis betragen die Öldurchsätze pro Charge kaum weniger als 5 t. Ersichtlich ist unter diesen Bedingungen, etwa zwei Minuten nach Beendigung der Ölzufuhr die in der Fallfilmkolonne noch verbleibende Restmenge Öl so gering, daß bedenkenlos eine Vermischung mit dem Öl der nachfolgenden Charge hingenommen werden kann, ohne daß feststellbare Änderungen der Ölkennzahlen zu befürchten wären. Folglich kann die Desodorierung und/oder Entsäuerung relativ kleiner, typischerweise etwa 20 bis 50 t umfassender, wechselnder Chargen von Speiseölen und anderen hochsiedenden Flüssigkeiten durchaus in den aus dem Dokument DE-A-3 227 669 bekannten Fallfilmkolonnen unter den dort beschriebenen Bedingungen durchgeführt werden, sofern zusätzlich bestimmte Maßnahmen getroffen werden.

Zu diesen zusätzlichen Maßnahmen gehört es, bei einem Chargenwechsel die Ölzufuhr zur Fallfilmkolonne für eine kurze Zeitspanne zu unterbrechen. Im Rahmen der vorliegenden Erfindung ist festgestellt worden, daß selbst bei Fallfilmkolonnen mit einer Länge von 8 bis 10 m eine Unterbrechung von maximal 4 Minuten völlig ausreichend ist, um eine Vermischung der verschiedenen Ölqualitäten mit feststellbarer Änderung der Ölkennzahlen bei einem Char-

genwechsel zu vermeiden, sofern die nachfolgende Charge wenigstens 5 t Öl umfaßt. In den meisten Fällen reicht bereits eine kürzere Unterbrechung der Ölzufuhr von etwa 1 bis 2 Minuten aus, um eine solche nachweisbare Vermischung sicher zu vermeiden.

Vorzugsweise beträgt daher die kurze Zeitspanne, für welche die Aufgabe der Flüssigkeit auf den Verteiler im Kopf der Fallfilmkolonne unterbrochen wird, nachdem die Stirnfront der Flüssigkeit der neuen, nachfolgenden Charge ein benachbart zu diesem Verteiler angeordnetes Absperrventil erreicht hat, 4 Minuten oder weniger, besonders bevorzugt 2 Minuten oder weniger.

Zu den genannten, zusätzlich zu treffenden Maßnahmen gehört weiterhin bei einem Chargenwechsel eine Vermischung der aufeinanderfolgenden Ölchargen in den anderen restlichen Anlagenteilen zu verhindern.

Neben üblichen Bestandteilen, wie Pumpen, Armaturen, Ventilen und dergleichen, gehören zu diesen anderen Anlagenteilen insbesondere die auf die Fallfilmkolonne zuführende Zuführleitung, sowie die aus dem Sumpf der Fallfilmkolonne wegführende Ablaufleitung. Nach einem weiteren Gesichtspunkt der Erfindung wird in dieser Zuführleitung und in dieser Ablaufleitung eine Pfropfenströmung der Flüssigkeit eingehalten, um beim Chargenwechsel eine nennenswerte Vermischung der aufeinanderfolgenden Ölchargen zu vermeiden. Eine solche Pfropfenströmung wird beispielsweise durch eine ausreichende Strömungsgeschwindigkeit des Öles gewährleistet, die in diesen Leitungen für turbulente Strömungsverhältnisse sorgt. Zu diesem Zweck soll die Strömungsgeschwindigkeit des Öles in diesen Rohrleitungen wenigstens 1 m/sec betragen. Noch besser sind Strömungsgeschwindigkeiten von wenigstens 1,5 bis 2,5 m/sec in diesen Rohrleitungen; solche Strömungsgeschwindigkeiten werden im Rahmen der Erfindung besonders bevorzugt.

Bei der Auslegung der Rohrleitungen werden glatte Innenwände mit einheitlichem hydraulischem Durchmesser angestrebt. Nuten und sonstige «tote» Räume, in denen sich vom Hauptflüssigkeitsstrang abgetrennte Flüssigkeitsreste ansammeln können, sind zu vermeiden. Soweit sich im Bereich von Pumpen, Ventilen und dergleichen Änderungen des hydraulischen Durchmessers des wirksamen Leitungsquerschnittes nicht vermeiden lassen, sollen diese Änderungen — in Strömungsrichtung — zu kleineren hydraulischen Durchmessern, damit zu einer Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit und zu einer Verstäkrung der turbulenten Strömungscharakteristik führen.

Sofern diese beiden zusätzlichen Maßnahmen getroffen und eingehalten werden, kann im Rahmen der vorliegenden Erfindung bei einem Chargenwechsel die neue zu behandelnde Flüssigkeit — ohne jegliche Leerlaufcharge — unmittelbar an die Flüssigkeit der vorausgegangenen Charge anschließend in die Zuführleitung eingeführt werden. Dadurch wird ein höherer Durchsatz pro Zeiteinheit erzielt, weil die nach dem Stand der Technik erforderlichen Leerchargen zur Vermeidung einer Vermischung der verschiedenen Ölqualitäten beim Chargenwechsel nicht länger erforderlich sind. Ferner vereinfacht sich der Betrieb von Pumpen, Wärmetauschern und dergleichen, weil die Anlage praktisch kontinuierlich mit vollem Flüssigkeitsstrang gefahren werden kann.

Die Vermeidung jeglicher Leerchargen beim Chargenwechsel stellt im Rahmen der vorliegenden Erfindung eine zweckmäßige und vorteilhafte Massnahme dar, jedoch keine notwendige. Sofern es im Einzelfall wünschenswert ist, könnte beim Chargenwechsel auch eine knapp bemessene Leercharge vorgesehen werden, um einen unmittelbaren Kontakt zwischen der vorausgegangenen und der nachfolgenden Flüssigkeit zu vermeiden. Alternativ könnte zur Vermeidung eines solchen unmittelbaren Kontaktes anschließend an die vorausgegangene Flüssigkeit auch eine inerte Puffersubstanz eingebracht werden, an die sich daraufhin die nachfolgende Flüssigkeit anschließt, um beim Chargenwechsel eine Druckabnahme innerhalb der Rohrleitungen zu vermeiden. Vorzugsweise ist im Rahmen der Erfindung bei einem Chargenwechsel vorgesehen, die neue, zu behandelnde Flüssigkeit — ohne jegliche Leerlaufcharge — unmittelbar an die Flüssigkeit der vorangegangenen Charge anschließend, in die Zuführleitung einzuführen.

Bei der Desodorierung und/oder Entsäuerung von Speiseölen ist es übliche Praxis, die fühlbare Wärme des heißen Fertigöles zur Aufheizung des Rohöles auszunutzen. Typischerweise wird das heiße Fertigöl als «Wärmemedium» durch einen Wärmetauscher geleitet, in dem das Rohöl auf eine Temperatur gebracht wird, die etwa 20 bis 30°C unterhalb der vorgesehenen Arbeitstemperatur liegt. Die restliche Aufheizung auf die Arbeitstemperatur erfolgt dann in einem nachgeschalteten Hochtemperatur-Wärmetauscher. Nach einer vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung erfolgt dieser Wärmetausch zwischen heißem Fertigöl und Rohöl in einem oder mehreren Doppelrohrtauscher(n) wobei sowohl im Innenrohr wie auch im Außenrohr des Doppelrohrtauschers eine Pfropfenströmung der Flüssigkeit eingehalten wird. Ein geeigneter Doppelrohrtauscher kann gerade oder gekrümmte Konfiguration aufweisen; beispielsweise kann eine spiralförmige Konfiguration vorgesehen werden, um in einem gegebenen Volumen eine größere Wärmetauschkapazität unterzubringen. Weil die Austauschleistung eines Doppelrohrtauschers häufig nicht diejenige der ansonsten üblichen Wärmetauscher erreicht, werden zweckmäßigerweise zwei oder mehr Doppelrohrtauscher vorgesehen, um die fühlbare Wärme des heißen Fertigöles vollständig auf das aufzuheizende Rohöl zu übertragen.

Vorzugsweise werden für den Querschnitt des Innenrohres und den wirksamen Querschnitt des Außenrohres eines solchen Doppelrohrtauschers angenähert gleiche hydraulische Durchmesser vorgegeben. Vorzugsweise werden für diese hydraulischen Durchmesser solche Werte vorgesehen, damit auch im Innenrohr des Doppelrohrtauschers die gleiche Strömungsgeschwindigkeit der Flüssigkeit wie in der Zuführleitung herrscht; entsprechend werden für den wirksamen Querschnitt des Außenrohres des Doppelrohrtauschers solche Abmessungen vorgesehen, damit hier die Flüssigkeit mit der gleichen Geschwindigkeit wie in der Ablaufleitung strömt. Be-

sonders bevorzugt werden in der Zuführleitung, in der Ablaufleitung, im Innenrohr und im Außenrohr des oder der Doppelrohrtauscher die gleichen Strömungsgeschwindigkeiten der Flüssigkeit vorgesehen. Um sicher eine Pfropfenströmung mit turbulenter Strömungscharakteristik zu gewährleisten, soll diese Strömungsgeschwindigkeit wenigstens 1 m/sec betragen. Noch besser sind Strömungsgeschwindigkeiten von wenigstens 1,5 bis 2,5 m/sec. Besonders bevorzugt soll deshalb die Strömungsgeschwindigkeit der Flüssigkeit in diesen Anlageteilen wenigstens 2 m/sec betragen.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren ist es möglich, auch die Desodorierung und/oder Entsäuerung relativ kleiner, typischerweise etwa 20 bis 50 t umfassender, wechselnder Chargen hochsiedender Flüssigkeiten, insbesondere Speiseöle, in den aus dem Dokument DE-A-3 227 669 bekannten, relativ großen, hochwirksamen Anlagen wirtschaftlich durchzuführen. Auch kleine Chargen Speiseöl können nunmehr rasch und schonend, d.h. mit einer Verweilzeit von weniger als 1 Minute im Hochtemperaturbereich der Anlage bei Temperaturen oberhalb 200°C entsäuert und/oder desodoriert werden. Unter diesen Bedingungen bleibt der größte Teil der natürlichen Stabilisatoren wie Tocopherole, Sterole und andere ähnliche Verbindungen erhalten, so daß ein so behandeltes Öl eine verbesserte Lagerbeständigkeit aufweist. Ein Chargenwechsel kann in wenigen Minuten, beispielsweise in 6 Minuten oder noch kürzerer Zeit durchgeführt werden. Weder sind die nach dem Stand der Technik notwendigen Leerchargen erforderlich, noch treten nennenswerte Produktverluste auf. Trotz dieses außerordentlich raschen Chargenwechsels erfolgt keine merkliche Vermischung der aufeinanderfolgenden Chargen beim Übergang von einer auf eine andere Ölqualität, die zu einer nachweisbaren Änderung der Kennzahlen einer Ölqualität führen würde.

Im Rahmen der vorliegenden Erfindung sind Modifizierungen und Abänderungen am oben erläuterten Verfahren zum Desodorieren und/oder Entsäuern relativ kleiner, wechselnder Chargen hochsiedender Flüssigkeiten möglich.

Bei einem Chargenwechsel kann unmittelbar von einem Zulauftank mit einer bestimmten Flüssigkeit auf einen anderen Zulauftank mit einer anderen bestimmten Flüssigkeit umgeschaltet werden. Eine Förderpumpe drückt die neue, zu behandelnde Flüssigkeit in die Zuführleitung, so daß deren Stirnfront unmittelbar an die Flüssigkeit der vorausgegangenen Charge anschließt. Nachdem im Verlauf eines Chargenwechsels die Stirnfront der nachfolgenden Charge des benachbart zum Verteiler im Kopf der Fallfilmkolonne angeordnete Absperrventil erreicht hat, wird dieses Absperrventil geschlossen, um die Ölzufuhr zu der Fallfilmkolonne zu sperren. Dieses Absperrventil ist vorzugsweise als Schnellschaltventil ausgebildet. Nach der Sperrung kann der, noch aus der vorausgegangenen Charge bestehende, Inhalt der Fallfilmkolonne auf zwei verschiedenen Wegen entleert werden. Während eines ersten Zeitabschnittes innerhalb dieser kurzen Zeitspanne der Unterbrechung der Flüssigkeitsaufgabe wird die sich im Sumpf der Fallfilmkolonne sammelnde Flüssigkeit noch in die Ablaufleitung gedrückt. Danach erfolgt eine Umschaltung eines in diese Ablaufleitung eingesetzten Ventils, und die sich während eines anschließenden, zweiten Zeitabschnittes innerhalb dieser kurzen Zeitspanne der Unterbrechung der Flüssigkeitsaufgabe noch im Sumpf der Fallfilmkolonne ansammelnde Flüssigkeitsmenge gelangt in einen gesonderten Behälter. Mit der Öffnung des Ventils benachbart zum Verteiler im Kopf der Fallfilmkolonne, um nunmehr die nachfolgende Flüssigkeitscharge in der Fallfilmkolonne zu behandeln, wird ein in die zum Behälter führende Leitung eingesetztes Ventil geschlossen. Die nunmehr sich im Sumpf der Fallfilmkolonne ansammelnde behandelte Flüssigkeit aus der nachfolgenden Charge wird wiederum in die Ablaufleitung gedrückt.

Dieser Behälter zur Aufnahme einer zweiten Restmenge des Fallfilmkolonneninhalts nach Sperrung der Flüssigkeitsaufgabe auf den Verteiler im Kopf dieser Fallfilmkolonne kann mit einer Kühleinrichtung ausgerüstet sein. Ferner kann die Zugabe eines Komplexbildners wie etwa Zitronensäure in diesen Behälter vorgesehen sein, um die darin angesammelte Flüssigkeit zu stabilisieren. Weiterhin ist der Behälter an verschiedene Stufen der Vakuumanlage angeschlossen. Der Inhalt dieses Behälters wird schließlich in den Produkttank für das Fertigöl der vorausgegangenen Charge überführt. Während der zweite Teil des Fallfilmkolonnen-Inhalts in den Behälter abläuft, kann die Ablaufleitung mit einem Inertgas freigeblasen werden, wie das nachstehend mit Bezugnahme auf Fig. 2 noch im einzelnen erläutert wird.

Weiterhin ist es möglich, die Anlagenteile neben der Fallfilmkolonne mit einem Inertgas wie Stickstoff freizublasen. Dies kann insbesondere für die Ablaufleitung zweckmäßig sein, um jegliche Möglichkeit einer Vermischung des Fertigöles der vorausgegangenen Charge mit der Stirnfront des behandelten Öles der nachfolgenden Charge innerhalb dieser Ablaufleitung zu vermeiden. Das Freiblasen der Ablaufleitung erfolgt zweckmäßigerweise innerhalb des zweiten Zeitabschnittes, während der zweite Teil des Fallfilmkolonneninhalts in den Behälter abläuft.

Die Erfindung betrifft die Desodorierung und/oder Entsäuerung relativ kleiner, wechselnder Chargen hochsiedender Flüssigkeiten, nämlich Fettsäuren, Speiseöle, Fette, Glyzeride und sonstige hochsiedende Ester. «Hochsiedend» meint in diesem Zusammenhang, daß die zu behandelnde Flüssigkeit bei einem Unterdruck von 12 mbar bereits oberhalb ihrer Zersetzungstemperatur von etwa 300°C sieden würde. Zu geeigneten Fettsäuren gehören beispielsweise höher siedende, anhydrierte Fischöl-Fettsäuren und sonstige hydrierte Fettsäuren, um deren Hydriergeruch zu entfernen. Zu geeigneten Speiseölen gehören beispielsweise Palmöl, Sojaöl, Baumwollsaatöl, Kokosöl, Palmkernöl, Rapsöl, Olivenöl, Weizenkeimöl, hydriertes Fischöl und dergleichen. Zu geeigneten Fetten gehören beispielsweise Rindertalg, Schweineschmalz, «Muttontallow» (= Schafstalg) und dergleichen. Zu geeigneten Glyzeriden gehören neben den Triglyzeriden die Mono- und Di-glyzeride beliebiger Fettsäuren, etwa synthetisch hergestellte Triglyzeride, die bei Körpertemperatur schmelzen (etwa für Supositorienmassen). Zu son-

stigen hochsiedenden Estern gehören beispielsweise die als Weichmacher in Betracht kommenden Ester von Phthalsäure, Sebazinsäure und dergleichen, sowie die Ester höherer Alkohole mit Fettsäuren, wie etwa Butylstearat und ähnliche Ester. Darüber hinaus ist das erfindungsgemäße Verfahren zur Beseitigung des Hydriergeruches anderer hydrierter Fette und Öle geeignet.

«Relativ kleine Chargen» meint in diesem Zusammenhang, daß eine Charge einer bestimmten Flüssigkeit mit übereinstimmenden Kennzahlen wie etwa Jodzahl, Glyzeridzusammensetzung, Titer usw. eine Menge von wenigstens 5 t umfaßt. Typischerweise umfaßt eine «relativ kleine Charge» etwa 20 bis 50 t Flüssigkeit. Im Rahmen der Erfindung erfolgt die Desodorierung und/oder Entsäuerung in Fallfilmkolonnen, die typischerweise für einen Durchsatz von 5, 8 und 10 t pro Stunde, im Einzelfall aber auch für einen Durchsatz von 50 t pro Stunde ausgelegt sein können. Unter diesen Bedingungen ist nach wenigen Stunden ein Chargenwechsel erforderlich. Unter den erfindungsgemäß vorgesehenen Bedingungen können solche Chargenwechsel innerhalb von 6 Minuten oder in noch kürzerer Frist durchgeführt werden, so daß die nach dem Stand der Technik üblichen Durchsatzverluste beim Chargenwechsel ganz erheblich vermindert werden. Dennoch kann eine Vermischung der aufeinanderfolgenden Chargen, die zu einer feststellbaren Änderung der Kennzahlen führen würde, weitestgehend oder völlig vermieden werden; eine völlige Vermeidung der Vermischung ist möglich, wenn innerhalb der zweiten Zeitspanne der kurzfristigen Unterbrechung der Flüssigkeitsaufgabe auf die Fallfilmkolonne der zweite Teil des Fallfilmkolonneninhalts in einem gesonderten Behälter aufgefangen wird, und während dieses zweiten Zeitabschnittes die Ablaufleitung mit Inertgas freigeblasen wird. Der in dem gesonderten Behälter aufgefangene zweite Teil des Fallfilmkolonneninhalts kann zu einem späteren Zeitpunkt während der Behandlung der zweiten Charge in den Produkttank der vorausgegangenen Charge abgelassen werden. Auf diese Weise wird beim Chargenwechsel nicht nur eine Vermischung der aufeinanderfolgenden Chargen völlig vermieden, sondern es tritt auch keinerlei Produktverlust auf.

Nachstehend werden zweckmäßige Anlagen zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens anhand bevorzugter Ausführungsformen mit Bezugnahme auf die Zeichnung erläutert; es zeigt:

Fig. 1 ein erstes Fließschema einer Anlage zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens; und

Fig. 2 ein zweites Fließschema einer Anlage zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, wobei zusätzlich ein Auffangbehälter für einen Teil des Fallfilmkolonneninhalts vorgesehen ist.

Wie aus Fig. 1 ersichtlich, besteht die Gesamtanlage zur Desodorierung und/oder Entsäuerung relativ kleiner wechselnder Chargen in den Hauptteilen — neben den nicht im einzelnen erwähnten, üblichen Bestandteilen solcher Anlagen wie Rohrleitungen, Pumpen, Armaturen, Reglern und dergleichen — hauptsächlich aus den Rohöl-Lager- bzw. Zulauftanks 10, der Zuführleitung 15, der Fallfilmkolonne 20, der Ablaufleitung 30, dem Wärmetauscher 40 und den Produkttanks 38.

Im einzelnen sind — wie aus Fig. 1 ersichtlich — mehrere Zulauftanks 10, 10', 10'' vorhanden, in denen sich die verschiedenen Chargen der nacheinander zu behandelnden Öle befinden. Nach entsprechender Schaltung der Ventile 11, 11', 11'' wird das gewünschte Rohöl von der Förderpumpe 12 in die Zuführleitung 15 gedrückt. Die Zuführleitung besteht aus mehreren Zuführleitungsabschnitten 15, 15', 15'', 15''' und führt schließlich zum Verteiler 22 im Kopf 21 der Fallfilmkolonne 20. Der Zuführleitungsabschnitt 15 führt zu einem ersten Doppelrohr-Wärmetauscher 40. In der dargestellten Ausführungsform strömt das aufzuheizende Rohöl durch das äußere Mantelrohr 41, welches das Innenrohr 42 dieses Doppelrohr-Tauschers 40 umgibt. Durch das Innenrohr 42 wird heißes Fertigöl geleitet. Alternativ könnte auch die entgegengesetzte Flüssigkeitsführung vorgesehen werden, d.h. das kalte Rohöl strömt durch das Innenrohr 42 und das heiße Fertigöl durch das äußere Mantelrohr 41. Ein zweiter Zuführleitungsabschnitt 15' führt zu einem zweiten, im wesentlichen analog aufgebauten Doppelrohr-Wärmetauscher 43, in dem im Wärmetausch gegen heißes Fertigöl eine weitere Aufheizung des Rohöles erfolgt. Wiederum weist dieser zweite Doppelrohr-Wärmetauscher 43 ein äußeres Mantelrohr 41' und ein Innenrohr 42' auf. Vom zweiten Doppelrohr-Wärmetauscher 43 gelangt das Rohöl über einen zweiten Abschnitt der Zuführungsleitung 15'' in einen Hochtemperatur-Wärmetauscher 44, in dem die restliche Aufheizung auf die vorgesehene Arbeitstemperatur erfolgt. Auch der Hochtemperatur-Wärmetauscher 44 ist zweckmäßigerweise als Doppelrohr-Wärmetauscher ausgebildet, um auch hier eine Pfropfenströmung des Rohöles zu ermöglichen. Über den Stutzen 45 wird dem Hochtemperatur-Wärmetauscher 44 Heizmedium zu, und über den Stutzen 46 weggeführt; im vorgesehenen Temperaturbereich kann Hochdruckdampf oder ein Hochtemperaturöl wie beispielsweise «HT-Öl» (höhere aromatische Verbindungen) als Heizmedium dienen. Ein dritter Zuführungsleitungsabschnitt 15''' führt schließlich auf den Verteiler 22 im Kopf 21 der Fallfilmkolonne 20. Benachbart zum Verteiler 22 ist in diesem dritten Zuführleitungsabschnitt 15''' das Absperrventil 16 eingesetzt. Das Absperrventil 16 ist vorzugsweise als Schnellschaltventil ausgebildet, um die Flüssigkeitsaufgabe auf die Fallfilmkolonne augenblicklich zu unterbrechen, nachdem die Stirnfront einer nachfolgenden Charge dieses Absperrventil 16 erreicht. Nachdem die Länge der Zuführleitung 15, 15', 15'', 15''' von den Ventilen 11, 11', 11'' bis zum Absperrventil 16, sowie die Strömungsgeschwindigkeit der Flüssigkeit bekannt sind, kann die Umschaltung des Absperrventils 16 zeitabhängig mit einer bestimmten Verzögerung nach Betätigung der Ventile 11, 11' und/oder 11'' erfolgen.

In der dargestellten Ausführungsform ist die Fallfilmkolonne 20 einstufig ausgebildet, und deren Rieselkanäle 23 weisen über die gesamte Länge einheitlichen, konstanten Rieselkanaldurchmesser auf. Der Rieselteil der Fallfilmkolonne 20 kann aus einem Rohrbündel mit 60 Rohren 23 aufgebaut sein, die

eine Länge von 8 m und einen Durchmesser von 50 mm aufweisen. Die einzelnen Rohre 23 werden an ihrem Außenumfang von Heizmedium umspült, das über den Stutzen 24 zugeführt und über den Stutzen 25 abgeführt wird. Wie dargestellt, ist eine Gegenstromführung des Heizmediums zum herablaufenden Flüssigkeitsfilm vorgesehen; als Heizmedium dient vorzugsweise Hochtemperatur-Öl, um ein Temperaturgefälle auf der Heizmittelseite zu erzeugen. Auf diese Weise kann ein optimaler Wärmeaustausch gewährleistet und andererseits eine Überhitzung der Flüssigkeit vermieden werden.

Im Sumpfraum 26 der Fallfilmkolonne 20 befindet sich die Treibdampfzuführung 27. Im Gegenstrom zum herablaufenden Flüssigkeitsfilm strömt der Treibdampf durch die Rieselkanäle 23 und sammelt sich zusammen mit den aus dem Öl entfernten Leichtsiedern im Kopf 21. Von dort wird das Dämpfegemisch über die Dämpfeleitung 28 abgezogen, die über einen — nicht dargestellten — Einspritzkondensator zur Vakuumanlage führt.

Das sich im Sumpf 26 der Fallfilmkolonne 20 sammelnde behandelte Fertigöl wird von der Förderpumpe 29 in die Ablaufleitung 30 gedrückt. Die Ablaufleitung 30 führt zu den Doppelrohr-Wärmetauschern 43 und 40, in denen das heiße Fertigöl einen Teil seiner fühlbaren Wärme auf das aufzuheizende Rohöl überträgt. Nach Passieren des Doppelrohrtauschers 40 gelangt das weitgehend abgekühlte Fertigöl über einen weiteren Ablaufleitungsabschnitt 30''' in einen Schlußkühler 47, dem als Kühlmittel Kühlwasser zugeführt wird. Anschließend gelangt das Fertigöl in einen der Produktlagertanks 38, 38' oder 38''.

Zusätzlich kann ein Stabilisierungsbehälter 32 vorgesehen sein, in welchem dem Fertigöl ein zur Stabilisierung dienender Komplexbildner wie etwa Zitronensäure zugesetzt wird. In der dargestellten Ausführungsform ist dieser Stabilisierungsbehälter zwischen die beiden Doppelrohr-Wärmetauscher 43 und 40 eingeschoben, so daß das Fertigöl bereits teilweise abgekühlt ist, wenn es über den zweiten Ablaufleitungsabschnitt 30' in den Stabilisierungsbehälter 32 gelangt. Diesem Stabilisierungsbehälter 32 wird aus einem entsprechenden — nicht dargestellten — Vorrat das Stabilisierungsmittel wie beispielsweise Zitronensäure über ein Dosierventil 33 und die Dosierleitung 34 zugeführt. Der Stabilisierungsbehälter 32 wird über die Dämpferleitung 35 zur Vakuumanlage hin entlüftet. Aus diesem Stabilisierungsbehälter 32 wird das mit Stabilisator versetzte Fertigöl über die Pumpe 36 abgezogen und in Form einer Pfropfenströmung in den zweiten Ablaufleitungsabschnitt 30'' gedrückt, der zum Doppelrohrtauscher 40 führt.

In der dargestellten Ausführungsform ist die einstufige Fallfilmkolonne 20 für einen Palmöldurchsatz von etwa 8 bis 10 t pro Stunde ausgelegt. Bezogen auf diesen Durchsatz wird für die verschiedenen Zuführleitungsabschnitte 15, 15', 15'' und 15''' für die verschiedenen Ablaufleitungsabschnitte 30, 30', 30'' und 30''' sowie für die Flüssigkeit führenden Rohre innerhalb der Wärmetauscher 40, 43, 44 und 47 ein hydraulischer Durchmesser von etwa 44 bis 52 mm vorgesehen, um innerhalb dieser Rohre eine Pfropfenströmung der Flüssigkeit einzuhalten. Bei einem Rohrleitungsdurchmesser von 50 mm und einem Massenstrom von 8300 kg Palmöl pro Stunde wird sich eine Strömungsgeschwindigkeit von etwa 1,5 m/sec in diesen Rohrleitungen einstellen. Eine solche Strömungsgeschwindigkeit liefert eine turbulente Strömungscharakteristik und damit sicher die gewünschte Pfropfenströmung. Dank dieser Pfropfenströmung kann zum Chargenwechsel unmittelbar nach Entleerung des Zulauftanks 10 das Ventil 11 geschlossen werden und beispielsweise das zum Zulauftank 10' führende Ventil 11' geöffnet werden, so daß die Stirnfront der nachfolgenden Charge aus dem Rohöltank 10' von der Förderpumpe 12 unmittelbar an die vorausgegangene Charge anschließend durch die Zuführleitungsabschnitte 15, 15', 15'' und 15''' gedrückt wird.

Nachdem diese Stirnfront das Absperrventil 16 erreicht hat, wird dieses für eine kurze Zeitspanne geschlossen, um die Zuführung von Rohöl auf den Verteiler 22 der Fallfilmkolonne 20 zu unterbrechen. Wegen der vorzugsweise vorgesehenen Ausbildung des Absperrventils 16 als Schnellschaltventil ist eine präzise und augenblickliche Unterbrechung des Flüssigkeitsstromes möglich. Während dieser kurzfristigen Unterbrechung wird weiterhin Treibdampf in die Fallfilmkolonne 20 eingeleitet, so daß der Fallfilmkolonneninhalt vollständig entsäuert und/oder desodoriert in den Ablaufleitungsabschnitt 30 gelangt.

Die Fig. 2 zeigt eine weitere Anlage zur Durchführung einer modifizierten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens. Im wesentlichen ist die Anlage nach Fig. 2 analog zur Anlage nach Fig. 1 aufgebaut; soweit Übereinstimmungen bestehen, wird auf die Erläuterung entsprechender Anlagenteile der Fig. 1 verwiesen.

Die wesentlichen Abweichungen bestehen darin, daß die Fallfilmkolonne zweistufig ausgebildet ist, zusätzlich ein Behälter zur Aufnahme eines Teils des Fallfilmkolonneninhalts während der kurzfristigen Unterbrechung der Flüssigkeitsaufgabe auf diese Fallfilmkolonne vorhanden ist, und Einrichtungen zum Freiblasen der Zuführleitung und insbesondere der Ablaufleitung mittels Inertgas vorgesehen sind.

Abweichend ist die Fallfilmkolonne 50 zweistufig ausgebildet. Im Kopf 51 dieser zweistufigen Fallfilmkolonne 50 befindet sich der Verteiler 52, über den die aufgegebene Flüssigkeit zuerst auf die weiten Rieselrohre 53 der Anfangszone dieser Fallfilmkolonne 50 verteilt werden. Diese weiten Rieselrohre 53 können beispielsweise eine Länge von 4 m und einen Rieselkanaldurchmesser von 84 mm aufweisen. Im Anschluß an diese weiten Rieselrohre 53 wird der herabrieselnde Flüssigkeitsfilm erneut in einem zweiten Verteiler 54 gesammelt und von dort auf die engen Rieselrohre 55 der Schlußzone dieser Fallfilmkolonne 50 verteilt. Diese Schlußzone kann beispielsweise aus 153 Rohren mit einer Länge von 7 m und einem Rohrdurchmesser von 33 mm gebildet sein. Mit einer solchen Fallfilmkolonne lassen sich 10 t Palmöl pro Stunde entsäuern. Wiederum werden die Außenwände der weiten Rieselrohre 53 und der engen Rieselrohre 55 vom Heizmedium umspült, das über die Stutzen 56 bzw. 58 zugeführt und über die Stutzen 57 bzw. 59 abgeführt wird. Die Einleitung von Treibdampf erfolgt ausschließlich mittels der Treibdampfzuführung 61 in den Sumpfraum 60 der

Schlußzone der Fallfilmkolonne 50. Der Treibdampf strömt zuerst durch die engen Rieselkanäle 55, daraufhin durch die weiten Rieselkanäle 53 und wird schließlich zusammen mit den abgetrennten Leichtsiedern über die Dämpfeleitung 28 aus dem Kopf 51 abgezogen und nach Kühlung in einem — nicht dargestellten — Einspritzkondensator der Vakuumanlage zugeführt.

Der erste Ablaufleitungsabschnitt 30 zweigt von einer Leitung 62 ab, die aus dem Sumpf 60 der Fallfilmkolonne 50 über ein Absperrventil 63 zu einem Behälter 70 führt. Dieser Behälter 70 dient zur zeitweiligen Aufnahme eines Teils des Inhalts der Fallfilmkolonne 50, nachdem die Zufuhr der Flüssigkeit auf den Verteiler 52 mittels des Absperrventils 16 für eine kurze Zeitspanne unterbrochen worden ist. Wie schematisch angedeutet, kann dieser Behälter 70 mit einer Kühleinrichtung 71 ausgerüstet sein, um das aufgenommene, fertig entsäuerte und/oder desodorierte Fertigöl abzukühlen. Über eine Dämpferleitung 72 ist der Behälter 70 mit der — nicht dargestellten — Vakuumanlage verbunden, wobei je nach Stellung der Ventile 73 oder 74 ein Anschluß an die 120 mbar-Stufe oder an die 4 mbar-Stufe der Vakuumanlage möglich ist. Aus einem Vorratsbehälter 80 kann ein als Stabilisierungsmittel dienender Komplexbildner wie beispielsweise Zitronensäure über ein Dosierventil 81 und eine Dosierleitung 82 in den Behälter 70 eingebracht werden. Weiterhin kann aus diesem Vorratsbehälter 80 — abweichend von der Ausführungsform nach Fig. 1 — Stabilisierungsmittel über das zweite Dosierventil 83 und die zweite Dosierleitung 84 dem Fertigöl in dem ersten Ablaufleitungsabschnitt 30 zugesetzt werden; alternativ könnte diese zweite Dosierleitung 84 auch in den zweiten Ablaufleitungsabschnitt 30' einmünden, so daß das Stabilisierungsmittel in bereits teilweise abgekühltes Fertigöl eingebracht wird.

Nachdem durch entsprechende Umschaltung der Ventile 11, 11' oder 11'' ein Chargenwechsel vorgenommen wurde, und die Stirnfront der nachfolgenden Charge das Absperrventil 16 benachbart zum Verteiler 52 im Kopf 51 der zweistufigen Fallfilmkolonne 50 erreicht hat, wird das Absperrventil 16 für eine kurze Zeitspanne geschlossen. Während eines ersten Zeitabschnittes innerhalb dieser kurzfristigen Unterbrechung bleibt das Ventil 37 im ersten Ablaufleitungsabschnitt 30 weiterhin geöffnet, so daß die Förderpumpe 29 weiterhin den ersten Teil des entsäuerten Inhalts der Fallfilmkolonne 50 aus deren Sumpf 60 abzieht und in die Ablaufleitung drückt. Während das Absperrventil 16 weiterhin geschlossen bleibt, erfolgt daraufhin eine Umschaltung, wobei das Ventil 37 geschlossen und das Ventil 63 geöffnet wird. Nunmehr gelangt der zweite Teil des entsäuerten Inhalts der Fallfilmkolonne 50 in den Behälter 70, wird dort gekühlt und eine zeitlang aufbewahrt. Auch während der Öffnung des Ventils 63 wird weiterhin Treibdampf zugeführt, so daß auch der zweite Teil des Inhalts der Fallfilmkolonne 50 vollständig entsäuert und/oder desodoriert wird. Nachdem die Fallfilmkolonne 50 weitestgehend entleert worden ist, wird das Absperrventil 16 wieder geöffnet, das Ventil 63 geschlossen und das Ventil 37 geöffnet; hierzu ist ein schematisch angedeuteter Steuerverbund zwischen diesen Ventilen vorgesehen, der auch den Füllstand im Sumpf 60 der zweistufigen Fallfilmkolonne 50 erfaßt.

Weiterhin sind Einrichtungen vorhanden, um Teile der Anlage, insbesondere die Ablaufleitung 30, 30', 30''' mit einem Inertgas freizublasen. Als Inertgas kommen beispielsweise Stickstoff, Argon, Helium und dergleichen in Betracht, wobei vorzugsweise getrockneter Stickstoff eingesetzt wird. Zum Freiblasen der Ablaufleitung 30, 30', 30''' kann Stickstoff über den Stutzen 90 und das Ventil 91 in den ersten Ablaufleitungsabschnitt 30 eingeblasen werden und drückt die Flüssigkeit in den vorgesehenen Produkttank 38, 38' oder 38''.

Überschüssiges Gas entweicht über den Stutzen 92 und das Ventil 93. Vorzugsweise wird Stickstoff über den Stutzen 90 und das Ventil 91 in den ersten Ablaufleitungsabschnitt 30 eingeblasen, während der zweite Teil des Inhalts der Fallfilmkolonne 50 in den Behälter 70 entleert wird, wobei das Ventil 37 geschlossen und das Ventil 63 geöffnet ist.

Bei Bedarf kann auch die Zuführleitung 15, 15', 15'' und 15''' freigeblasen werden, wozu Stickstoff über den Stutzen 94 und das Ventil 95 in den dritten Zuführleitungsabschnitt 15''' eingeblasen werden kann.

Schließlich ist es möglich, über den Stutzen 96 und das Ventil 97 Stickstoff in den Behälter 70 einzublasen, um das darin befindliche Öl in die Leitung 75 zu drücken. Weil es sich hierbei um vollständig entsäuertes und/oder desodoriertes Öl handelt, kann dieses in den jeweiligen Produkttank 38, 38' oder 38'' abgelassen werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Desodorieren und/oder Entsäuern hochsiedender Flüssigkeiten, nämlich Fettsäuren, Speiseöl, Fette, Glyzeride und sonstige hochsiedende Ester, die bei einem Unterdruck von 12 mbar oberhalb etwa 300°C sieden würden, wobei die auf 180° bis 280°C erwärmte Flüssigkeit unter einem Arbeitsdruck kleiner 10 mbar kontinuierlich mit Treibdampf in einer ein- oder mehrstufigen Fallfilmkolonne (20, 50) behandelt wird, deren Rieselkanalwände auf einer höheren Temperatur als der herablaufende Flüssigkeitsfilm gehalten werden, und im Gegenstrom Treibdampf durch diese Rieselkanäle (23; 53, 55) geführt wird, dadurch gekennzeichnet, daß

zum Desodorieren und/oder Entsäuern relativ kleiner, wenigstens 5 und vorzugsweise etwa 20 bis 50 t umfassender, wechselnder Chargen in der auf die Fallfilmkolonne zuführenden Zuführleitung (15, 15', 15'', 15''') und in der aus dem Sumpf (26, 60) der Fallfilmkolonne wegführenden Ablaufleitung (30, 30', 30'', 30''') eine Pfropfenströmung der Flüssigkeit eingehalten wird;

bei einem Chargenwechsel im Regelfalle die neue, zu behandelnde Flüssigkeit — ohne jegliche Leerlaufcharge — unmittelbar an die Flüssigkeit der vorausgegangenen Charge anschließend, in die Zuführleitung eingeführt wird; und

die Aufgabe der Flüssigkeit auf den Verteiler (22,

52) im Kopf (21, 51) der Fallfilmkolonne für eine kurze Zeitspanne unterbrochen wird, nachdem die Stirnfront der Flüssigkeit der neuen Charge ein benachbart zu diesem Verteiler angeordnetes Absperrventil (16) erreicht hat.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Aufgabe der Flüssigkeit auf den Verteiler (22, 52) im Kopf (21, 51) der Fallfilmkolonne (20, 50) für vier Minuten oder weniger unterbrochen wird, nachdem die Stirnfront der Flüssigkeit der neuen Charge ein benachbart zu diesem Verteiler angeordnetes Absperrventil (16) erreicht hat.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Aufgabe der Flüssigkeit auf den Verteiler (22, 52) im Kopf (21, 51) der Fallfilmkolonne (20, 50) für zwei Minuten oder weniger unterbrochen wird, nachdem die Stirnfront der Flüssigkeit der neuen Charge ein benachbart zu diesem Verteiler angeordnetes Absperrventil (16) erreicht hat.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei die aus der Fallfilmkolonne abgezogene, behandelte heiße Fertig-Flüssigkeit ihre fühlbare Wärme im Wärmetausch wenigstens teilweise auf die zu behandelnde Rohflüssigkeit überträgt, dadurch gekennzeichnet, daß der Wärmetausch in einem oder mehreren Doppelrohr-Wärmetauscher(n) (40, 43) erfolgt; und sowohl im Innenrohr (42) wie im Außenrohr (41) des Doppelrohr-Wärmetauschers eine Pfropfenströmung der Flüssigkeit eingehalten wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß zur Gewährleistung der Pfropfenströmung der Flüssigkeit in der Zuführleitung (15, 15', 15'', 15''') in der Ablaufleitung (30, 30', 30'', 30''') und gegebenenfalls in den Rohren (41, 42; 41', 42') der Doppelrohr-Wärmetauscher (40, 43) die Strömungsgeschwindigkeit der Flüssigkeit wenigstens 1 m/sec beträgt.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Strömungsgeschwindigkeit der Flüssigkeit wenigstens 2 m/sec beträgt.

7. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, daß für die Zuführleitung (15, 15', 15'', 15''') und die Ablaufleitung (30, 30', 30'', 30''') Rohre mit einem Rohrdurchmesser von 44 bis 52 mm vorgesehen sind, sofern die Fallfilmkolonne (20, 50) für einen Durchsatz von 8 bis 10 t Speiseöl pro Stunde ausgelegt ist.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß während eines ersten Zeitabschnittes innerhalb der kurzen Unterbrechung der Flüssigkeitsaufgabe auf die Fallfilmkolonne (20, 50) ein erster Teil des Fallfilmkolonnen-Inhalts noch in die Ablaufleitung (30) gedrückt wird; daraufhin eine Umschaltung erfolgt; und während eines zweiten Zeitabschnittes innerhalb der kurzen Unterbrechung der Flüssigkeitsaufgabe auf die Fallfilmkolonne ein zweiter Teil des Fallfilmkolonnen-Inhalts in einen Behälter (70) geleitet wird.

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Sumpf (60) der Fallfilmkolonne (50) über eine Leitung (62) mit dem Behälter (70) verbindbar ist; in diese Leitung (62) ein Ventil (63) eingesetzt ist; und dieses Ventil (63) geöffnet wird, nachdem das in die Zulaufleitung (15''') zur Fallfilmkolonne (50) eingesezte Absperrventil (16) und das in der Ablaufleitung (30) eingesetzte Ventil (37) geschlossen ist.

10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß auch während des zweiten Zeitabschnittes die Einleitung von Treibdampf in den Sumpf (20, 60) der Fallfilmkolonne (20, 50) fortgesetzt wird.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß als Absperrventil (16) ein Schnellschaltventil dient.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß nach einem Chargenwechsel die, die Flüssigkeit führenden Anlagenteile neben der Fallfilmkolonne mit einem Inertgas freigeblasen werden.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß innerhalb des zweiten Zeitabschnittes die Ablaufleitung (30, 30', 30'', 30''') einschließlich der, die behandelte Fertig-Flüssigkeit führenden Rohrabschnitte (41, 41' oder 42, 42') des/der Doppelrohr-Wärmetauscher (40, 43) mit einem Inertgas freigeblasen werden.

Claims

1. Method of deodorizing and/or physical refining of high-boiling liquids that is fatty acids, edible oils, fats, glycerides and other high-boiling esters, boiling at a reduced pressure of 12 mbar higher than about 300°C, wherein the liquid being heated to a temperature of 180 to 280°C is continuously treated at a working pressure lower than 10 mbar with stripping steam within a single-stage or multi-stage falling-film column comprising trickle passage walls being maintained at a higher temperature than the down-flowing liquid film, and stripping steam being passed in counter-current flow through said trickle passages (23; 53, 55), characterized in that

deodorizing and/or physical refining of relatively small varying charges, comprising at least 5 tons and preferably about 20 to 50 tons of said liquid is effected by maintaining a plug-flow of said liquid in the supply conduit (15, 15', 15'', 15''') leading to the falling-film column and in the discharge conduit (30, 30', 30'', 30''') leading away from the bottom (26, 60) of the falling-film column;

in case of a change of charge the fresh liquid to be treated is normally introduced into the supply conduit — without any blank charge — directly following the liquid of the preceding charge; and

charging the liquid onto a deflector (22, 52) within a head (21, 51) of the falling-film column is interrupted for a short period of time after a leading front of the liquid of a fresh charge has reached a check valve (16) disposed adjacent said deflector.

2. Method as claimed in claim 1, characterized in that charging said liquid onto the deflector (22, 52) in the head (21, 51) of the falling-film column (20, 50) is interrupted for a period of four minutes or less after the front of the liquid of the fresh charge having reached a check valve (16) disposed adjacent said deflector.

3. Method as claimed in claim 1 or claim 2, characterized in that charging of said liquid onto the de-

flector (22, 52) in the head (21, 51) of the falling-film column (20, 50) is interrupted for a period of two minutes or less after the front of the liquid of the fresh charge having reached a check valve (16) disposed adjacent said deflector.

4. Method as claimed in anyone of the claims 1 to 3, wherein a heat exchange being effected by transferring at least part of the sensible heat of the treated finished hot liquid withdrawn from the falling-film column to the crude liquid to be treated, characterized in that said heat exchange being effected in one or several double-pipe heat exchangers (40, 43); and a plug-flow of said liquid is maintained both in the inner pipe (42, 42') and in the outer pipe (41, 41') of said double-pipe heat exchanger.

5. Method as claimed in anyone of the claims 1 to 4, characterized in that in order to ensure a plug-flow of said liquid in said supply conduit (15, 15', 15'', 15'''), in said discharge conduit (30, 30', 30'', 30''') and, if appropriate, in said tubes (41, 42; 41', 42') of the double-pipe heat exchangers (40, 43) a flow rate of said liquid of at least 1 m/s is maintained in said conduit(s) and in said tube(s).

6. Method as claimed in claim 5, characterized in that said flow rate of the liquid amounts at least 2 m/s.

7. Method as claimed in anyone of the claims 1 to 6, characterized in that each of the supply conduit (15, 15', 15'', 15''') and the discharge conduit (30, 30', 30'', 30''') having a diameter of 44 to 52 mm provided the falling-film column (20, 50) is designed for a feedrate of 8 to 10 tons of edible oil per hour.

8. Method as claimed in anyone of the claims 1 to 7, characterized in that during a first time interval within the short interruption of charging of liquid onto the falling-film column (20, 50) a first part of the content of the falling-film column is still forced into the discharge conduit (30); thereupon a change-over is effected; and during a second time interval within the short interruption of the charging of liquid onto the falling-film column a second part of the content of the falling-film column is passed into a vessel (70).

9. Method as claimed in anyone of the claims 1 to 8, characterized in that the bottom (60) of the falling-film column (50) may be connected via a conduit (62) with said vessel (70); a valve (63) being inserted in said conduit (62); and said valve (63) being opened after a check valve (16) inserted in a supply conduit (15''') leading to said falling-film column (50) has been closed and after a further valve (37) inserted in a discharge (30) has been closed.

10. Method as claimed in claim 8 or claim 9, characterized in that introduction of stripping steam into the bottom (26, 60) of the falling-film column (20, 50) is continued also during said second time interval.

11. Method as claimed in anyone of the claims 1 to 10, characterized in that said check valve (16) is a quick-operating valve.

12. Method as claimed in anyone of the claims 1 to 11, characterized in that following a change of charge the liquid-containing system parts adjacent the falling-film column being purged with an inert gas.

13. Method as claimed in anyone of the claims 8 to 12, characterized in that during said second time interval the discharge conduit (30, 30', 30'', 30''') including the tube sections (41, 41' or 42, 42') of the double-pipe heat exchanger(s) (40, 43) through which the treated finished liquid is passed, being purged with an inert gas.

Revendications

1. Procédé pour désodoriser et/ou neutraliser des liquides à point d'ébullition élevé, tels que acides gras, huiles alimentaires, matières grasses, glycérides et autres esters à point d'ébullition élevé, dont le point d'ébullition est supérieur à environ 300°C sous une pression absolue de 12 mbar, dans lequel le liquide chauffé à une température comprise entre 180°C et 280°C sous une pression de travail inférieure à 10 mbar est traité en continu au moyen d'un entraînement à la vapeur dans une colonne de ruissellement en film à un ou à plusieurs étages (20, 50), dont les parois formant canaux de ruissellement sont maintenues à une température supérieure à celle du film liquide qui ruisselle, et dans lequel on introduit dans ces canaux de ruissellement (23; 53, 55) un flux de vapeur à contre-courant, caractérisé en ce que:

pour désodoriser et/ou neutraliser des charges variables relativement petites comprenant au moins 5 T et de préférence de 20 à 50 T environ d'un liquide du type précité, on maintient un courant d'alimentation en liquide dans la conduite d'alimentation (15, 15', 15'', 15''') qui mène à la colonne de ruissellement en film et dans la conduite d'évacuation (30, 30', 30'', 30''') qui part du collecteur (26, 60) au pied de la colonne de ruissellement en film;

lors d'un changement de charge, et dans le cas où on assure une régulation, on introduit dans la conduite d'alimentation le nouveau liquide à traiter — sans charge de marche à vide — directement à la suite du liquide de la charge précédente; et

on interrompt l'alimentation en liquide du répartiteur (22, 52) situé à la partie supérieure (21, 51) de la colonne de ruissellement en film pendant un court laps de temps après que le front avant du liquide de la nouvelle charge ait atteint une soupape d'arrêt (16) située au voisinage de ce répartiteur.

2. Procédé conforme à la revendication 1, caractérisé en ce que l'on interrompt l'alimentation en liquide du ruissellement (22, 52) situé à la partie supérieure (21, 51) de la colonne de ruissellement en film (20, 50) pendant quatre minutes ou moins de quatre minutes après que le front avant du liquide de la nouvelle charge ait atteint une soupape d'arrêt (16) située au voisinage de ce répartiteur.

3. Procédé conforme à l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que l'on interrompt l'alimentation en liquide du répartiteur (22, 52) situé à la partie supérieure (21, 51) de la colonne de ruissellement en film (20, 50) pendant deux minutes ou moins de deux minutes après que le front avant du liquide de la nouvelle charge ait atteint une soupape d'arrêt (16) disposée au voisinage de ce répartiteur.

4. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 3, dans lequel le liquide final chaud, traité et soutiré

de la colonne de ruissellement en film transmet au moins partiellement sa chaleur sensible par échange thermique au liquide brut à traiter, caractérisé en ce que l'échange thermique s'opère dans un ou plusieurs échangeur(s) de chaleur (40, 43) à deux tubes, et en ce que l'on maintient un courant de remplissage du liquide aussi bien dans le tube intérieur (42) que dans le tube extérieur (41) de l'échangeur de chaleur à deux tubes.

5. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que, pour maintenir l'écoulement de remplissage du liquide dans la conduite d'alimentation (15, 15', 15'', 15'''), dans la conduite d'évacuation (30, 30', 30'', 30''') et le cas échéant dans les tubes (41, 42; 41', 42') des échangeurs de chaleur à deux tubes (40, 43), la vitesse d'écoulement du liquide atteint au moins 1 m/seconde.

6. Procédé conforme à la revendication 5, caractérisé en ce que la vitesse d'écoulement du fluide atteint au moins 2 m/seconde.

7. Procédé conforme à l'une des revendications 5 ou 6, caractérisé en ce que l'on a prévu pour la conduite d'alimentation (15, 15', 15'', 15''') et la conduite d'évacuation (30, 30', 30'', 30''') des tubes d'un diamètre de 44 à 52 mm, dans la mesure où la colonne de ruissellement en film (20, 50) est dimensionnée pour un débit de 8 à 10 tonnes/heure d'huile alimentaire.

8. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que, pendant un premier intervalle de temps compris dans la période de courte interrumption de l'alimentation en liquide de la colonne de ruissellement en film (20, 50), une première partie du contenu de la colonne de ruissellement est encore poussée dans la conduite d'évacuation (30), en ce qu'il se produit après cela une commutation, et en ce que pendant un deuxième intervalle de temps compris dans la période de courte interruption de l'alimentation en liquide de la colonne de ruissellement en film, une deuxième partie du contenu de la colonne de ruissellement en film est dirigée dans un réservoir (70).

9. Procédé conforme à la revendication 8, caractérisé en ce que le collecteur (60) au pied de la colonne de ruissellement en film (50) est susceptible d'être relié au réservoir (70) par une conduite (62), en ce qu'une soupape (63) est placée sur cette conduite (62), et en ce que l'on ouvre cette soupape (63) après avoir fermé la soupape d'arrêt (16) placée sur la conduite d'alimentation (15''') de la colonne (50) et la soupape (37) placée sur la conduite d'évacuation (30).

10. Procédé conforme à l'une des revendications 8 ou 9, caractérisé en ce que l'on continue également à introduire un flux de vapeur dans le collecteur (26, 60) au pied de la colonne (20, 50) pendant le second intervalle de temps.

11. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce qu'une soupape à action rapide sert de vanne d'arrêt (16).

12. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que, après un changement de charge, on souffle un gaz inerte dans les parties de l'installation proches de la colonne pour évacuer le liquide qu'elles transportent.

13. Procédé conforme à l'une des revendications 1 à 12, caractérisé en ce que, pendant le deuxième intervalle de temps, on souffle un gaz interte dans la conduite d'évacuation (30, 30', 30'', 30'''), y compris les tronçons de tubes (41, 41' ou 42, 42'), qui transportent le liquide final traité, du ou des échangeur(s) de chaleur (40, 43) à deux tubes, pour évacuer ledit liquide.

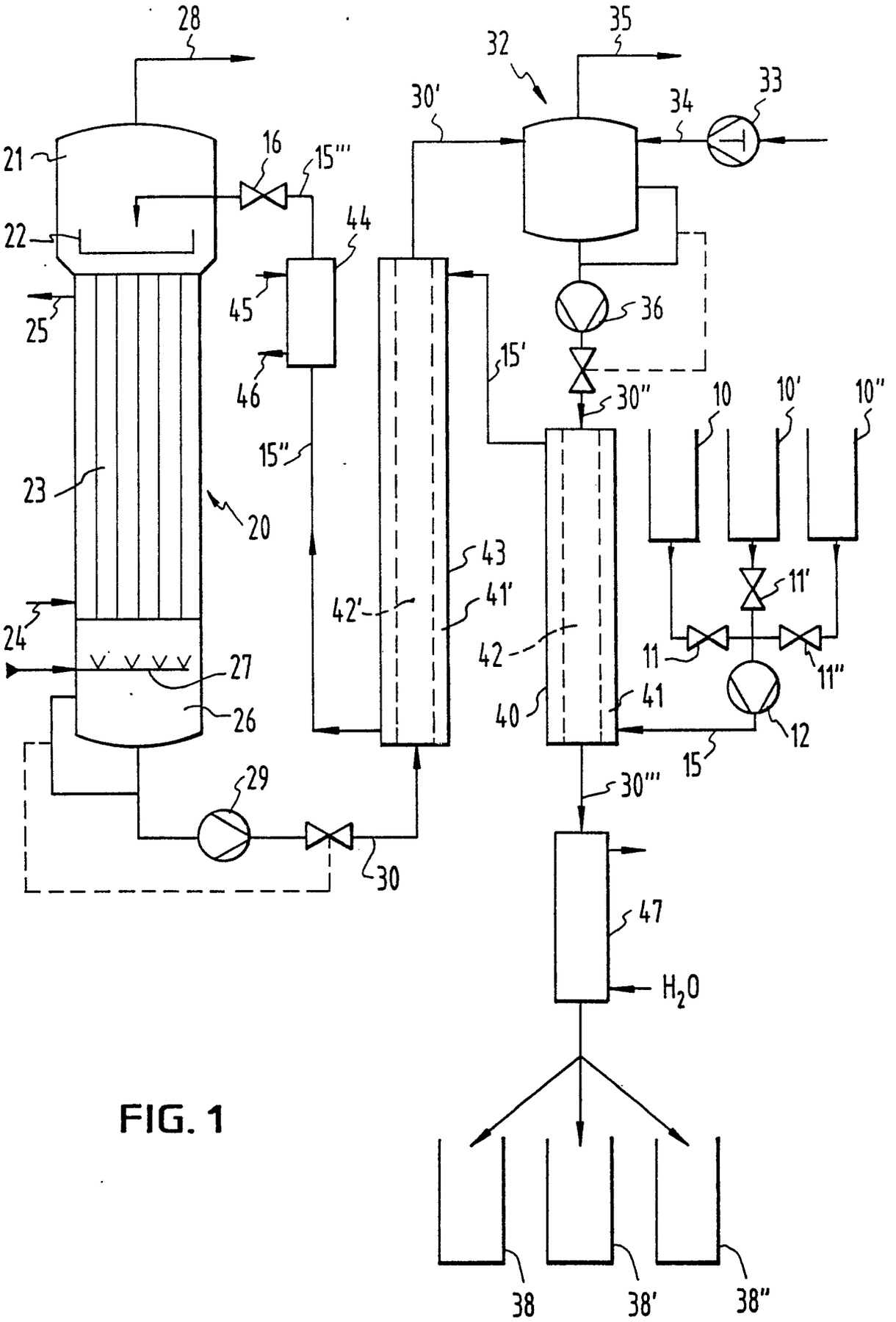
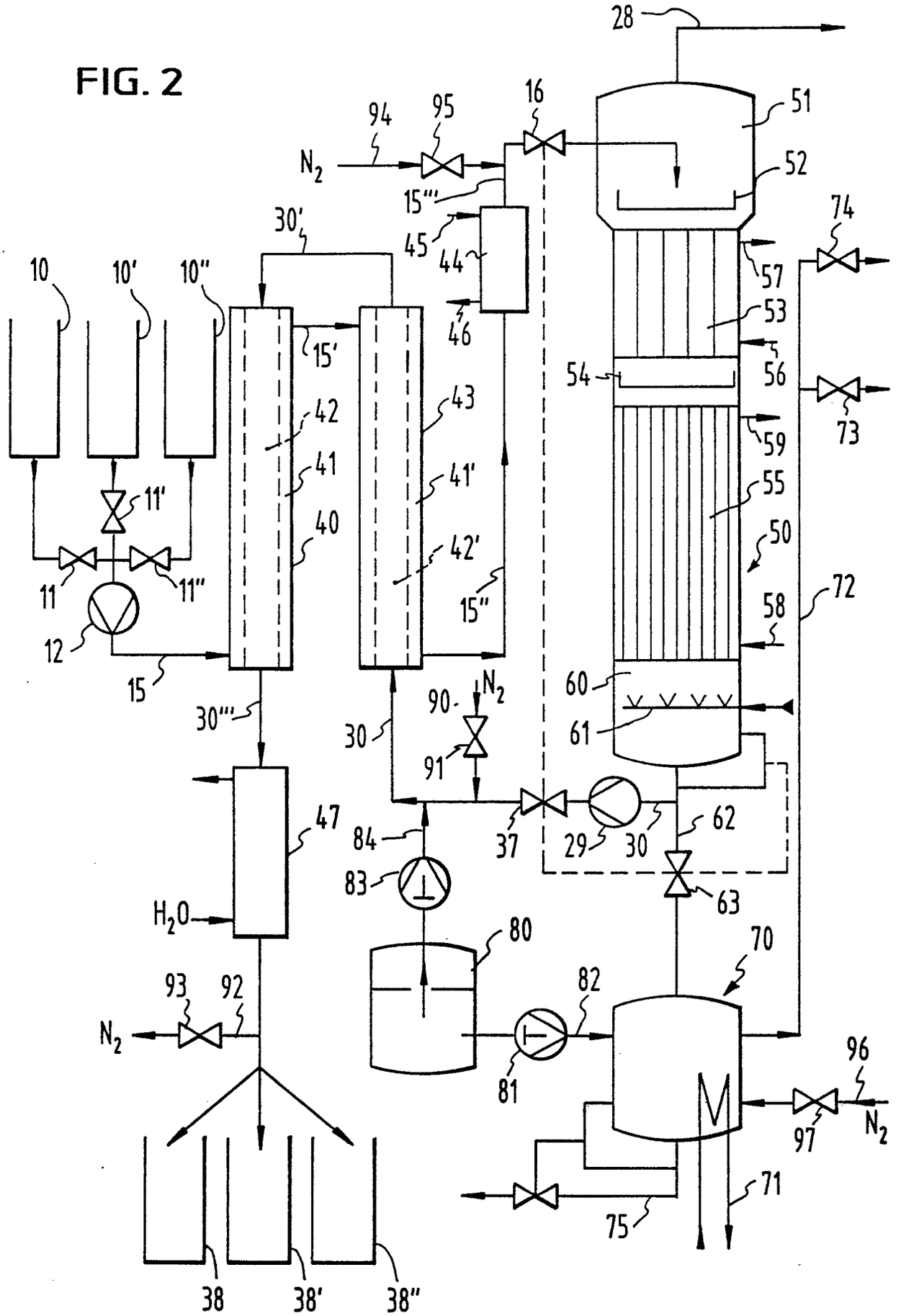

28
35
32
30'
34
33
21
16
15''''
22
44
45
25
46
36
15'
30''
10
10'
10''
15''
23
20
43
42'
41'
11'
24
42
11
11''
27
41
40
26
12
15
30'''
29
30
47
H_2O
38
38'
38''

FIG. 1

FIG. 2


28
51
52
16
94
95
N_2
15'''
30'
45
44
46
74
57
53
56
54
73
59
55
50
58
72
10
10'
10''
15'
42
43
41
41'
40
42'
11'
11
11''
12
15
15''
30'''
30
90
N_2
91
60
61
47
84
37
29
30
62
83
63
H_2O
80
70
93
92
82
N_2
81
96
97
N_2
71
75
38
38'
38''