



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 602 18 834 T2** 2007.10.31

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 383 854 B1**

(51) Int Cl.⁸: **C11B 7/00** (2006.01)

(21) Deutsches Aktenzeichen: **602 18 834.2**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US02/08708**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **02 715 176.0**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2002/086039**

(86) PCT-Anmeldetag: **21.03.2002**

(87) Veröffentlichungstag

der PCT-Anmeldung: **31.10.2002**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **28.01.2004**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **14.03.2007**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **31.10.2007**

(30) Unionspriorität:

285464 P 20.04.2001 US

(84) Benannte Vertragsstaaten:

BE, DE, FR, GB, IT, NL

(73) Patentinhaber:

Dow Global Technologies, Inc., Midland, Mich., US

(72) Erfinder:

LYSENKO, Zenon, Midland, MI 48640, US; KATTI, Sanjeev S., Midland, MI 48640, US; STRINGFIELD, Richard, Midland, MI 48640, US; GREGORY, Thomas, Midland, MI 48642, US; QUARDERER, George J., Midland, MI 48640, US

(74) Vertreter:

derzeit kein Vertreter bestellt

(54) Bezeichnung: **TRENNUNG VON MISCHUNGEN AUS PFLANZENÖL-TRIGLYCERIDEN DURCH FESTBETTADSORPTION**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents 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).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft die Trennung von Triglyceridmischungen, insbesondere aus Pflanzenölen erhältlichen Triglyceridmischungen, durch Festbettadsorption.

[0002] Aus Pflanzenölen wie zum Beispiel den Ölen der Pflanzen Rizinus, Vernonia und Lesquerella gewonnene Triglyceridfettsäureester können eine erneuerbare Quelle nicht auf Erdöl basierender chemischer Einsatzmaterialien bereitstellen. Aus Rizinusöl erhältliche ungesättigte, langkettige Fettsäureester, wie zum Beispiel die Glyceride von Rizinusölsäure, können mit niederen Olefinen wie Ethylen metathesiert werden, um kürzerkettige α -Olefine, wie zum Beispiel 4-Hydroxy-1-decen, und kürzerkettige α -Olefine mit endständigen Esterfunktionalitäten, wie zum Beispiel die endständigen Diglycerid- und Triglyceridester von α -Decenoat, zu produzieren. Der ungesättigte Ester kann oxidativ zu der entsprechenden α,ω -ungesättigten Carbonsäure abgebaut werden. α -Olefine und ester- oder säurefunktionalisierte α -Olefine finden als Monomere bei der Herstellung von Poly(olefinen) und als Kettenverlängerer bei hitzehärtbaren Kunststoffen Verwendung. Alternativ können α -Olefine in die entsprechenden α -Epoxide umgewandelt werden, die ebenfalls bei der Herstellung hitzehärtbarer Kunststoffe Verwendung finden. Bei den von Rizinusöl getrennten Triglyceriden können die entsprechenden Produkte der Metathese von α -Olefinen in Diepoxide und Triepoxide umgewandelt werden, die bei der Herstellung von Epoxidharzen von großem Nutzen sind.

[0003] Um den Vorteil von Pflanzenölen als erneuerbare Quelle chemischer Einsatzmaterialien für die Polymerindustrie zu erhalten, müssen die Pflanzenöle zunächst in im Wesentlichen reine Fraktionen der darin enthaltenen Triglyceridfettsäureester getrennt werden. In der Vergangenheit wurde zum Trennen der Mischungen mit adsorptiver Festbettchromatographie und Hochdruckflüssigkeitschromatographie gearbeitet. Typischerweise wird bei diesen Trennverfahren eine verdünnte Lösung einer Einsatzmischung auf eine Adsorptionsmittelschicht aufgebracht, und danach wird eine große Menge an desorbierendem Material unter Desorptionsbedingungen eluiert, die ausreichen, um die Bestandteile der Einsatzmischung zu trennen und einen im Wesentlichen reinen Strom jedes Bestandteils zu erhalten. Um einen hohen Grad der Trennung zu erreichen, wird das Adsorptionsmittel im Allgemeinen in einer geringen Teilchengröße bereitgestellt, typischerweise kleiner als etwa 30 Mikrometer (μm). Wenn bei einer großtechnischen Adsorptionsmittelschicht eine geringe Teilchengröße des Adsorptionsmittels verwendet wird, erzeugen die kleinen Teilchen nachteiligerweise einen signifikanten Druckabfall in der Adsorptionsmittelschicht, was zum Zusetzen, zur vorzeitigen Über-

sättigung des stromaufwärtigen Endes der Schicht und zu Strömungsproblemen führen kann. In einer weiteren Ausgestaltung des vorbekannten Verfahrens enthält die auf das Adsorptionsmittel aufgebraachte verdünnte Einsatzlösung typischerweise von etwa 0,1 bis etwa 10 Vol.-% Einsatzmischung, bezogen auf das Gesamtvolumen von Einsatzmischung und Lösungsmittel. Typischerweise ist auch das Volumenverhältnis von Desorptionsmittel zu Einsatzmischung größer als etwa 1000/1. Demzufolge erfordern diese herkömmlichen Adsorptionsschichtverfahren Geräte, die dazu ausgelegt sind, große Mengen an flüssigen Lösungsmitteln und Desorptionsmitteln zu verarbeiten. Verglichen mit der Menge an gewonnenem Extrakt ist eine solche Vorgehensweise aufwändig und kostspielig. Aufgrund dieser inhärenten Nachteile werden Adsorptionsschichtverfahren zum Trennen einer Einsatzmischung typischerweise im kleinen Rahmen eines Analyselabors durchgeführt, eignen sich aber nicht für großtechnische Verfahren.

[0004] Die US 4,770,819 offenbart ein Verfahren zum Trennen von Diglyceriden von Triglyceriden unter Verwendung eines Adsorptionsmittels aus einem durch Lithium-, Kalium- oder Wasserstoffionenaustausch hergestellten Omega-Zeolithen oder Siliciumdioxid. Es wird darin gelehrt, dass das Diglycerid bis zum weitgehenden Ausschluss des Triglycerids selektiv adsorbiert wird. Der Offenbarung zufolge hat das Adsorptionsmittel eine Teilchengröße im Bereich von etwa 16 bis etwa 60 US mesh (von etwa 1.305 Mikrometer (μm) bis etwa 250 μm). Außerdem wird erklärt, dass das Verfahren auf ein Strömungssystem mit Bewegtbett oder mit simuliertem Bewegtbett und auf Anlagen in einem kommerziellen Maßstab anwendbar ist. Die US 4,770,819 äußert sich nicht zur Trennung einer Mischung von Triglyceriden.

[0005] Die EP-A-0 062 114 lehrt ein Verfahren zum Fraktionieren einer Mischung von Triglyceridölen mit unterschiedlichen Iodzahlen, d.h. unterschiedlichem Grad der Ungesättigtheit, bei dem eine Lösung der besagten Mischung in einem Lösungsmittel mit Kieselgel in Kontakt gebracht wird, um Triglycerid einer höheren Iodzahl selektiv zu adsorbieren und eine mit einem Anteil mit niedrigerer Iodzahl angereicherte Fraktion in Lösung zu belassen, wobei die Lösung der mit einem Anteil an Triglycerid mit niedrigerer Iodzahl angereicherten Fraktion aus dem Kontakt mit dem beladenen Adsorptionsmittel entfernt wird, das beladene Adsorptionsmittel mit Lösungsmittel in Kontakt gebracht wird, um die Desorption des adsorbierten Triglycerids herbeizuführen und eine Lösung in dem Lösungsmittel der mit einem Anteil an Triglycerid mit höherer Iodzahl angereicherten Fraktion bereitzustellen, und wobei die Lösung der mit einem Anteil an Triglycerid mit höherer Iodzahl angereicherten Fraktion aus dem Kontakt mit dem Adsorptionsmittel entfernt wird.

[0006] Angesichts der obigen Ausführungen wäre es wünschenswert, ein Festbettadsorptionsverfahren zum Trennen von Mischungen von Triglyceriden, die vor allem aus Pflanzenölen wie zum Beispiel Rizinus-, Vernonia- und Lesquerella-Pflanzenölen gewonnen wurden, zu entdecken. Wünschenswerter wäre es, wenn ein solches Verfahren keine kleine Teilchengröße des Adsorptionsmittels erfordern würde, stattdessen aber ein akzeptables Maß an Trennung mit einer großen Teilchengröße des Adsorptionsmittels bereitstellen könnte, die für den Betrieb von großtechnischen Anlagen geeignet ist. Noch wünschenswerter wäre es, wenn bei einem solchen Verfahren im Vergleich zu vorbekannten Verfahren relativ geringe Mengen an Lösungsmittel und Desorptionsmittel verwendet würden, was bewirken würde, dass Größe, Komplexität und Kosten der für das Verfahren erforderlichen Geräte verringert werden. Schließlich wäre es höchst wünschenswert, wenn die Trennung effizient ist, so dass man im Wesentlichen reine Fraktionen der Triglyceridbestandteile der Mischung erhält. Ein Festbettadsorptionsverfahren mit all den oben genannten Eigenschaften könnte in vorteilhafter Weise eingesetzt werden, um im Wesentlichen reine Fraktionen nützlicher Fettsäureester aus Pflanzenölen zu erhalten, womit diese Öle zu einer guten Quelle für erneuerbare, nicht auf Erdöl basierende chemische Einsatzmaterialien werden.

Zusammenfassung der Erfindung

[0007] Die vorliegende Erfindung stellt ein neues Verfahren zum Trennen einer Mischung von aus Pflanzenölen erhältlichen Triglyceridestern bereit. Bei dem Verfahren wird ein Samenöl, dessen Fettsäurezusammensetzung vorwiegend eine aus Rizinusöl-, Vernol- und Lesquerolsäure ausgewählte Hauptfettsäure umfasst, unter Adsorptionsbedingungen mit einem Adsorptionsmittel in einem Bett in Kontakt gebracht, wobei das Adsorptionsmittel eine Teilchengröße größer als etwa 40 µm hat. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird ein erstes Triglyceridprodukt, das dadurch gekennzeichnet ist, dass es drei Fettsäuren hat, die jeweils mit der Hauptfettsäure in dem Öl identisch sind, im Vergleich zu einem zweiten Triglyceridprodukt selektiver durch das Adsorptionsmittel adsorbiert. Das zweite Triglyceridprodukt ist dadurch gekennzeichnet, dass dabei zwei, eine oder gar keine Fettsäure mit der Hauptfettsäure in dem Öl identisch ist. Das zweite Triglyceridprodukt wird vor dem ersten Triglyceridprodukt entfernt, indem aus dem Adsorptionsmittel ein Raffinatstrom abgezogen wird, der vorwiegend das zweite Triglyceridprodukt umfasst, wonach ein gereinigtes zweites Triglyceridprodukt aus dem Raffinatstrom erhalten werden kann. Nach dem Abziehen des zweiten Triglyceridprodukts wird das erste Triglyceridprodukt desorbiert. Die Desorption des ersten Triglyceridprodukts erfolgt dadurch, dass das Adsorptionsmittel, welches

das erste Triglyceridprodukt enthält, unter Desorptionsbedingungen, die ausreichen, um einen vorwiegend das erste Triglyceridprodukt und Desorptionsmittel umfassenden Extraktstrom zu liefern, aus dem ein gereinigtes erstes Triglyceridprodukt erhalten werden kann, mit einem Desorptionsmittel in Kontakt gebracht wird. Die Begriffe "Desorptionsmittel", "Raffinatstrom" und "Extraktstrom" sowie weitere im Zusammenhang mit dieser Erfindung verwendete Fachausdrücke werden nachfolgend im Einzelnen definiert und beschrieben.

[0008] Bei dem einzigartigen Verfahren dieser Erfindung wird ein Samenöl aus einer Mischung von Triglyceridestern, die zum Beispiel aus den Pflanzen Rizinus, Vernonia und Lesquerella erhältlich sind, in zwei gereinigte Triglyceridfraktionen getrennt. Vorteilhafterweise wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren eine große Teilchengröße des Adsorptionsmittels verwendet, so dass das Verfahren ohne einen unerwünschten Druckabfall in der Adsorptionsmittelschicht in großtechnischen Anlagen eingesetzt werden kann. In bevorzugten Ausführungsformen wird durch das erfindungsgemäße Verfahren in vorteilhafter Weise eine hohe Konzentration von Einsatzöl auf die Adsorptionsmittelschicht aufgebracht, was die beim Aufbringen des Einsatzmaterials auf die Schicht benötigte Menge an Lösungsmittel reduziert. In noch vorteilhafterer Weise kann das erfindungsgemäße Verfahren in einer für großtechnische Anwendungen bestimmten Ausführungsform im Vergleich zu vorbekannten Verfahren mit einer minimalen Desorptionsmittelströmung arbeiten. Durch den Einsatz einer minimalen Lösungsmittel- und Desorptionsmittelströmung wird die Größe der erforderlichen Geräte, ihre Kosten und die Komplexität der Verarbeitung der flüssigen Phasen in vorteilhafter Weise verringert. Alle oben genannten Vorteile machen das erfindungsgemäße Verfahren besser geeignet für großtechnische Trennvorgänge. Demzufolge ermöglicht der hierin beschriebene Prozess ein attraktives Verfahren zur Gewinnung gereinigter, bei Polymeranwendungen nützlicher Triglyceride aus Pflanzenölen, die eine erneuerbare Quelle für nicht auf Erdöl basierende chemische Einsatzmaterialien sind.

Kurze Beschreibung der Zeichnungen

[0009] [Fig. 1](#) ist eine chromatographische Spur eines Ausgangs eines Brechungsindexdetektors als Funktion der Zeit für einen in Beispiel 1 beschriebenen Stoßversuch, wobei die Trennung von Rizinusöl auf Siliciumdioxid mit einem Ethylacetat und n-Hexan umfassenden Desorptionsmittel veranschaulicht wird.

[0010] [Fig. 2](#) ist eine detaillierter dargestellte chromatographische Spur eines Ausgangs eines Brechungsindexdetektors als Funktion der Zeit für die vierte Injektion von Beispiel 1.

Ausführliche Beschreibung der Erfindung

[0011] Bei dem neuen Verfahren dieser Erfindung wird ein Samenöl aus einer Mischung von Triglyceriden nach einem Festbettadsorptionsverfahren in zwei gereinigte Triglyceridfraktionen getrennt. Bei dem neuen Verfahren wird ein Samenöl, dessen Fettsäurezusammensetzung vorwiegend eine aus Rizinusölsäure, Vernolsäure und Lesquerölsäure ausgewählte Hauptfettsäure umfasst, unter Adsorptionsbedingungen mit einem Adsorptionsmittel in einem Bett in Kontakt gebracht, wobei das Adsorptionsmittel eine Teilchengröße größer als etwa 40 µm hat. Der Begriff "vorwiegend" soll in diesem Fall größer als etwa 50 Gew.-% bedeuten, bezogen auf das Gesamtgewicht der Fettsäuren. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird ein erstes Triglyceridprodukt (homogenes Produkt), das dadurch gekennzeichnet ist, dass es drei Fettsäuren aufweist, die jeweils mit der Hauptfettsäure in dem Öl identisch sind, im Vergleich zu einem zweiten Triglyceridprodukt selektiv adsorbiert. Das zweite Triglyceridprodukt (heterogenes Produkt) ist dadurch gekennzeichnet, dass es entweder zwei, eine oder gar keine Fettsäure aufweist, die mit der Hauptfettsäure in dem Öl identisch ist. Bei einer bevorzugten Ausführungsform ist das zweite Triglyceridprodukt dadurch gekennzeichnet, dass es zwei Fettsäuren aufweist, die mit der Hauptfettsäure in dem Öl identisch sind, und eine dritte Fettsäure, die aus jeder beliebigen Fettsäure in dem Öl mit Ausnahme der Hauptfettsäure ausgewählt ist. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird das zweite Triglyceridprodukt vor dem ersten Triglyceridprodukt entfernt, indem ein vorwiegend das zweite Triglyceridprodukt umfassender Raffinatstrom von dem Adsorptionsmittel abgezogen wird, wie nachfolgend beschrieben. Falls gewünscht, kann man dann das zweite Triglyceridprodukt in im Wesentlichen reiner Form aus dem Raffinatstrom erhalten. Nach dem Abziehen des Raffinatstroms wird das erste Triglyceridprodukt desorbiert, indem das erste Triglyceridprodukt enthaltende Adsorptionsmittel unter Desorptionsbedingungen, die ausreichen, um einen vorwiegend das erste Triglyceridprodukt und Desorptionsmittel umfassenden Extraktstrom zu liefern, mit einem Desorptionsmittel in Kontakt gebracht wird, wie nachfolgend beschrieben. Falls gewünscht, kann ein im Wesentlichen reines erstes Triglyceridprodukt aus dem Extraktstrom erhalten werden.

[0012] Bei einer bevorzugten Ausführungsform dieser Erfindung wird ein Samenöl mit einer Fettsäurezusammensetzung, die mehr als etwa 50 Gew.-% Rizinusölsäure umfasst, die aus den Samen von Rizinuspflanzen erhältlich ist, nach einem Festbettadsorptionsverfahren in zwei im Wesentlichen reine Triglyceridfraktionen getrennt, wobei es sich hier um Triricinolein und Diricinolein handelt. Triricinolein wird aus drei Rizinusölfettsäuremolekülen gewonnen; Diricinolein dagegen wird aus zwei Rizinusölfettsäure-

molekülen und einem dritten Fettsäuremolekül gewonnen, das aus jeder beliebigen in dem Rizinusöl vorhandenen Fettsäure mit Ausnahme von Rizinusölsäure ausgewählt ist. Bei dieser bevorzugten Ausführungsform wird bei dem Verfahren das oben genannte, aus der Rizinuspflanze erhältliche Samenöl unter Adsorptionsbedingungen mit einem Adsorptionsmittel in einem Bett in Kontakt gebracht, wobei das Adsorptionsmittel eine Teilchengröße größer als etwa 40 µm hat. Bei dieser bevorzugten Ausführungsform wird Triricinolein im Vergleich zu Diricinolein selektiv adsorbiert. Demzufolge wird Diricinolein vor Triricinolein entfernt, indem ein vorwiegend Diricinolein umfassender Raffinatstrom aus dem Adsorptionsmittel abgezogen wird. Gewünschtenfalls kann man dann das Diricinolein in im Wesentlichen reiner Form aus dem Raffinatstrom erhalten. Nach dem Abziehen des Raffinatstroms wird das Triricinolein desorbiert, indem das Triricinolein enthaltende Adsorptionsmittel unter Desorptionsbedingungen, die ausreichen, um einen vorwiegend Triricinolein und Desorptionsmittel umfassenden Extraktstrom zu liefern, mit einem Desorptionsmittel in Kontakt gebracht wird. Gewünschtenfalls kann man ein im Wesentlichen reines Triricinolein aus dem Extraktstrom erhalten.

[0013] Bei einer weiteren bevorzugten Ausführungsform dieser Erfindung hat das Adsorptionsmittel eine Teilchengröße größer als etwa 70 µm (210 US mesh). Bei einer mehr bevorzugten Ausführungsform ist das Adsorptionsmittel Siliciumdioxid mit einer Teilchengröße größer als etwa 70 µm (211 US mesh) und kleiner als etwa 800 µm (22 US mesh). Bei noch einer weiteren bevorzugten Ausführungsform dieser Erfindung wird das Verfahren in einem Strömungssystem mit Bewegtbett oder mit simuliertem Bewegtbett durchgeführt, wie nachfolgend erläutert.

[0014] Wie oben beschrieben umfasst diese Erfindung die Trennung eines Samenöls in Triglyceridprodukte. Ein Produkt ist ein Triglycerid mit drei Fettsäuren, die mit dem Hauptfettsäurebestandteil des Samenöls identisch sind. Das zweite Produkt ist ein Triglycerid mit zwei, einer oder gar keiner mit dem Hauptfettsäurebestandteil des Einsatzöls identischen Fettsäure. Bei einer bevorzugten Ausführungsform hat das zweite Triglyceridprodukt zwei Fettsäuren, die mit dem Hauptfettsäurebestandteil des Samenöls identisch sind, und eine dritte Fettsäure, die aus jeder beliebigen in dem Samenöl vorhandenen Fettsäure mit Ausnahme der Hauptfettsäure ausgewählt ist. Nach einem verwandten Konzept dieser Erfindung kann die Trennung ebenfalls erfolgen, wenn das zweite Produkt ein Triglycerid ist, das nur eine mit dem Hauptfettsäurebestandteil des Samenöls identische Fettsäure sowie zwei Fettsäuren hat, die jeweils einzeln aus in dem Samenöl vorhandenen Fettsäuren mit Ausnahme der Hauptfettsäure ausgewählt sind. Nach einem weiteren verwandten Konzept dieser Erfindung kann die Trennung ebenfalls erfolgen,

wenn das zweite Produkt ein Triglycerid mit drei Fettsäuren ist, die jeweils einzeln aus jeder beliebigen in dem Samenöl vorhandenen Fettsäure mit Ausnahme der Hauptfettsäure ausgewählt sind. Bei dieser alternativen Ausführungsform enthält das zweite Triglyceridprodukt keine Hauptfettsäure. Die Erfindung wird nun im Folgenden für die spezielle Anwendung beschrieben, bei der ein Samenöl in ein erstes Triglyceridprodukt mit drei mit der Hauptfettsäure identischen Fettsäuren und in ein zweites Triglyceridprodukt mit zwei mit der Hauptfettsäure identischen Fettsäuren und einer dritten Fettsäure getrennt wird, die aus jeder beliebigen in dem Samenöl vorhandenen Fettsäure mit Ausnahme der Hauptfettsäure ausgewählt ist. Aufgrund der hier vorliegenden ausführlichen Beschreibung wird ein Fachmann ohne weiteres erkennen, wie das erfindungsgemäße Verfahren durchzuführen ist, um ein erstes Triglyceridprodukt mit drei mit der Hauptfettsäure identischen Fettsäuren und ein zweites Triglyceridprodukt mit nur einer Hauptfettsäure oder mit keiner Hauptfettsäure zu trennen.

[0015] Das bei dem erfindungsgemäßen Verfahren verwendete Samenöl kann jedes beliebige Samenöl sein, dessen Fettsäurezusammensetzung vorwiegend eine aus Rizinusölsäure, Vernolsäure und Lesquerolsäure ausgewählte Hauptfettsäure umfasst. Wie bereits angemerkt, bedeutet der Begriff "vorwiegend" in diesem Fall mehr als etwa 50 Gew.-% der Hauptfettsäure. Vorzugsweise umfasst die Fettsäurezusammensetzung des Samenöls mehr als etwa 70 Gew.-% einer aus Rizinusölsäure, Vernolsäure und Lesquerolsäure ausgewählten Hauptfettsäure und mehr bevorzugt mehr als etwa 85 Gew.-% einer aus Rizinusölsäure, Vernolsäure und Lesquerolsäure ausgewählten Hauptfettsäure. Typischerweise gehören die aus den Pflanzen Rizinus, Vernonia und Lesquerella erhaltenen Samenöle zu den Samenölen, die diesem Kriterium genügen. Diese Pflanzen werden gezüchtet und sind auch in der Natur zu finden, insbesondere in tropischen Gegenden in Indien und Afrika. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren kann jede beliebige Sorte dieser Öle verwendet werden, einschließlich Rohöle sowie Öle, die raffiniert, gebleicht und/oder desodoriert wurden.

[0016] Genauer gesagt umfasst Rizinusöl eine Mischung von zwei Arten von Triglyceriden, die jeweils aus der Kondensation von Glycerol, einem dreiwertigen Alkohol, mit drei Fettsäuren gewonnen wurden. In einem der Triglyceridbestandteile, "Triricinolein", ist Glycerol mit drei Molekülen von Rizinusölsäure (12-Hydroxy-cis-9-octadecansäure) verestert, die in diesem Fall die Hauptfettsäure ist. In dem zweiten Triglyceridbestandteil "Diricinolein" ist Glycerol mit zwei Molekülen von Rizinusölsäure verestert. Die dritte Hydroxylfunktionalität in Diricinolein ist mit einer beliebigen anderen, typischerweise in Rizinusöl vorhandenen Fettsäure mit Ausnahme von Rizinusölsäure verestert. Die dritte Fettsäure ist vorzugsweise

ausgewählt aus Ölsäure und Palmitinsäure. Eine typische Rizinusölsäurezusammensetzung umfasst Folgendes: von etwa 85 bis etwa 90 Gew.-% Rizinusölsäure; von etwa 3 bis etwa 5 Gew.-% Linolensäure; von etwa 2 bis etwa 5 Gew.-% Ölsäure; von etwa 1 bis etwa 3 Gew.-% Palmitinsäure; von etwa 1 bis etwa 2 Gew.-% Stearinsäure; und etwa 1 ($\pm 0,3$) Gew.-% Dihydroxystearinsäure. Rizinusöl kann man aus den Bohnen der Rizinuspflanze (*Ricinus communis*) gewinnen.

[0017] Vernoniaöl umfasst ebenfalls eine aus Glycerol und Fettsäuren gewonnene Mischung von Triglyceriden mit der folgenden typischen Zusammensetzung: von etwa 60 bis etwa 77 Gew.-% Vernolsäure; von etwa 0,1 bis etwa 0,4 Gew.-% Linolensäure; von etwa 9 bis etwa 13 Gew.-% Linolsäure; von etwa 4 bis etwa 20 Gew.-% Ölsäure; und von etwa 2 bis etwa 4 Gew.-% Stearinsäure. In Vernoniaölen stammt ein Triglycerid von drei Vernolsäuremolekülen (12,3-Epoxy-cis-9-octadecansäure), in diesem Fall die Hauptfettsäure. Ein zweites Triglycerid in Vernoniaöl enthält zwei Vernolsäuren und eine dritte, aus beliebigen anderen in Vernoniaöl vorhandenen Fettsäuren mit Ausnahme von Vernolsäure erhaltene Fettsäure. Vernoniaöl kann man aus mehreren Pflanzenarten einschließlich zum Beispiel Vernonia hymenolepsis, Vernonia galimensis, Stokesia lavis und Euphorbia lagasae gewinnen.

[0018] In gleicher Weise umfassen Lesquerellaöle eine aus Glycerol und Fettsäuren gewonnene Mischung von Triglyceriden mit der folgenden typischen Zusammensetzung: von etwa 10 bis etwa 75 Gew.-% Lesquerolsäure; von etwa 1 bis etwa 13 Gew.-% Linolensäure; von etwa 3 bis etwa 8 Gew.-% Linolsäure; von etwa 11 bis etwa 27 Gew.-% Ölsäure; von etwa 1 bis etwa 6 Gew.-% Stearinsäure; und von etwa 1 bis etwa 6 Gew.-% Palmitinsäure. Insbesondere werden bei dem erfindungsgemäßen Verfahren Lesquerellaöle verwendet, die mehr als etwa 50 Gew.-% Lesquerolsäure enthalten. Ein in Lesquerellaöl vorhandenes Triglycerid stammt aus drei Molekülen Lesquerolsäure (14-Hydroxy-cis-11-eicosensäure), die in diesem Fall die Hauptsäure ist. Das zweite in Lesquerellaöl vorhandene Triglycerid enthält zwei Lesquerolsäuren und eine dritte, aus beliebigen anderen in dem Öl vorhandenen Fettsäuren ausgewählte Fettsäure mit Ausnahme von Lesquerolsäure. Lesquerellaöl kann man aus mehreren Pflanzenarten einschließlich zum Beispiel *L. densipila* und *L. fendleri* gewinnen.

[0019] In der folgenden ausführlicheren Beschreibung der Erfindung wird eine Vielzahl von Begriffen verwendet, die nachfolgend der Klarheit halber definiert werden. Der Begriff "Einsatzmischung" bezeichnet ein Samenöl, das eine Mischung von Triglyceriden umfasst, aus denen mindestens ein Extraktbestandteil und ein Raffinatbestandteil gewonnen wer-

den können, wie nachfolgend angemerkt. Wie oben beschrieben, soll die Fettsäurezusammensetzung des Samenöls außerdem mehr als etwa 50 Gew.-% einer aus Rizinusölsäure, Vernolsäure und Lesquerolsäure ausgewählten Hauptfettsäure umfassen. Der Begriff "Einsatzstrom" bezeichnet einen Strom, der ein Samenöl umfasst, das bei diesem Verfahren dem Adsorptionsmittel zugeführt wird. Ein "Extraktbestandteil" bezeichnet einen Bestandteil der Einsatzmischung, der von dem Adsorptionsmittel selektiv adsorbiert wird, während ein "Raffinatbestandteil" einen Bestandteil der Einsatzmischung bezeichnet, der von dem Adsorptionsmittel weniger selektiv adsorbiert wird. Diese Definitionen der Extrakt- und Raffinatbestandteile entsprechen der allgemeinen chemischen Lexikographie, wobei ein "Extrakt" definiert ist als Lösung, die einen extrahierten gelösten Stoff enthält, und ein "Raffinat" ist definiert als verbleibende Einsatzlösung, nachdem ein oder mehr Bestandteile durch Extraktion entfernt wurden. (Siehe zum Beispiel Chemical Engineer's Handbook, 5. Auflage, von Robert H. Perry, McGraw-Hill Book Company, 1973, Kapitel 15, S. 2.) Demzufolge ist bei dem erfindungsgemäßen Verfahren der Extraktbestandteil das erste Triglyceridprodukt (homogenes Triglycerid), das dadurch gekennzeichnet ist, dass es drei mit der Hauptfettsäure in dem Öl identische Fettsäuren aufweist. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren ist der Raffinatbestandteil vorzugsweise das zweite Triglyceridprodukt (heterogenes Triglycerid), das dadurch gekennzeichnet ist, dass es zwei mit der Hauptfettsäure in dem Öl identische Fettsäuren und eine aus beliebigen anderen Fettsäuren in dem Öl mit Ausnahme der Hauptfettsäure ausgewählte dritte Fettsäure aufweist. Der Begriff "Extraktstrom" bezeichnet einen Strom, durch den der Extraktbestandteil, der desorbiert wurde, aus dem Adsorptionsmittel entfernt wird. Der Begriff "Raffinatstrom" bezeichnet einen Strom, durch den der Raffinatbestandteil aus dem Adsorptionsmittel entfernt wird. Der Begriff "desorbierendes Material" bezeichnet allgemein eine oder mehrere flüssige Verbindungen, die in der Lage sind, einen Extraktbestandteil aus dem Adsorptionsmittel zu desorbieren. Der Begriff "Desorptionsmittelzustrom" bezeichnet den Strom, durch den das Desorptionsmittel in das Adsorptionsmittel gelangt. Da Extraktstrom und Raffinatstrom eine gewisse Menge an desorbierendem Material enthalten werden, ist es typischerweise der Fall, dass Extrakt- und Raffinatstrom einzeln einem Trennverfahren unterzogen werden, wie zum Beispiel einer fraktionierten Destillation, um das desorbierende Material zu entfernen und im Wesentlichen reine Triglyceridfraktionen zu erhalten. Demzufolge bezeichnen die Begriffe "Extraktprodukt" und "Raffinatprodukt" die Produkte, hierin das erste bzw. zweite Triglyceridprodukt, die erzeugt werden, wenn das Desorptionsmittel aus dem Extraktstrom und dem Raffinatstrom entfernt wird. Alternativ können der Extraktstrom und der Raffinatstrom bei nachgeschalteten Vorgängen direkt verwendet wer-

den, ohne dass das Desorptionsmittel entfernt wird und ohne dass die gereinigten Extrakt- und Raffinatprodukte isoliert werden.

[0020] Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren kann das eine Mischung von Triglyceriden umfassende Samenöl als klare Flüssigkeit auf das Adsorptionsmittel aufgebracht werden. Falls gewünscht, kann das Öl alternativ in Lösung auf das Adsorptionsmittel aufgebracht werden. Wenn eine Lösung verwendet wird, dann kann jedes beliebige Lösungsmittel verwendet werden, vorausgesetzt, bestimmte Kriterien werden allgemein erfüllt. Genauer gesagt sollte das Lösungsmittel in der Lage sein, das Öl zu einer homogenen Lösung zu lösen. Außerdem sollte das Lösungsmittel im Wesentlichen inert, d.h. im Wesentlichen nicht reaktionsfähig mit einem der Ölbestandteile sein. Das Lösungsmittel sollte außerdem das Trennverfahren nicht stören; zum Beispiel sollte sich das Lösungsmittel nicht selektiv in einer Weise an das Adsorptionsmittel binden, dass das Lösungsmittel die Adsorption des Extraktbestandteils durch das Adsorptionsmittel im Wesentlichen blockiert. Da es außerdem wünschenswert sein kann, dass das Lösungsmittel aus dem Raffinatstrom und dem Extraktstrom entfernt wird, kann das Lösungsmittel so ausgewählt werden, dass es durch einfache herkömmliche Verfahren, zum Beispiel durch fraktionierte Destillation, leicht von dem Raffinatstrom und dem Extraktstrom zu trennen ist. Lösungsmittel, die typischerweise diese Eigenschaften besitzen, sind ohne Einschränkung aliphatische Kohlenwasserstoffe, wie zum Beispiel Pentan, Hexan, Heptan, Cyclohexan und Octan, einschließlich der verschiedenen Isomere davon; aromatische Kohlenwasserstoffe, wie zum Beispiel Benzol und Toluol, und Ethylbenzen; chlorierte Aliphaten und Aromaten, wie zum Beispiel Methylenchlorid, Chloroform und Chlorbenzol; polare Lösungsmittel einschließlich Alkohole, wie zum Beispiel Methanol, Ethanol, Isopropanol, Butanol, Amylalkohol und Glycole; Ester, wie zum Beispiel Ethylacetat und Butylacetat; Ether, wie zum Beispiel Diethylether und Diisopropylether; und Ketone, wie zum Beispiel Aceton und Methylethylketon, und dergleichen. Mischungen eines der oben genannten Lösungsmittel, vorzugsweise Mischungen von unpolaren und polaren Lösungsmitteln, können ebenfalls verwendet werden und können bevorzugt sein, weil Fettsäuretriglyceridester sowohl unpolare als auch polare Bestandteile haben. Mehr bevorzugt ist das Lösungsmittel eine Mischung eines aliphatischen C_{1-10} -Kohlenwasserstoffs und eines C_{1-6} -Acetats, noch mehr bevorzugt eine Mischung von n-Hexan und Ethylacetat.

[0021] Wenn eine Mischung von Lösungsmitteln verwendet wird, dann können die relativen Mengen von Lösungsmitteln in der Lösungsmittelmischung veränderlich sein, solange die Lösungsmittelmischung die zuvor genannten Attribute besitzt und be-

wirkt, dass die Einsatzmischung dem Adsorptionsmittel zugeführt wird. Die tatsächlich verwendeten Mengen der Lösungsmittelbestandteile können je nach den speziell verwendeten Lösungsmitteln und der speziell verwendeten Einsatzmischung variieren. In einem System aus zwei Lösungsmitteln kann zum Beispiel die Konzentration jedes Lösungsmittelbestandteils im Bereich von größer als etwa 0 bis kleiner als etwa 100 Vol.-% liegen und vorzugsweise im Bereich von größer als etwa 10 bis kleiner als etwa 90 Vol.-%. Ein Fachmann wird wissen, wie die relativen Mengen der Lösungsmittelbestandteile einzustellen sind, um die Löslichkeit der Einsatzmischung darin zu optimieren. Wenn ein Lösungsmittel oder eine Mischung von Lösungsmitteln verwendet wird, dann kann die Konzentration der Einsatzmischung in dem Lösungsmittel oder der Lösungsmittelmischung ebenfalls stark schwanken, vorausgesetzt, die Einsatzmischung wird dem Adsorptionsmittel in der gewünschten Weise zugeführt. Im Allgemeinen ist die Konzentration der Einsatzmischung in dem Lösungsmittel oder der Lösungsmittelmischung größer als etwa 50 Vol.-%, bezogen auf das Gesamtvolumen der Einsatzmischung plus Lösungsmittel. Vorzugsweise ist die Konzentration der Einsatzmischung in dem Lösungsmittel oder der Lösungsmittelmischung größer als etwa 70 Vol.-%, mehr bevorzugt größer als etwa 90 Vol.-%, noch mehr bevorzugt größer als etwa 95 Vol.-%. Bei einer höchst bevorzugten Ausführungsform wird im Wesentlichen kein Lösungsmittel verwendet.

[0022] Das bei dem erfindungsgemäßen Verfahren verwendete Adsorptionsmittel kann jedes bekannte adsorbierende Material umfassen, vorausgesetzt, die Trennung der hierin beschriebenen Triglyceridmischung liefert im Wesentlichen reine Triglyceridfraktionen. Nichteinschränkende Beispiele für geeignete adsorbierende Materialien sind Siliciumdioxide, Aluminiumoxide, Siliciumdioxid-Aluminiumoxide, Tone, kristalline poröse Metallsilicate einschließlich, zum Beispiel, Molekularsiebe, Zeolithe und mesoporöse Alumosilicate; sowie netzartige synthetische Polymerharze, wie zum Beispiel vernetzte Polystyrole, einschließlich z.B. vernetzte Divinylbenzopolystyrole. Diese Adsorptionsmittel sind aus kommerziellen Quellen allgemein erhältlich. Vorzugsweise handelt es sich bei dem Adsorptionsmittel um Siliciumdioxid, mehr bevorzugt um Silicagel. Bei einer bevorzugten Ausführungsform ist das Adsorptionsmittel porös, was bedeutet, dass es Kanäle, Poren oder Hohlräume enthält, die Zugang zu der Einsatzmischung und dem Desorptionsmittel und zu jedem verwendbaren Lösungsmittel bieten. Typischerweise ist die durchschnittliche Porengröße des Adsorptionsmittels größer als etwa 45 Angström (Å) und vorzugsweise größer als etwa 55 Å im Durchmesser (oder im Querschnitt bei einer nicht kreisrunden Pore). Typischerweise ist die durchschnittliche Porengröße des Adsorptionsmittels kleiner als etwa 500 Å und vorzugs-

weise kleiner als etwa 200 Å im Durchmesser (oder im Querschnitt).

[0023] Das bei dem adsorptiven Trennverfahren dieser Erfindung verwendete Adsorptionsmittel kann in Form von Partikeln wie zum Beispiel Kügelchen, Aggregaten, Extrudaten, Tabletten, Körnchen oder in sonstigen regelmäßigen oder unregelmäßigen Gestalten und Formen vorliegen. Fakultativ kann das Adsorptionsmittel in einem Bindemittel oder in einer anorganischen Matrix dispergiert sein, um die Partikel des Adsorptionsmittels zusammenzuballen, die andernfalls als feines Pulver vorliegen könnten. Darüber hinaus kann das Bindemittel bzw. die Matrix die Partikel des Adsorptionsmittels versteifen. Feuerfeste Oxide, wie zum Beispiel Siliciumdioxid, Aluminiumoxid oder Siliciumdioxid-Aluminiumoxid, können geeigneterweise als Bindemittel oder anorganische Matrix verwendet werden. Vorzugsweise ist das Bindemittel bzw. die Matrix auch ein poröses Material, d.h. ein Material, das Kanäle, Poren und/oder Hohlräume darin enthält, die Flüssigkeit zu dem Adsorptionsmittel gelangen lassen. Geeignete Porengrößen für das Bindemittel liegen im Allgemeinen im Bereich von größer als etwa 45 Angström bis kleiner als etwa 200 Angström im Durchmesser (oder im Querschnitt).

[0024] Was die Teilchengröße angeht, so ist allgemein anerkannt, dass je kleiner die Teilchengröße des Adsorptionsmittels, desto besser die Trennung der Bestandteile der Mischung. Dagegen wird allgemein angenommen, dass eine große Teilchengröße schlechtere Trennergebnisse liefert. Adsorptionsmittelteilchen in der Größenordnung von etwa 30 µm oder weniger werden daher typischerweise für Trennungen zu Analysezwecken verwendet. Nachteiligerweise muss man jedoch sagen, je kleiner die Adsorptionsmittelteilchen, desto größer der Druckabfall in der Adsorptionsmittelschicht. Bei einer großtechnischen Trennanlage kann eine kleine Teilchengröße zu einem signifikanten Druckabfall in der Adsorptionsmittelschicht führen, wodurch Strömungsprobleme entstehen, wie zum Beispiel ungleichmäßige Strömungsgeschwindigkeiten, ungleichmäßige Aufteilung der Strömung, und Verstopfen. Ganz unerwartet wurde nun entdeckt, dass eine gute Trennung der Triglyceridbestandteile von Samenölen erreicht werden kann, wenn das Adsorptionsmittel eine große Teilchengröße besitzt. Demzufolge ist das erfindungsgemäße Verfahren in vorteilhafter Weise auf großtechnische Trennanlagen anwendbar.

[0025] Bezugnehmend auf die obigen Ausführungen ist die Teilchengröße des Adsorptionsmittels bzw. des Verbundstoffs aus Adsorptionsmittel und Bindemittel bei dem erfindungsgemäßen Verfahren typischerweise größer als etwa 40 Mikrometer (µm) (kleiner als etwa 368 US mesh), vorzugsweise größer als etwa 70 µm (kleiner als etwa 211 US mesh) und mehr bevorzugt größer als etwa 100 µm (kleiner als

etwa 149 US mesh) im Durchmesser (bzw. kritische Abmessung bei nicht kugelförmigen Partikeln). Typischerweise ist die Teilchengröße des Adsorptionsmittels bzw. des Verbundstoffs aus Adsorptionsmittel und Bindemittel kleiner als etwa 800 µm (größer als etwa 22 US mesh) und vorzugsweise kleiner als etwa 600 µm (größer als etwa 30 US mesh). Da hier eine große Teilchengröße von größer als etwa 40 µm und vorzugsweise größer als etwa 70 µm verwendet wird, lässt sich das erfindungsgemäße Verfahren besser auf großtechnische Anlagen anwenden.

[0026] Das desorbierende Material, das bei dem erfindungsgemäßen Verfahren verwendet wird, kann jede flüssige Substanz sein, die in der Lage ist, den selektiv adsorbierten Extraktbestandteil aus dem Adsorptionsmittel zu entfernen. Bei adsorptiven Trennverfahren, die im Allgemeinen bei im Wesentlichen konstanter Temperatur und konstantem Druck betrieben werden, die eine flüssige Phase gewährleisten, ist das verwendete desorbierende Material typischerweise so gewählt, dass es mehreren Kriterien genügt. Zunächst sollte das desorbierende Material in der Lage sein, den Extraktbestandteil mit passablen Massenströmungsgeschwindigkeiten aus dem Adsorptionsmittel zu verdrängen, ohne dass das Desorptionsmittel selbst so stark adsorbiert wird, dass der Extraktbestandteil das Desorptionsmittel bei dem folgenden Adsorptionszyklus nicht mehr im Wesentlichen verdrängen kann. Zweitens sollte das desorbierende Material mit dem speziellen Adsorptionsmittel und der speziellen Einsatzmischung kompatibel sein. Insbesondere sollte das Desorptionsmittel im Wesentlichen nicht reaktionsfähig sein mit dem Adsorptionsmittel oder mit einem der Bestandteile der Einsatzmischung, und es sollte die Selektivität des Adsorptionsmittels für den Extraktbestandteil gegenüber dem Raffinatbestandteil nicht wesentlich reduzieren oder zerstören. Es kann ferner wünschenswert sein, dass sich das desorbierende Material ohne weiteres von der Einsatzmischung trennen lässt. Nach Desorption des Extraktbestandteils der Einsatzmischung werden typischerweise sowohl das desorbierende Material als auch der beigemischte Extraktbestandteil von dem Adsorptionsmittel entfernt. Ebenso wird typischerweise der Raffinatbestandteil von dem desorbierenden Material beigemischten Adsorptionsmittel abgezogen. Wenn reine Fraktionen der Extrakt- und Raffinatprodukte erwünscht sind, dann sollte das desorbierende Material ohne weiteres von den Extrakt- und Raffinatbestandteilen zu trennen sein, zum Beispiel durch einfache fraktionierte Destillation. In diesem Fall kann das desorbierende Material mit einem Siedepunkt gewählt sein, der das Desorptionsmittel leicht trennbar macht. Es kann jedoch sein, dass Extrakt- und Raffinatstrom bei anderen nachgeschalteten Vorgängen direkt verwendet werden sollen und dass Extrakt- und Raffinatprodukt nicht sofort aus dem Desorptionsmittel entfernt werden sollen. Wenn dem so ist, können andere Fakto-

ren, die durch die integrierten Trenn- und nachgeschalteten Vorgänge bestimmt werden, die durch einen Fachmann konzipierte Wahl des Desorptionsmittels beeinflussen.

[0027] Zu Desorptionsmitteln, die typischerweise die oben genannten Eigenschaften besitzen, gehören ohne Einschränkung aliphatische Kohlenwasserstoffe, wie zum Beispiel Pentan, Heptan, Hexan, Cyclohexan und Octan, einschließlich der verschiedenen Isomere davon; aromatische Kohlenwasserstoffe, wie zum Beispiel Benzol, Toluol und Ethylbenzen; chlorierte Aliphaten und Aromaten, wie zum Beispiel Methylenchlorid, Chloroform und Chlorbenzol; polare Lösungsmittel einschließlich Alkohole, wie zum Beispiel Methanol, Ethanol, Isopropanol, Butanol, Amylalkohol und Glycole; Ester, wie zum Beispiel Ethylacetat und Butylacetat; Ether, wie zum Beispiel Diethylether und Diisopropylether; und Ketone, wie zum Beispiel Aceton und Methylethylketon; und dergleichen. Mischungen der oben genannten Desorptionsmittel, insbesondere Mischungen von unpolaren und polaren Desorptionsmitteln, können ebenfalls verwendet werden und können bevorzugt sein, da Fettsäureester sowohl unpolare als auch polare Bestandteile haben. Mehr bevorzugt ist das Desorptionsmittel eine Mischung von einem aliphatischen C_{1-10} -Kohlenwasserstoff und einem C_{1-6} -Acetatester, noch mehr bevorzugt eine Mischung von n-Hexan und Ethylacetat. Bei einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist die Zusammensetzung des Desorptionsmittels identisch mit der des Lösungsmittels, das verwendet wird, um die Einsatzmischung auf das Adsorptionsmittel aufzubringen.

[0028] Wenn das Desorptionsmittel eine Mischung von Flüssigkeiten ist, dann können die relativen Mengen jedes Bestandteils der Desorptionsmittelmischung variieren, solange die Desorptionsmittelmischung zufriedenstellend in der oben beschriebenen Weise funktioniert. Im Allgemeinen werden die relativen Mengen jedes Bestandteils des Desorptionsmittels von den speziell verwendeten Desorptionsmittelbestandteilen und ihren Selektivitäten in Bezug auf die speziellen Extrakt- und Raffinatbestandteile abhängen. Bei einer Zweikomponenten-Desorptionsmittelmischung kann zum Beispiel die Konzentration jedes Bestandteils typischerweise größer sein als 0 Gew.-%, vorzugsweise größer als etwa 10 Gew.-% und mehr bevorzugt größer als etwa 40 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des ersten und zweiten Desorptionsmittelbestandteils. Bei einer Zweikomponenten-Desorptionsmittelmischung kann zum Beispiel die Konzentration jedes Bestandteils typischerweise kleiner sein als 100 Gew.-%, vorzugsweise kleiner als etwa 90 Gew.-% und mehr bevorzugt kleiner als etwa 60 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des ersten und zweiten Desorptionsmittelbestandteils. Ein Fachmann wird wissen, wie die relativen Mengen der Bestandteile jeder Desorpti-

onsmittelmischung zu verändern sind, um die gewünschten Trennergebnisse zu erzielen.

[0029] Die Konzentration des Extraktbestandteils in dem den Extraktbestandteil und das Desorptionsmittel umfassenden Extraktstrom kann von fast 0 Vol.-% Extraktbestandteil bis typischerweise etwa 65 Vol.-% Extraktbestandteil stark schwanken. Ebenso kann die Konzentration des Raffinatbestandteils in dem Raffinatstrom von fast 0 Vol.-% Raffinatbestandteil bis typischerweise etwa 65 Vol.-% Raffinatbestandteil stark schwanken. Es versteht sich, dass ein Extraktbestandteil normalerweise nicht vollständig von dem Adsorptionsmittel adsorbiert wird, und ein Raffinatbestandteil wird normalerweise nicht vollständig von dem Adsorptionsmittel adsorbiert. Demzufolge kann eine geringe Menge des Raffinatbestandteils in dem Extraktstrom vorhanden sein, und eine geringe Menge des Extraktbestandteils kann in dem Raffinatstrom vorhanden sein, wie nachfolgend beschrieben.

[0030] Bei einer bevorzugten Ausführungsform dieser Erfindung, die für ein großtechnisches Verfahren bestimmt ist, wird das desorbierende Material in einer minimalen Menge verwendet, um das bei dem Verfahren erforderliche Volumen an Flüssigkeiten zu reduzieren. Der Begriff "minimale Menge" bedeutet, dass das Verhältnis des Volumens des Desorptionsmittels zum Volumen der Einsatzmischung größer ist als etwa 0,5/1, aber kleiner als etwa 100/1 (verglichen mit größer als 1000/1 bei Analyseverfahren der Hochdruckflüssigkeitschromatographie (HPLC)). Mehr bevorzugt ist das Volumenverhältnis von Desorptionsmittel zu Einsatzmischung kleiner als etwa 10/1 und am meisten bevorzugt kleiner als etwa 2/1.

[0031] Im Allgemeinen arbeitet das erfindungsgemäße Trennverfahren unter Flüssigphasenbedingungen. Das Adsorptionsmittel kann in einem Bett, typischerweise einem Festbett, bereitgestellt werden, das ein Gehäuse oder eine Kammer, die das Adsorptionsmittel enthält, umfasst. Für die Zwecke dieser Erfindung soll der Begriff "Bett" allgemein auch zusätzliche Ventile, Pumpen und Leitungen zum Aufrechterhalten der Strömungen der verschiedenen Flüssigkeitsströme sowie sonstiges Zubehör oder Geräte mit einschließen, die notwendig sind, um das Verfahren auszuführen. Das Bett kann in vertikaler oder horizontaler Richtung oder, falls gewünscht, in einem Winkel zur Vertikalen oder Horizontalen geneigt konstruiert sein. Das Adsorptionsmittel in dem Bett kann abwechselnd mit der Einsatzmischung und dem desorbierenden Material in Kontakt gebracht werden, wobei das Verfahren in diesem Fall nur ein halbkontinuierliches Verfahren sein wird. Bei einer weiteren Ausführungsform kann ein Satz von zwei oder mehr festliegenden Adsorptionsmittelschichten mit entsprechenden Ventilen verwendet werden, so dass die Einsatzmischung durch ein oder mehr Adsorptionsmittelschichten eines Satzes geleitet wer-

den kann, während das desorbierende Material durch ein oder mehr andere Schichten des Satzes geleitet wird. Einsatzmischung und desorbierendes Material können entweder nach oben oder nach unten durch das Adsorptionsmittel in diesen Schichten bzw. Betten strömen. Es kann jede herkömmliche Vorrichtung verwendet werden, die beim Kontaktieren von Flüssigkeiten und Feststoffen in einem Festbett eingesetzt wird.

[0032] Strömungssysteme mit Bewegtbewegt oder mit simuliertem Bewegtbett haben jedoch eine größere Trennleistung als Festbett-Adsorptionssysteme und werden daher bevorzugt. Bei den mit einem Bewegtbett oder einem simulierten Bewegtbett arbeitenden Verfahren finden die Adsorptions- und Desorptionsvorgänge kontinuierlich statt, was sowohl die kontinuierliche Produktion eines Extraktstroms und eines Raffinatstroms als auch die ununterbrochene Verwendung von Einsatz- und Desorptionsmittelströmen erlaubt. Eine bevorzugte Ausführungsform dieses Verfahrens nutzt ein in der Technik als Gegenstromsystem mit simuliertem Bewegtbett bekanntes Strömungssystem. Bei einem solchen System wird die Aufwärtsbewegung des in einer Adsorptionsmittelsäule enthaltenen Adsorptionsmittels durch die progressive Bewegung einer Vielzahl von Flüssigkeitszufuhrpunkten die Säule hinab simuliert. Die Funktionsprinzipien und der Arbeitsablauf eines solchen Strömungssystems sind in dem US-Patent 2,985,589 von D.B. Broughton beschrieben. Eine weitere Ausführungsform eines Strömungssystems mit simuliertem Bewegtbett, das sich zur Verwendung bei dem erfindungsgemäßen Verfahren eignet, ist das in US 4,402,832 offenbarte hochwirksame Gleichstromverfahren mit simuliertem Bewegtbett. Andere Strömungssysteme mit Bewegtbett, wie sie in der Technik bekannt sind, können ebenfalls geeignet sein.

[0033] Die Adsorptionsbedingungen können über einen weiten Bereich schwanken, vorausgesetzt, die Trennung der Triglyceridbestandteile des Öls erfolgt in der gewünschten Weise. Typischerweise wird die Temperatur auf größer als etwa 18°C gehalten. Typischerweise wird die Temperatur kleiner sein als etwa 130°C und vorzugsweise kleiner als etwa 75°C. Am meisten bevorzugt wird die Temperatur etwa Umgebungstemperatur sein, d.h. etwa 21 °C betragen. Normalerweise wird der Druck hoch genug sein, um die Flüssigphase auf der Verfahrenstemperatur zu halten; wird aber auf dem Mindestdruck gehalten, der notwendig ist, um die gewünschten Strömungen in den verschiedenen Zonen für eine gegebene Strömungskonfiguration der Adsorptionssäulen zu erhalten. Typischerweise ist der Druck gleich oder größer als etwa 1 atm (101 kPa). Vorzugsweise wird der Druck kleiner sein als etwa 100 atm (10.118 kPa), mehr bevorzugt kleiner als etwa 50 atm (5.059 kPa). Die Desorptionsbedingungen beinhalten dieselben

Temperatur- und Druckbereiche wie sie für die Adsorptionsbedingungen verwendet werden. Die Strömungsgeschwindigkeiten des Einsatzstroms und des Desorptionsmittelstroms werden in Abhängigkeit von der Größe der Adsorptionseinheit, ihrer Konstruktion und Betriebsweise und in Abhängigkeit von dem speziell verwendeten Adsorptionsmittel und der Einsatzmischung schwanken. Die Strömungsgeschwindigkeiten können von nur ein paar cm³ pro Stunde bis zu vielen Tausend Gallonen pro Stunde schwanken. Die Größe der Adsorptionseinheiten, die an das erfindungsgemäße Verfahren angepasst werden kann, kann irgendwo von Einheiten im Labormaßstab bis zu Einheiten einer Pilotanlage und im kommerziellen Maßstab schwanken.

[0034] Wenn die oben beschriebenen Samenöle, vorzugsweise aus Rizinus-, Vernonia- und Lesquerella-Pflanzen erhaltene Samenöle, nach dem erfindungsgemäßen Verfahren getrennt werden, erhält man einen Extraktstrom und einen Raffinatstrom, die dann durch das Verhältnis der in jedem bestimmten Strom erscheinenden Konzentrationen des Extraktbestandteils und des Raffinatbestandteils weiter voneinander und von der Einsatzmischung unterschieden werden. Dieser Unterschied wird im Allgemeinen als "Reinheit" bezeichnet. Insbesondere wird die Reinheit des Extraktbestandteils in dem Extraktstrom berechnet als Konzentration des Extraktbestandteils in dem Extraktstrom dividiert durch die Summe der Konzentrationen des Extrakt- und Raffinatbestandteils in dem Extraktstrom. Analog dazu wird die Reinheit des Raffinatbestandteils in dem Raffinatstrom berechnet als Konzentration des Raffinatbestandteils in dem Raffinatstrom dividiert durch die Summe der Konzentrationen des Extrakt- und Raffinatbestandteils in dem Raffinatstrom. Es sei darauf hingewiesen, dass bei diesem Verfahren der Extraktbestandteil das erste Triglyceridprodukt ist, vorzugsweise Triricinolein; und der Raffinatbestandteil ist das zweite Triglyceridprodukt, vorzugsweise Diricinolein. Die Konzentrationen können in üblichen Einheiten angegeben werden, zum Beispiel in Gramm pro Kubikzentimeter (g/cm³) oder Mol pro Liter (M). Alternativ kann man das Verhältnis von Extrakt- und Raffinatkonzentration als Maß für die Reinheit heranziehen. Zum Beispiel wird das Verhältnis der Konzentration des selektiver adsorbierten Extraktbestandteils zur Konzentration des weniger selektiv adsorbierten Raffinatbestandteils in dem Extraktstrom am höchsten sein, am zweithöchsten in dem Einsatzstrom und am niedrigsten in dem Raffinatstrom. Ebenso wird das Verhältnis des weniger selektiv adsorbierten Raffinatbestandteils zu dem selektiver adsorbierten Extraktbestandteil in dem Raffinatstrom am höchsten sein, am zweithöchsten in dem Einsatzstrom und am niedrigsten in dem Extraktstrom.

[0035] Was die Reinheit angeht, so werden mit dem erfindungsgemäßen Verfahren im Wesentlichen rei-

ne Fraktionen von zwei Triglyceridprodukten erzielt. Bei einer bevorzugten Ausführungsform dieser Erfindung liefert die Reinigung eines Rizinussamenöls im Wesentlichen reine Fraktionen von Diricinolein und Triricinolein. Typischerweise ist die Reinheit des ersten Triglyceridprodukts, vorzugsweise Triricinolein, in dem Extraktstrom größer als etwa 60 Prozent, vorzugsweise größer als etwa 80 Prozent, mehr bevorzugt größer als etwa 95 Prozent und am meisten bevorzugt größer als etwa 99 Prozent, bezogen auf die Konzentration des ersten und des zweiten Triglyceridprodukts in dem Extraktstrom. Ebenso ist die Reinheit des zweiten Triglyceridprodukts, vorzugsweise Diricinolein, in dem Raffinatstrom typischerweise größer als etwa 60 Prozent, vorzugsweise größer als etwa 80 Prozent, mehr bevorzugt größer als etwa 95 Prozent und am meisten bevorzugt größer als etwa 98 Prozent, bezogen auf die Konzentration des ersten und des zweiten Triglyceridprodukts in dem Raffinatstrom.

[0036] Falls gewünscht, kann der Ausgangsextraktstrom, oder zumindest ein Teil des Ausgangsextraktstroms, der Desorptionsmittel und das erste Triglyceridprodukt, vorzugsweise Triricinolein umfasst, in eine Trenneinrichtung geleitet werden, worin zumindest ein Teil des desorbierenden Materials unter Trennbedingungen abgetrennt wird, um ein Extraktprodukt zu erzeugen, das eine reduzierte Menge an Desorptionsmittel enthält. Vorzugsweise wird die Konzentration an Desorptionsmittel in dem Extraktprodukt kleiner sein als etwa 20 Gew.-%, mehr bevorzugt kleiner als etwa 5 Gew.-% und am meisten bevorzugt kleiner als etwa 0,5 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht des Extraktprodukts. Falls gewünscht, kann fakultativ der Ausgangsraffinatstrom, oder zumindest ein Teil des Ausgangsraffinatstroms, der Desorptionsmittel und das zweite Triglyceridprodukt, vorzugsweise Diricinolein umfasst, in eine Trenneinrichtung geleitet werden, worin zumindest ein Teil des desorbierenden Materials unter Trennbedingungen abgetrennt wird, um ein Raffinatprodukt zu erzeugen, das eine reduzierte Menge an Desorptionsmittel enthält. Vorzugsweise wird die Konzentration an Desorptionsmittel in dem Raffinatprodukt kleiner sein als etwa 20 Gew.-%, mehr bevorzugt kleiner als etwa 5 Gew.-% und am meisten bevorzugt kleiner als etwa 0,5 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht des Raffinatprodukts. In jedem Fall wird die Trenneinrichtung typischerweise eine Fraktioniersäule sein, deren Konstruktion und Funktionsweise dem Fachmann wohl bekannt sind.

[0037] Um verschiedene Adsorptions- und Desorptionsmittel zum Trennen von Samenöl-Triglyceridmischungen zu testen, kann eine Vorrichtung für einen dynamischen Stoßversuch verwendet werden, wie nachfolgend beschrieben. Die Vorrichtung kann zum Beispiel aus einer Kammer mit einer Länge von ungefähr 100 cm und einem Innendurchmesser von 1

cm bestehen, die an ihren entgegengesetzten Enden Einlass- und Auslassmittel aufweist und mit adsorbierendem Material gefüllt ist. Die Kammer wird typischerweise auf Umgebungstemperatur und Atmosphärendruck gehalten; es können aber auch Mittel zum Aufrechterhalten anderer Temperaturen und Drücke verwendet werden. Im Allgemeinen wird die Kammer mit dem Desorptionsmittel äquilibriert, indem das desorbierende Material lange genug durch die Adsorptionskammer geleitet wird, um eine Äquilibration zu bewirken. Danach wird ein Stoß an Einsatzmischung, der faktultativ ein Lösungsmittel oder desorbierendes Material enthält, für eine geeignete Zeit, zum Beispiel eine Zeit im Bereich von etwa 15 Sekunden bis etwa 2 Minuten, oben in die Adsorptionssäule injiziert. Wenn die Einsatzmischung auf das Adsorptionsmittel aufgebracht ist, wird die Desorptionsmittelströmung wieder fortgesetzt und die Triglyceridbestandteile werden wie bei der Flüssig-Fest-Chromatographie eluiert. Raffinat- und Extraktstrom können durch Hochdruckflüssigphasenchromatographie oder durch jedes andere geeignete Mittel, zum Beispiel den Brechungsindex, analysiert werden. Die Analyse kann kontinuierlich online oder inkrementell durch Sammeln von aliquoten Teilen des Ausgangs vorgenommen werden. Typischerweise werden Spuren der Analyse als Funktion der Zeit entwickelt. Wenn die Bestandteile des Öls im Wesentlichen vollständig aus der Adsorptionsmittelschicht eluiert sind, kann ein zweiter Stoß der Einsatzmischung aufgebracht werden; und der Stoßzyklus kann beliebig oft wiederholt werden.

[0038] Das folgende Glossar dient als Ergänzung zu der hier vorliegenden Beschreibung.

Glossar

[0039] Druck in Einheiten von "pounds per square inch" (psi.g oder psi.a), umgerechnet in Einheiten von Kilopascal (kPa) durch Multiplizieren des psi-Werts mit 6,895. (Beispiel: $50 \text{ psi} \times 6,895 = 345 \text{ kPa}$)

[0040] Der Begriff "Einsatzmischung" bezieht sich auf ein Samenöl aus einer Mischung von Triglyceriden, aus dem man wenigstens ein Extraktprodukt und ein Raffinatprodukt erhält.

[0041] Der Begriff "Einsatzstrom" bezeichnet einen Strom, der ein Samenöl umfasst, das zu einem Adsorptionsmittel geleitet wird.

[0042] Der Begriff "Extraktbestandteil" ist definiert als Bestandteil einer Einsatzmischung, der im Vergleich zu einem oder mehreren anderen Bestandteilen in der Einsatzmischung selektiv durch ein Adsorptionsmittel zurückgehalten wird.

[0043] Der Begriff "Extraktstrom" ist definiert als Strom, durch den ein Extraktbestandteil, der desor-

biert wurde, aus einem Adsorptionsmittel entfernt wird.

[0044] Der Begriff "desorbierendes Material" bezieht sich auf eine oder mehrere flüssige Verbindungen, die in der Lage sind, einen Extraktbestandteil aus einem Adsorptionsmittel zu desorbieren.

[0045] Der Begriff "Desorptionsmittelzustrom" bezeichnet einen Strom, durch den das Desorptionsmittel in ein Adsorptionsmittel gelangt.

[0046] Der Begriff "Raffinatbestandteil" ist definiert als Bestandteil einer Einsatzmischung, der im Vergleich zu einem oder mehreren anderen Bestandteilen in der Einsatzmischung weniger selektiv durch ein Adsorptionsmittel adsorbiert wird.

[0047] Der Begriff "Raffinatstrom" ist definiert als Strom, durch den ein Raffinatbestandteil aus einem Adsorptionsmittel entfernt wird.

[0048] Der Begriff "Extraktprodukt" ist definiert als beim Entfernen eines Desorptionsmittels aus einem Extraktstrom erhaltenes Produkt.

[0049] Der Begriff "Raffinatprodukt" ist definiert als beim Entfernen eines Desorptionsmittels aus einem Raffinatstrom erhaltenes Produkt.

[0050] Das folgende Beispiel dient zur Veranschaulichung. Verweise auf spezielle Samenöle, Adsorptionsmittel, desorbierende Materialien und Betriebsbedingungen sollen den Geist und Umfang der Erfindung nicht einschränken. Angesichts der hier vorliegenden Offenbarung wird der Fachmann alternative Ausführungsformen der Erfindung erkennen, die in den Umfang der beigefügten Ansprüche fallen.

Beispiel 1

[0051] Eine Adsorptionssäule wurde hergestellt, indem zwei wassergekühlte Glassäulen (jeweils 1 cm Innendurchmesser auf 50 cm Länge), die mit einer Gesamtlänge von 100 cm hintereinandergeschaltet waren, mit handelsüblichem Siliciumdioxid (Aldrich, 100–200 US mesh, Teilchengröße im Bereich von 150–75 μm , Porengröße 60 Angström) gefüllt wurden. Durch die Wassermäntel strömte kein Wasser. Die Säule wurde während des Experiments auf Raumtemperatur gehalten. Ein Desorptionsmittelzustrom mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 0,5 ml/min, der aus 50 Gew.-% Ethylacetat und 50 Gew.-% n-Hexan bestand, wurde mit Hilfe einer Pumpe von oben nach unten durch die Säule hergestellt. Nach einer Desorptionsmittelströmung von etwa 30 min, wurde die Strömung unterbrochen und durch einen aus Rizinusöl (100 Prozent) bestehenden Einsatzstrom mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 0,5 ml/min ersetzt. Die Rizinusölströmung wurde

etwa 45 sek aufrechterhalten, was dazu führte, dass 0,375 ml Rizinusöl oben auf die Adsorptionsmittelschicht aufgebracht wurden. Dann wurde die Strömung des Rizinusöls unterbrochen, und die Strömung des Desorptionsmittelzustroms wurde wiederhergestellt. Während des Verfahrens war der Druck am Auslass der Säule im Wesentlichen Atmosphärendruck. Der Druck am Einlass der Säule wurde nicht kontrolliert; da aber die Strömungsgeschwindigkeit langsam war, war nicht zu erwarten, dass der Druck am Einlass signifikant über Atmosphärendruck liegt. Der vom Boden der Säule erhaltene Desorptionsmittelausgangsstrom wurde als Funktion der Zeit analysiert, indem der Desorptionsmittelausgangsstrom für eine qualitative Analyse der Produkte und zur Ermittlung des Grades der Trennung durch einen Brechungsindexdetektor geleitet wurde. Ein sich aus der Säule herauslösender erster Peak wurde als Ausgangsraffinatstrom genommen; ein sich aus der Säule herauslösender zweiter Peak wurde als Ausgangsextraktstrom genommen. Zeigte der Ausgangsstrom, dass sich im Wesentlichen alle Bestandteile der ersten Injektion von Rizinusöl durch die Adsorptionsmittelschicht herausgelöst hatten, wurde die Stoßsequenz mit einem zweiten Aufbringen von Rizinusöl und mit einem zweiten Desorptionsvorgang wiederholt. Der Ablauf wurde für insgesamt sechs Stöße wiederholt.

[0052] **Fig. 1** zeigt den Ausgang des Brechungsindexdetektors für die oben beschriebenen sechs Stöße. In **Fig. 1** sind die Einheiten für den erhaltenen Brechungsindex und für die Zeit in willkürlichen Einheiten (arbitrary units/au) mit steigendem Wert längs der zwei Achsen angegeben. Die Existenz zweier Peaks in der Spur des Detektors deutet auf die Trennung des zugeführten Rizinusöls in seine zwei Triglyceridbestandteile hin. Die Ähnlichkeit in den Spuren der sechs Durchgänge veranschaulicht die Reproduzierbarkeit der Trennung. In **Fig. 2** ist der Ausgang des Brechungsindexdetektors bei der vierten Injektion näher dargestellt. Wieder sind die Einheiten längs der Achsen von Brechungsindex und Zeit willkürliche Einheiten mit steigendem Wert. Während des Stoßes wurde eine Vielzahl von Fraktionen der vierten Injektion gesammelt. Fraktion Nr. 1 und Fraktion Nr. 6, dargestellt in **Fig. 2**, wurden mittels Hochdruckflüssigkeitschromatographie auf Diricinolein und Triricinolein analysiert. Es zeigte sich, dass Fraktion Nr. 1 (analog zum Raffinatstrom) im Wesentlichen Diricinolein (6.128 mg/Liter) und nur eine geringe Menge Triricinolein (51 mg/Liter) enthielt. Demzufolge hatte die Diricinoleinfraktion eine Reinheit größer als 99,0 Gew.-%. Es zeigte sich, dass Fraktion Nr. 2 (analog zum Extraktstrom) im Wesentlichen Triricinolein (11.220 mg/Liter) und nur eine geringe Menge Diricinolein (17 mg/Liter) enthielt. Die Triricinoleinfraktion hatte eine Reinheit größer als 99,8 Gew.-%.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Trennen eines aus einer Mischung von Triglyceridestern bestehenden Pflanzenöls, wobei das Verfahren die folgenden Schritte umfasst: (a) ein Samenöl, dessen Fettsäurezusammensetzung vorwiegend eine aus Rizinusölsäure, Vernolsäure und Lesquerolsäure ausgewählte Hauptfettsäure umfasst, wird unter Adsorptionsbedingungen mit einer Adsorptionsmittelschicht in Kontakt gebracht, wobei das Adsorptionsmittel eine Teilchengröße größer als 40 µm hat, so dass ein erstes Triglyceridprodukt, bei dem jeweils drei Fettsäuren mit der Hauptfettsäure in dem Öl identisch sind, gezielter als ein zweites Triglyceridprodukt, bei dem zwei, eine oder gar keine Fettsäure mit der Hauptfettsäure in dem Öl identisch ist, durch das Adsorptionsmittel adsorbiert wird; (b) das zweite Triglyceridprodukt wird entfernt, indem ein Raffinatstrom, der vorwiegend das zweite Triglyceridprodukt umfasst, aus dem Adsorptionsmittel abgezogen wird; (c) das erste Triglyceridprodukt wird desorbiert, indem das Adsorptionsmittel, welches das erste Triglyceridprodukt enthält, unter Desorptionsbedingungen, die ausreichen, um einen vorwiegend das erste Triglyceridprodukt und Desorptionsmittel umfassenden Extraktstrom zu liefern, mit einem Desorptionsmittel in Kontakt gebracht wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem das zweite Triglyceridprodukt dadurch gekennzeichnet ist, dass es zwei Fettsäuren besitzt, die mit der Hauptfettsäure in dem Öl identisch sind.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, bei dem das Samenöl aus der aus den Pflanzen Castoreum, Vernonia und Lesquerella bestehenden Gruppe ausgewählt ist.

4. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Fettsäurezusammensetzung mehr als 70 Gew.-% der entsprechenden aus Rizinusölsäure, Vernolsäure und Lesquerolsäure ausgewählten Hauptfettsäure umfasst.

5. Verfahren nach Anspruch 3, bei dem das Samenöl ein Castoreumpflanzenöl ist und bei dem das Rizinusöl eine Fettsäurezusammensetzung aus 85 bis 90 Gew.-% Rizinusölsäure, 3 bis 5 Gew.-% Linolensäure, 2 bis 5 Gew.-% Ölsäure, 1 bis 3 Gew.-% Palmitinsäure, 1 bis 2 Gew.-% Stearinsäure und 1 (± 0,3) Gew.-% Dihydroxystearinsäure hat; oder ein Vernoniapflanzenöl, bei dem das Vernoniapflanzenöl eine Fettsäurezusammensetzung aus 60 bis 77 Gew.-% Vernolsäure, 0,1 bis 0,4 Gew.-% Linolensäure, 9 bis 13 Gew.-% Linolensäure, 4 bis 20 Gew.-% Ölsäure und 2 bis 4 Gew.-% Stearinsäure hat; oder ein Lesquerellapflanzenöl, bei dem das Lesquerellapflanzenöl eine Fettsäurezusammensetzung aus mehr als 50 bis 75 Gew.-% Lesquerolsäure, 1 bis 13

Gew.-% Linolensäure, 3 bis 8 Gew.-% Linolsäure, 11 bis 27 Gew.-% Ölsäure, 1 bis 6 Gew.-% Stearinsäure und 1 bis 6 Gew.-% Palmitinsäure hat.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, bei dem das Samenöl als saubere Flüssigkeit auf das Adsorptionsmittel aufgebracht wird; oder bei dem das Samenöl in einer Lösung auf das Adsorptionsmittel aufgebracht wird, und bei dem die Lösung das Samenöl in einer Konzentration größer als 50 Vol.-% enthält.

7. Verfahren nach Anspruch 6, bei dem die Lösung mit einem aus Mischungen von aliphatischen C_{1-10} -Kohlenwasserstoffen und C_{1-6} -Acetaten ausgewählten Lösungsmittel hergestellt wird.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, bei dem das Adsorptionsmittel aus Siliciumdioxiden, Aluminiumoxiden, Siliciumdioxid-Aluminiumoxiden, Tonen, Molekularsieben, Zeolithen, kristallinen mesoporösen Alumosilicaten und netzartigen synthetischen polymeren Harzen ausgewählt ist.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, bei dem das Adsorptionsmittel Siliciumdioxid ist.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, bei dem das Adsorptionsmittel porös ist mit einer Porengröße größer als 4,5 nm (45 Å) und kleiner als 20 nm (200 Å) im Durchmesser bzw. im Querschnitt.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, bei dem das Adsorptionsmittel, oder ein aus dem Adsorptionsmittel und einem Bindemittel hergestellter Verbundstoff, eine Teilchengröße größer als 70 µm und kleiner als 800 µm im Durchmesser (bzw. kritische Abmessung) hat.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, bei dem das Desorptionsmittel aus aliphatischen Kohlenwasserstoffen, chlorierten aliphatischen Kohlenwasserstoffen, aromatischen Kohlenwasserstoffen, chlorierten aromatischen Kohlenwasserstoffen, Alkoholen, Estern, Ketonen und Mischungen davon ausgewählt ist.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, bei dem das Desorptionsmittel eine Mischung aus einem aliphatischen C_{1-10} -Kohlenwasserstoff und einem C_{1-6} -Acetat ist.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, bei dem die Schritte der Adsorption und Desorption bei einer Temperatur größer als 18°C und kleiner als 130°C und bei einem Druck größer oder gleich 1,0 atm (101 kPa) und kleiner als 100 atm (10.118 kPa) durchgeführt werden.

15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis

14, bei dem das Verhältnis des Volumens des Desorptionsmittels zum Volumen der Einsatzmischung größer ist als 0,5/1 und kleiner als 100/1.

16. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 15, bei dem das Verfahren in einem Strömungssystem mit Bewegtbett oder mit simuliertem Bewegtbett durchgeführt wird.

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 16, bei dem man das erste Triglyceridprodukt in einer Reinheit größer als 95 Gew.-% und das zweite Triglyceridprodukt in einer Reinheit größer als 95 Gew.-% erhält.

18. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem eine aus Rizinusöl zu erhaltende Mischung von Triglyceriden getrennt wird, wobei das Verfahren die folgenden Schritte umfasst: ein Castoreumsamenöl wird als saubere Flüssigkeit mit Siliciumdioxid als Adsorptionsmittel in einer Schicht in Kontakt gebracht, wobei das Adsorptionsmittel eine Teilchengröße größer als 40 µm und kleiner als 800 µm hat, fakultativ eine Porengröße größer als 4,5 nm (45 Å) und kleiner als 20 nm (200 Å) im Durchmesser; wobei das Kontaktieren unter solchen Adsorptionsbedingungen durchgeführt wird, dass ein erstes Triglycerid, Triricinolein, gezielter als ein zweites Triglycerid, Diricinolein, auf dem Adsorptionsmittel adsorbiert wird; das Adsorptionsmittel wird mit einem Desorptionsmaterial in Kontakt gebracht, das eine Mischung aus Hexan und Ethylacetat umfasst, und danach wird ein vorwiegend Diricinolein und Desorptionsmittel umfassender Ausgangsraffinatstrom von dem Adsorptionsmittel abgezogen, wobei das Diricinolein eine Reinheit größer als 80 Prozent hat; danach wird das eine Mischung von Hexan und Ethylacetat umfassende Desorptionsmaterial unter Desorptionsbedingungen, die ausreichen, um einen vorwiegend Triricinolein und Desorptionsmittel umfassenden Extraktstrom von dem Adsorptionsmittel abzu ziehen, mit dem Adsorptionsmittel in Kontakt gebracht, wobei das Triricinolein eine Reinheit größer als 80 Prozent hat.

19. Verfahren nach Anspruch 18, wobei das Verfahren in einem Strömungssystem mit Bewegtbett oder simuliertem Bewegtbett durchgeführt wird.

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen

FIG. 1

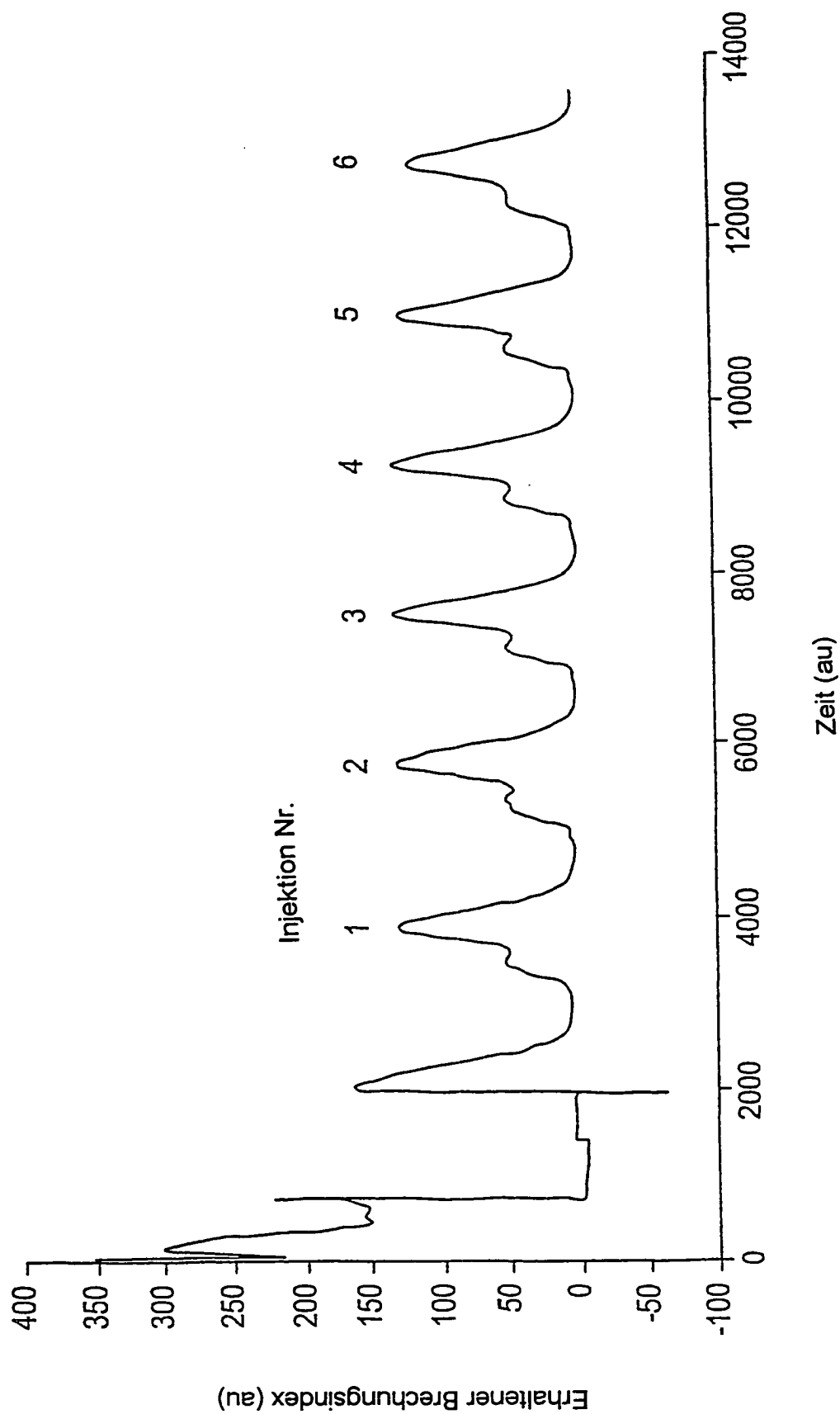


FIG. 2

