



(19)

REPUBLIK
ÖSTERREICH
Patentamt

(10) Nummer:

AT 411 429 B

(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: A 1274/2002 (51) Int. Cl.⁷: **B01D 11/04**
(22) Anmeldetag: 26.08.2002
(42) Beginn der Patentdauer: 15.06.2003
(45) Ausgabetag: 26.01.2004

(73) Patentinhaber:

NATEX PROZESSTECHNOLOGIE GESMBH
A-2630 TERNITZ, NIEDERÖSTERREICH
(AT).

(54) VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUM EXTRAHIEREN VON STOFFEN AUS FLÜSSIGKEITEN
ODER FESTSTOFFDISPERSIONEN

AT 411 429 B

(57) Bei einem Verfahren zum Extrahieren von Inhaltsstoffen, insbesondere Verunreinigungen, aus Flüssigkeiten oder Feststoffdispersionen unter Verwendung von komprimierten Extraktionsmitteln, wie zum Beispiel überkritischem oder flüssigem Kohlendioxid, wird die Flüssigkeit bzw. Dispersion in einem druckfesten Reaktor als dünner Film aufgetragen und die Oberfläche des dünnen Filmes mit dem Extraktionsmittel, insbesondere Kohlendioxid, beaufschlagt, wobei die Oberfläche des dünnen Filmes durch mechanische Beaufschlagung der Flüssigkeit bzw. Dispersion über zumindest einen Teil der Schichtstärke des dünnen Filmes ständig erneuert wird.

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Extrahieren von Inhaltsstoffen, insbesondere Verunreinigungen, aus Flüssigkeiten oder Feststoffdispersionen unter Verwendung von komprimierten Extraktionsmitteln, wie zum Beispiel überkritischem oder flüssigem Kohlendioxid, sowie auf eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens.

5 Die Extraktion mit überkritischen Gasen wird bereits seit mehr als 20 Jahren im industriellen Maßstab eingesetzt. Hauptanwendungen sind hier die diskontinuierliche Verarbeitung von Feststoffen in der Lebensmittelindustrie. Es wurden auch bereits kontinuierliche Verfahren zur Auf trennung von Flüssigkeiten mit überkritischen Gasen vorgeschlagen, wobei der Einsatzbereich unter Verwendung von Hochdruckkolonnen begrenzt ist auf Flüssigkeiten geringer Viskosität, ohne Feststoffanteil sowie keinerlei Neigung zur Schaumbildung oder Ausfällung von Feststoffen unter den angewandten Bedingungen. Bei Einsatz von viskosen Flüssigkeiten können Rührwerke eingesetzt werden, wobei eine möglichst intensive Vermischung von Lösungsmittel und zu extrahierender Flüssigkeit wesentlich ist und Flüssig-Flüssig-Extraktionen in der Regel eine Reihe von Hilfsstoffen erfordern, um die Viskosität der zu extrahierenden Flüssigkeiten entsprechend herabzusetzen. Die 10 Abtrennung von Ölen aus Lecithin ist ein Beispiel für eine besonders aufwendige Extraktion. Um die mit Säulen verbundenen Schwierigkeiten zu vermeiden und sicherzustellen, dass das Extraktionsfluid auch bei höher viskosen Flüssigkeiten entsprechend intensiv mit der zu extrahierenden Flüssigkeit vermischt werden kann, wurden Sprühextraktionsverfahren vorgeschlagen, bei welcher 15 Flüssigkeit vermischt werden kann, das zu extrahierende Material in Form kleinstter Tröpfchen versprüht mit dem überkritischen Fluid als Extraktionsmittel bzw. Lösungsmittel in Kontakt gebracht wurde. Um eine entsprechende Versprühbarkeit sicherzustellen sind aber zur Herabsetzung der Viskosität in der Regel höhere Temperaturen erforderlich, womit ein derartiges Verfahren bei temperaturempfindlichen Stoffen Grenzen findet. Dies gilt auch für Molekulardampfdestillationen, mit welchen Wertstoffe aus hochviskosen Medien abgetrennt werden können. Beim Versprühen neigen die Tröpfchen insbesondere 20 dann, wenn es sich um relativ viskose Flüssigkeiten handelt, rasch zu neuerlichem Agglomerieren und das Lösungsmittel gelangt nur mit den Oberflächen derartiger Tröpfchen in einen hinreichend intensiven Kontakt. Es entsteht daher im Inneren der Tröpfchen rasch ein entsprechender Konzentrationsgradient, wobei bedingt durch die über den Radius nun mehr unterschiedliche chemische 25 Zusammensetzung auch die Viskosität entsprechend variieren kann, sodass aus einem vergleichsweise harten Kern derartiger Tröpfchen keine wirksame Extraktion mehr erfolgt.

30 Die Erfindung zielt nun darauf ab den Einsatzbereich der Fluidextraktion auch auf bisher nur schwer extrahierbare Medien auszudehnen und insbesondere die Verarbeitung von strukturviskosen Medien zu ermöglichen und die Möglichkeit zu schaffen, Rohstoffe mit relativ hohem Feststoffanteil zu verarbeiten. Insbesondere die Extraktion von dispersen Systemen mit hohem Feststoffanteil ist mit Sprühverfahren ohne die Gefahr einer Verstopfung von Düsen kaum möglich. Auch leicht 35 schäumende Produkte sollen mit dem erfindungsgemäßen Verfahren verarbeitet werden können und es soll im Verfahren die Möglichkeit bestehen den gegebenenfalls gebildeten Schaum zu zerstören.

40 Zur Lösung dieser Aufgabe besteht das erfindungsgemäße Verfahren der eingangs genannten Art im wesentlichen darin, dass die Flüssigkeit bzw. Dispersion in einem druckfesten Reaktor als dünner Film aufgetragen wird und die Oberfläche des dünnen Filmes mit dem Extraktionsmittel, insbesondere Kohlendioxid, beaufschlagt wird, wobei die Oberfläche des dünnen Filmes durch mechanische Beaufschlagung der Flüssigkeit bzw. Dispersion über zumindest einen Teil der Schichtstärke des dünnen Filmes ständig erneuert wird. Dadurch, dass die Flüssigkeit bzw. Dispersion in einem druckfesten Reaktor als dünner Film aufgetragen wird, wird die erforderliche 45 Oberfläche für den Angriff des Extraktionsmittels und den optimalen Massentransport in das komprimierte Extraktionsmittel dargeboten, wobei hier naturgemäß so wie bei der Extraktion von ver- sprühten Tröpfchen eine Gefahr der Ausbildung eines Konzentrationsgradienten über die Dicke der Tröpfchen eine Gefahr der Ausbildung eines Konzentrationsgradienten über die Dicke der 50 Schichtstärke nicht von vornherein ausgeschlossen werden kann. Dadurch, dass aber nun gleichzeitig mit der Beaufschlagung des dünnen Filmes mit dem Extraktionsmittel die Oberfläche des dünnen Filmes durch mechanische Beaufschlagung der Flüssigkeit bzw. Dispersion ständig erneuert wird, gelingt es auf den Film Scherkräfte und Walkkräfte auszuüben, welche im Inneren des Filmes entsprechende Turbulenzen zur Folge haben und in der Folge jeweils immer neue Teilbereiche der Schichtstärke an die Oberfläche fördern. Es wird somit die dünne Schicht des Filmes 55 mechanisch durchgearbeitet, wobei gleichzeitig mit derartigen mechanischen Einrichtungen die

jeweils gewünschte Filmschichtstärke eingestellt werden kann. Insgesamt lässt sich somit die Verteilung der extrahierbaren Stoffe im Film durch die mechanische Beaufschlagung jeweils immer wiederum vergleichmäßigen und eine kontinuierliche optimale Vermischung innerhalb des Filmes sicherstellen, wobei gegebenenfalls entstehende Klumpen und Aggregate durch die mechanische Beaufschlagung zerstört werden können. In besonders vorteilhafter Weise erfolgt die Erneuerung der Oberfläche des dünnen Filmes mittels Wischern, Rollen oder Rakelmessern unter gleichzeitiger Einstellung der Schichtstärke, wodurch unmittelbar die gewünschte Walkarbeit und damit die im Inneren des Filmes erwünschte Turbulenz erzeugt wird.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens weist einen druckfesten Reaktor mit wenigstens einer Aufgabeöffnung für die zu behandelnde Flüssigkeit bzw. Dispersion und das komprimierte Extraktionsmittel sowie entsprechende Austragsöffnungen auf, und ist im wesentlichen dadurch gekennzeichnet, dass die Aufgabeöffnung für die zu behandelnde Flüssigkeit bzw. Dispersion am Innenmantel des Reaktors mündet, und dass ein Rotor im Inneren des Reaktors angeordnet ist, dessen radiale Arme mit dem Flüssigkeits- bzw. Dispersionssfilm am Innenmantel des Reaktors zusammenwirken.

Durch die Verwendung eines Reaktors, in dessen Inneren ein Rotor angeordnet ist, wird die Möglichkeit geschaffen die mechanische Einwirkung auch durch zusätzliches Einwirken von Zentrifugalkräften vorzunehmen, wobei eine entsprechende rasche Rotation zur Aufbringung der gewünschten Zentrifugalkraft erfolgen kann. Bei gleichzeitigem Einwirken derartiger Zentrifugalkräfte im Inneren des Reaktors können auch schäumende Produkte besonders vorteilhaft verarbeitet werden und gegebenenfalls gebildeter Schaum wirkungsvoll zerstört werden. Gleichzeitig bildet der Rotor die Werkzeuge für die mechanische Bearbeitung des dünnen Filmes, welche im einfachsten Fall von Wischern, Rollen, Rakelmessern oder dergleichen gebildet werden können. Mit Vorteil ist die Ausbildung hierbei so getroffen, dass die radialen Arme in Richtung der Rotationsachse verlaufende Stangen, Schaber, Wischer oder Rollen tragen. Derartige Stangen, Schaber, Wischer oder Rollen können naturgemäß auch zur Rotationsachse leicht geneigt verlaufen und dies insbesondere dann, wenn der Reaktor einen im wesentlichen trichterförmig konischen Innenmantel aufweist. Bevorzugt verlaufen die Stangen, Schaber, Wischer und/oder Rollen in im wesentlichen axialer Richtung, wenn ein im wesentlichen zylindrischer Reaktor eingesetzt wird.

Für den einfachen Antrieb des Rotors kann die Ausbildung mit Vorteil so getroffen sein, dass die Rotorwelle über eine Magnetkupplung mit einem Antrieb verbunden ist.

Um das der Extraktion zu unterwerfende Medium in einfacher Weise in einen derartigen Reaktor nahe der Innenoberfläche der Reaktorwand aufbringen zu können, ist die Ausbildung mit Vorteil so getroffen, dass die Aufgabeöffnung als radiale und axiale Bohrung in einem mit dem rohrförmigen Reaktor dichtend verbindbaren Deckel ausgebildet ist, wobei ein dichtender Abschluss in einfacher Weise dadurch gewährleistet werden kann, dass der Reaktor als Rohr mit an den Rohrenden anschließenden Flanschen ausgebildet ist, und dass die druckfest und dichtend anschließbaren Deckel an den Flanschen festlegbar sind.

Die Erfindung wird nachfolgend anhand eines in der Zeichnung schematisch dargestellten Ausführungsbeispieles der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens näher erläutert. In dieser ist mit 1 ein druckfester Reaktor bezeichnet, welcher zylinder- bzw. rohrförmig ausgebildet ist. Der Reaktor 1 kann mittels eines Deckelteiles 2 und eines Bodenteiles 3 druckfest verschlossen werden, wobei die Verbindung über die Flansche 4 und 5 erfolgt. Im Deckelteil 2 ist ein Rührwerk 6 angeordnet, welches eine Magnetkupplung zum rotierenden Antreib-

40 füllungen beispielweise der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens näher erläutert. In dieser ist mit 1 ein druckfester Reaktor bezeichnet, welcher zylinder- bzw. rohrförmig ausgebildet ist. Der Reaktor 1 kann mittels eines Deckelteiles 2 und eines Bodenteiles 3 druckfest verschlossen werden, wobei die Verbindung über die Flansche 4 und 5 erfolgt. Im Deckelteil 2 ist ein Rührwerk 6 angeordnet, welches eine Magnetkupplung zum rotierenden Antreib-

45 füllungen beispielweise der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens näher erläutert. In dieser ist mit 1 ein druckfester Reaktor bezeichnet, welcher zylinder- bzw. rohrförmig ausgebildet ist. Der Reaktor 1 kann mittels eines Deckelteiles 2 und eines Bodenteiles 3 druckfest verschlossen werden, wobei die Verbindung über die Flansche 4 und 5 erfolgt. Im Deckelteil 2 ist ein Rührwerk 6 angeordnet, welches eine Magnetkupplung zum rotierenden Antreib-

50 füllungen beispielweise der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens näher erläutert. In dieser ist mit 1 ein druckfester Reaktor bezeichnet, welcher zylinder- bzw. rohrförmig ausgebildet ist. Der Reaktor 1 kann mittels eines Deckelteiles 2 und eines Bodenteiles 3 druckfest verschlossen werden, wobei die Verbindung über die Flansche 4 und 5 erfolgt. Im Deckelteil 2 ist ein Rührwerk 6 angeordnet, welches eine Magnetkupplung zum rotierenden Antreib-

55 füllungen beispielweise der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens näher erläutert. In dieser ist mit 1 ein druckfester Reaktor bezeichnet, welcher zylinder- bzw. rohrförmig ausgebildet ist. Der Reaktor 1 kann mittels eines Deckelteiles 2 und eines Bodenteiles 3 druckfest verschlossen werden, wobei die Verbindung über die Flansche 4 und 5 erfolgt. Im Deckelteil 2 ist ein Rührwerk 6 angeordnet, welches eine Magnetkupplung zum rotierenden Antreib-

60 füllungen beispielweise der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens näher erläutert. In dieser ist mit 1 ein druckfester Reaktor bezeichnet, welcher zylinder- bzw. rohrförmig ausgebildet ist. Der Reaktor 1 kann mittels eines Deckelteiles 2 und eines Bodenteiles 3 druckfest verschlossen werden, wobei die Verbindung über die Flansche 4 und 5 erfolgt. Im Deckelteil 2 ist ein Rührwerk 6 angeordnet, welches eine Magnetkupplung zum rotierenden Antreib-

65 füllungen beispielweise der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens näher erläutert. In dieser ist mit 1 ein druckfester Reaktor bezeichnet, welcher zylinder- bzw. rohrförmig ausgebildet ist. Der Reaktor 1 kann mittels eines Deckelteiles 2 und eines Bodenteiles 3 druckfest verschlossen werden, wobei die Verbindung über die Flansche 4 und 5 erfolgt. Im Deckelteil 2 ist ein Rührwerk 6 angeordnet, welches eine Magnetkupplung zum rotierenden Antreib-

70 füllungen beispielweise der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens näher erläutert. In dieser ist mit 1 ein druckfester Reaktor bezeichnet, welcher zylinder- bzw. rohrförmig ausgebildet ist. Der Reaktor 1 kann mittels eines Deckelteiles 2 und eines Bodenteiles 3 druckfest verschlossen werden, wobei die Verbindung über die Flansche 4 und 5 erfolgt. Im Deckelteil 2 ist ein Rührwerk 6 angeordnet, welches eine Magnetkupplung zum rotierenden Antreib-

75 füllungen beispielweise der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens näher erläutert. In dieser ist mit 1 ein druckfester Reaktor bezeichnet, welcher zylinder- bzw. rohrförmig ausgebildet ist. Der Reaktor 1 kann mittels eines Deckelteiles 2 und eines Bodenteiles 3 druckfest verschlossen werden, wobei die Verbindung über die Flansche 4 und 5 erfolgt. Im Deckelteil 2 ist ein Rührwerk 6 angeordnet, welches eine Magnetkupplung zum rotierenden Antreib-

80 füllungen beispielweise der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens näher erläutert. In dieser ist mit 1 ein druckfester Reaktor bezeichnet, welcher zylinder- bzw. rohrförmig ausgebildet ist. Der Reaktor 1 kann mittels eines Deckelteiles 2 und eines Bodenteiles 3 druckfest verschlossen werden, wobei die Verbindung über die Flansche 4 und 5 erfolgt. Im Deckelteil 2 ist ein Rührwerk 6 angeordnet, welches eine Magnetkupplung zum rotierenden Antreib-

85 füllungen beispielweise der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens näher erläutert. In dieser ist mit 1 ein druckfester Reaktor bezeichnet, welcher zylinder- bzw. rohrförmig ausgebildet ist. Der Reaktor 1 kann mittels eines Deckelteiles 2 und eines Bodenteiles 3 druckfest verschlossen werden, wobei die Verbindung über die Flansche 4 und 5 erfolgt. Im Deckelteil 2 ist ein Rührwerk 6 angeordnet, welches eine Magnetkupplung zum rotierenden Antreib-

Reaktors 1 in Richtung zur Austragsöffnung 15 gefördert, wobei die zu behandelnde Flüssigkeit bzw. Dispersion im ringförmigen Spalt zwischen Innenumfang 13 des Reaktors 1 und Außenumfang des Rotors nach unten gedrückt wird. In diesem Bereich wird die zu behandelnde Flüssigkeit bzw. Dispersion von den rotierenden Rollen 12 mechanisch beaufschlagt, sodass ein äußerst dünner Flüssigkeitsfilm zwischen den rotierenden Rollen 12 und dem Innenumfang 13 des Reaktors 1 ausgebildet wird. Die Dicke des Flüssigkeitsfilmes wird hierbei durch den voreingestellten Abstand der Rollen 12 zum Innenmantel 13 des Reaktors 1 bestimmt. Die Rollen 12 können eine schraubenlinienförmige Profilierung aufweisen, aber auch konisch, konkav oder konvex ausgeführt sein, wobei die Profilierung beim Abrollen entlang des Flüssigkeitsfilmes gleichzeitig eine Abwärtsbewegung des Flüssigkeitsfilmes in Richtung zur Austragsöffnung 15 begünstigt.

10 Im Gegenstrom zur zu behandelnden Flüssigkeit bzw. Dispersion wird nun ein Extraktionsmittel, vorzugsweise flüssiges oder überkritisches Kohlendioxid in den Reaktor eingeführt, wobei die entsprechende Aufgabeöffnung im Bodenteil 3 ausgebildet und mit 16 bezeichnet ist. Das Extraktionsmittel steigt im Inneren des Reaktors 1 auf und gelangt in intensiven Kontakt mit dem Flüssigkeitsfilm, wobei die dem Extraktionsmittel ausgesetzte Oberfläche des Flüssigkeitsfilmes durch den von den rotierenden Rollen 12 bewirkten Walk- bzw. Knetvorgang ständig erneuert wird. Das mit dem extrahierten Inhaltsstoff beladene Extraktionsmittel kann in der Folge über die im Deckel 2 vorgesehene Austrittsöffnung 17 abgezogen werden.

15 Ergänzend ist eine verschließbare Öffnung 18 vorgesehen, über welche während des Betriebes Proben entnommen oder verschiedene Betriebsparameter überprüft werden können. Eine weitere derartige Öffnung kann auch im Bodenteil 3 vorgesehen sein.

20 Der druckfeste Reaktor 1 ist weiters von Heiz- bzw. Kühlmanteln 19 und 20 umgeben, welche von einer Heiz- bzw. Kühlflüssigkeit und insbesondere Wasser im Gleich- oder Gegenstrom mit der zu behandelnden Flüssigkeit bzw. Dispersion durchströmt werden können.

25

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zum Extrahieren von Inhaltsstoffen, insbesondere Verunreinigungen, aus Flüssigkeiten oder Feststoffdispersionen unter Verwendung von komprimierten Extraktionsmitteln, wie zum Beispiel überkritischem oder flüssigem Kohlendioxid, dadurch gekennzeichnet, dass die Flüssigkeit bzw. Dispersion in einem druckfesten Reaktor als dünner Film aufgetragen wird und die Oberfläche des dünnen Filmes mit dem Extraktionsmittel, insbesondere Kohlendioxid, beaufschlagt wird, wobei die Oberfläche des dünnen Filmes durch mechanische Beaufschlagung der Flüssigkeit bzw. Dispersion über zumindest einen Teil der Schichtstärke des dünnen Filmes ständig erneuert wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Erneuerung der Oberfläche des dünnen Filmes mittels Wischern, Rollen oder Rakelmessern unter gleichzeitiger Einstellung der Schichtstärke erfolgt.
3. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1 oder 2 mit einem druckfesten Reaktor (1) mit wenigstens einer Aufgabeöffnung (14,16) für die zu behandelnde Flüssigkeit bzw. Dispersion und das komprimierte Extraktionsmittel sowie entsprechenden Austragsöffnungen (15,17), dadurch gekennzeichnet, dass die Aufgabeöffnung (14) für die zu behandelnde Flüssigkeit bzw. Dispersion am Innenmantel (13) des Reaktors (1) mündet, und dass ein Rotor (8) im Inneren des Reaktors (1) angeordnet ist, dessen radiale Arme mit dem Flüssigkeits- oder Dispersionssfilm am Innenmantel (13) des Reaktors (1) zusammenwirken.
4. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die radialen Arme in Richtung der Rotationsachse (9) verlaufende Stangen (11), Schaber, Wischer oder Rollen (12) tragen.
5. Vorrichtung nach Anspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Reaktor (1) einen im wesentlichen zylindrischen oder trichterförmig konischen Innenmantel (13) aufweist.
6. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 3, 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Rotorwelle (7) über eine Magnetkupplung mit einem Antrieb (6) verbunden ist.
7. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 3 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Aufga-

- beöffnung (14) als radiale und axiale Bohrung in einem mit dem rohrförmigen Reaktor (1) dichtend verbindbaren Deckel (2) ausgebildet ist.
8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 3 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass der Reaktor (1) als Rohr mit an den Rohrenden anschließenden Flanschen (4,5) ausgebildet ist und dass die druckfest und dichtend anschließbaren Deckel (2,3) an den Flanschen (4,5) festlegbar sind.

HIEZU 1 BLATT ZEICHNUNGEN

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

