

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 808 890 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
26.11.1997 Patentblatt 1997/48

(51) Int. Cl.⁶: C11B 3/10, C10G 53/08

(21) Anmeldenummer: 97108383.7

(22) Anmeldetag: 23.05.1997

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE FR GB NL SE

(30) Priorität: 23.05.1996 DE 19620695

(71) Anmelder:
ÖHMI FORSCHUNG UND INGENIEURTECHNIK
GmbH
39114 Magdeburg (DE)

(72) Erfinder:
• Transfeld, Peter, Dr. Dipl.-Ing.
39126 Magdeburg (DE)

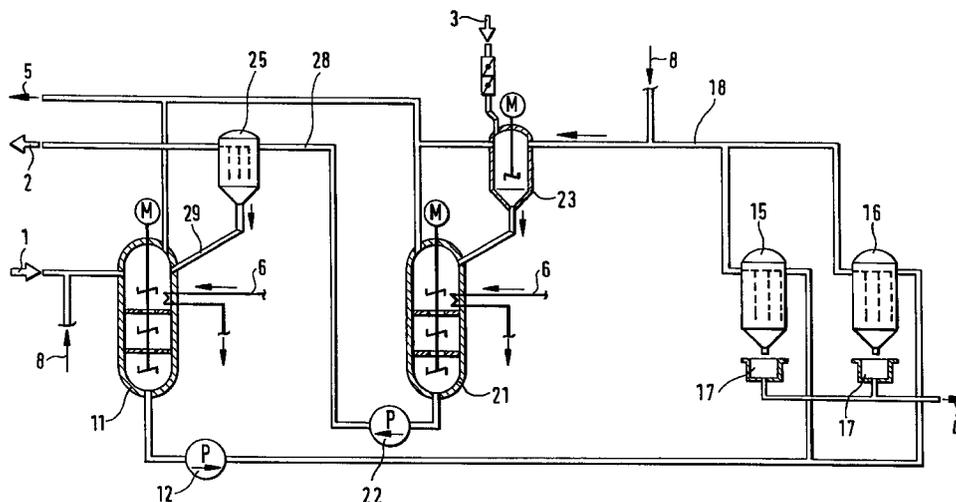
• Börner, Gunter, Dipl.-Ing.
39171 Langenweddingen (DE)
• Schneider, Matthias, Dipl.-Ing.
39124 Magdeburg (DE)

(74) Vertreter:
Einsel, Martin, Dipl.-Phys.
Patentanwalt,
Jasperallee 1A
38102 Braunschweig (DE)

(54) Verfahren und Vorrichtung zur adsorptiven Reinigung von pflanzlichen und/oder mineralischen Ölen und Fetten

(57) Ein Verfahren und eine Vorrichtung zur adsorptiven Reinigung von pflanzlichen und/oder mineralischen Ölen und Fetten arbeitet in mehrstufigem Gegenstromprozeß. Ungereinigtes Öl wird einer ersten Stufe zugeführt und dort mit bereits benutztem und teilweise beladenem Adsorbens kontaktiert und vorgereinigt. Es wird dann einer ersten Trennstufe zugeführt. Nach Durchlaufen dieser ersten Trennstufe wird es dann in einer zweiten Stufe mit frischem Adsorbens kontaktiert und dann einer zweiten Trennstufe zugeführt. Nach diesem Verfahrensschritt wird das gerei-

nigte und gebleichte Öl oder Fett zur Weiterverarbeitung geführt. Die in der zweiten Trennstufe aus dem Öl herausgetrennten Bestandteile werden als bereits benutztes und teilweise beladenes Adsorbens wieder im ersten Verfahrensschritt eingesetzt. Dabei werden diese Bestandteile als pumpfähiger Schlamm gewonnen und/oder aufbereitet und unter Luftaustausch in die erste Stufe zu dem ungereinigten Öl gefördert.



EP 0 808 890 A2

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur adsorptiven Reinigung von pflanzlichen und/oder mineralischen Ölen und Fetten im mehrstufigen Gegenstromprozeß.

Solche Verfahren und Vorrichtungen sind beispielsweise aus der DE 41 24 331 C2 bekannt.

Es wird das Rohmaterial, also das ungereinigte Öl oder Fett, zunächst einer ersten Stufe zugeführt, in der eine Kontaktierung mit bereits benutztem und teilweise beladenem Adsorbens erfolgt. Die so kontaktierte und vorgereinigte Substanz wird in einer ersten Trennstufe getrennt, das nun stark beladene Adsorbens wird dem Prozeß entnommen, das schon teilweise gereinigte und gebleichte Öl oder Fett verbleibt im Prozeß. Es wird nunmehr mit frischem Adsorbens kontaktiert, das von außen in den Prozeß eingeführt wird. Dieser Vorgang findet in einer zweiten Stufe statt. Diese Mischung aus kontaktiertem frischem Adsorbens und vorgereinigtem Öl entzieht dem Öl im wesentlichen die letzten unerwünschten Ölbegleitstoffe und wird einer zweiten Trennstufe zugeführt. Die zweite Trennstufe läßt dann nur noch das fertige gereinigte Öl bzw. Fett passieren.

Diese zweite Trennstufe hält nun also das enthaltene Adsorbens und die sonstigen, von diesem Adsorbens aufgenommenen Bestandteile zurück. Dieses Adsorbens - das ist der Kerngedanke eines Gegenstromsystems - soll nun in der ersten Stufe dem ungereinigten Öl zugesetzt werden, da das nur teilweise beladene Adsorbens dort seinen Reinigungszweck noch erfüllen kann.

Dieser Prozeß hat sich jedoch als problematisch erwiesen. In der Praxis wird im Regelfalle dieser Einsatz doch nicht vorgenommen und das teilweise beladene Adsorbens ausgesprochen ressourcenschädigend und wenig umweltfreundlich direkt entsorgt. Es wird noch versucht, in der Trennstufe einen möglichst trockenen Filterkuchen zu erhalten, der sich auf diese Weise in der Trennstufe ansammeln und dann nach entsprechendem Transport vielleicht doch dem ersten Verfahrensschritt wieder zusetzen läßt. Regelmäßig ist es dabei schwierig, das System zu öffnen und dabei den schädigenden Sauerstoff in möglichst geringem Maße zutreten zu lassen. Hieran scheitern solche Verfahren oder lassen zumindest unbefriedigende Ergebnisse entstehen.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren und eine Vorrichtung vorzuschlagen, mit der diesem Problem entgegengewirkt werden kann.

Diese Aufgabe wird bei einem Verfahren dadurch gelöst, daß in der zweiten Trennstufe die aus dem Öl oder Fett herausgefilterten Bestandteile als pumpfähiger Schlamm gewonnen und/oder aufbereitet und unter Luftausschluß in die erste Stufe zu dem ungereinigten Öl oder Fett gefördert werden.

Bei einer Vorrichtung wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß die zweite Trennstufe eine Vorrichtung aufweist, welche die herausgetrennten Bestandteile als

pumpfähigen Schlamm aufbereitet und diesem über eine Leitung unter Luftabschluß der ersten Stufe zuführbar ist.

Mit dieser Maßnahme wird das Problem gelöst. Statt des bisher in allen bekannten Anlagen angestrebten möglichst trockenen und damit für Sauerstoffzutritt vielleicht unanfälligen Filterkuchens wird hier ganz bewußt Wert auf einen nicht nur feuchten, sondern sogar pumpfähigen Schlamm gelegt. Dieser pumpfähige Schlamm läßt sich nämlich ohne manuellen Eingriff innerhalb des Systems transportieren, und es ist auch möglich, dabei den Sauerstoffkontakt völlig auszuschließen. Das System muß nun nämlich an keiner Stelle mehr geöffnet werden, um mit dem Filterkuchen in irgendeiner Form umzugehen. Stattdessen wird er aus der zweiten Trennstufe direkt in die allererste Stufe zurückgepumpt.

Als Adsorbens kommt in erster Linie Bleicherde in Betracht; diese Bezeichnung wird im folgenden verwendet, ohne daß dies eine Einschränkung auf diesen Adsorbentyp bedeuten soll. Möglich ist auch der Einsatz von Aktivkohle und Silikagel, z.B. Trisyl, oder auch von Mischungen; die Bleicherde kann natürlich oder aktiviert sein.

Bevorzugt ist die Konsistenz des Schlamms zu nennen, etwa wie folgt: Der Flüssigkeitsanteil beträgt über 30 %, um eine gute Pumpfähigkeit zu gewährleisten. Er sollte auch unter 80 % liegen, da eine noch höhere Flüssigkeitsanteilmenge nicht erforderlich ist und sich auf diese Weise die Ölrückvermischung im Rahmen hält. Um den Schlamm pumpfähig zu halten, wird einfach mehr Öl in in der Trennstufe zurückgehalten und weiterverwendet und wieder in die erste Stufe zurückgegeben. Dies ist durchaus effektiv, muß aber natürlich nicht unbegrenzt stattfinden.

Die Temperatur sollte nach Möglichkeit über 60° C liegen, da auch dieses der Pumpfähigkeit sehr entgegenkommt. Bei bekannten Verfahren wird meistens versucht, diese Temperatur möglichst niedrig zu halten, da hohe Temperaturen natürlich bei Luftkontakt sofort die Reaktion mit dem schädigenden Sauerstoff fördern. Dieses Risiko spielt erfindungsgemäß keine Rolle mehr, so daß der Vorteil der hohen Temperatur genutzt werden kann, ohne den im Stand der Technik gegebenen gleichzeitigen Nachteil in Kauf nehmen zu müssen.

In der zweiten Trennstufe wird bevorzugt ein Kerzenfilter oder Kerzendruckfilter eingesetzt. Dieser Filtertyp ist auch unter den Namen Puls Tube Filter oder Cricket-Filter oder Contibac-Filter verschiedener Anbieter bekannt.

Anstelle dieser Filter wäre als zweite Trennstufe allerdings auch der Einsatz anderer Filter, beispielsweise kontinuierlich arbeitender Filter, oder von Hydrozyklonen möglich, ist aber weniger bevorzugt.

Es findet bevorzugt ein diskontinuierlicher Kuchenabwurf statt, wobei der Filterkuchen (oder Filterschlamm bzw. Schlamm - siehe oben) im Filter gepuffert wird, so daß kein Zusatzbehälter erforderlich ist. Die Abgabe aus der zweiten Trennstufe erfolgt in

kontinuierlicher Dosierung; dieser kontinuierliche Strom kann ggf. bei jeweils den Kuchenabwürfen unterbrochen werden, um Störungen und Beeinflussungen zu vermeiden.

Diese kontinuierliche Förderung des Filterkuchens/Filterschlammes führt direkt in die erste Stufe zu dem ungereinigten Öl oder Fett.

Dabei kann diese Dosierung auch zusätzlich noch gesteuert werden, und zwar so, daß etwa zwischen zwei Kuchenabwürfen die Leerung des Konus jeweils erfolgt. Dies kann einfach durch Feststellung der Menge des im Konus befindlichen Filterkuchens und dann entsprechende zeitlich dosierte Entleerung erfolgen.

Mit einer solchen Steuerung können zwei ungünstige Fälle ausgeschlossen werden: Falls nämlich zu wenig Schlamm abgefördert würde, würde sich das Filter bei jedem Filterkuchenabwurf mehr mit dem Schlamm füllen; wird dagegen zuviel Filterkuchen/Filterschlamm abgeführt, so würde schon vor dem nächsten Filterkuchenabwurf im Filter kein Filterschlamm mehr vorhanden sein, also die kontinuierliche Abgabe gefährdet sein und eine Lücke in der Vorbleichung entstehen.

Solche Lücken würden zwar nicht die Funktionsweise des Systems insgesamt gefährden, aber zu einer schlechteren Funktionsfähigkeit führen.

In der ersten Trennstufe kann beispielsweise ein Plattenfilter oder Niagara-Filter eingesetzt werden, das in herkömmlicher normaler Fahrweise benutzt wird.

Bevorzugt ist es ferner, wenn Säure, insbesondere Phosphorsäure oder Zitronensäure, beigemischt wird. Die Säurezugabe kann durch weitere Wasserzugabe ergänzt werden. Die Säuremenge selbst sollte maximal 3000 ppm betragen, die Wassermenge maximal 0,6 %.

Durch die Säure- und Wasserzugabe wird eine Verbesserung der Filtration in den Filtern, aber auch eine Verbesserung des Bleicheffektes erzielt. Dabei wird insbesondere die Säure- und Wasserzugabe vor der ersten Stufe, also vor dem ersten Bleicher erfolgen.

Im folgenden wird anhand der Zeichnung ein bevorzugtes Ausführungsbeispiel der Erfindung näher beschrieben. Es zeigt:

Figur 1 eine schematische Darstellung des erfindungsgemäßen Verfahrens.

Zur leichteren Verständlichkeit des Schaubildes sei zunächst das Ziel des Verfahrens erläutert: Es wird ungereinigtes Öl 1 oder Fett zugeführt, in der Anlage wie noch im folgenden beschrieben behandelt und verläßt als gereinigtes und gebleichtes Öl 2 oder Fett den Prozeß. Hier und im übrigen sind Öle und Fette pflanzlicher und/oder mineralischer Herkunft jeweils alle gemeint; das Verfahren läßt sich auf eine Vielzahl unterschiedlicher Öle und Fette anwenden.

Zu dem Reinigungsprozeß muß frische Bleicherde 3 (oder ein anderes Adsorbens) zugeführt werden; dieses Adsorbens verläßt ebenfalls nach mehreren Verfahrensschritten als beladenes Adsorbens 4 zusammen

mit den unerwünschten Ölbegleitstoffen bzw. Bestandteilen des Öles oder Fettes, beispielsweise den Farbstoffen, den Prozeß.

Verschiedene Verfahrensschritte müssen bei Unterdruck und Luftabschluß durchgeführt werden, deshalb ist ein Vakuum 5 anzulegen; die verschiedenen Verfahrensschritte laufen unter der Zufuhr von Dampf 6, und in bevorzugten Ausführungsbeispielen wird Wasser und/oder Säure 8 zugegeben.

Das ungereinigte Öl 1 (oder Fett) wird ggf. gemeinsam mit Säure 8 einer ersten Stufe 11 zugeführt. In dieser ersten Stufe 11 wird es mit bereits benutztem und teilweise beladenem Adsorbens in Kontakt gebracht, wobei ein Motor M für eine kräftige Durchmischung sorgt und Dampf 6 zur Temperierung des Öls zugeführt wird. Die Einzelheiten der Stufe 11 entsprechen dem Üblichen, es ist ein Rührer neben diversen Schikanen vorgesehen. Das teilweise beladene Adsorbens nimmt von der stark verunreinigten Ölfüssigkeit aufgrund der Gefällewirkung noch entsprechende Ölbegleitstoffe oder Farbstoffe an, die von dem Öl auf diese Weise abgegeben werden. Die gesamte Mischung wird dann über eine Pumpe 12 aus der Stufe 11 abgeführt und in der Figur 1 nach rechts in eine erste Trennstufe überführt. Um einen regelmäßigen, kontinuierlichen Betrieb zu gewährleisten, weist die erste Trennstufe zwei Filter 15 und 16 auf, die parallel geschaltet sind und abwechselnd arbeiten: Immer dann, wenn einer der beiden Filter 15 bzw. 16 gereinigt werden muß, läuft der jeweils andere.

Die Filter 15, 16 der ersten Trennstufe filtern aus der zugeführten Mischung nun das jetzt stark beladene Adsorbens mit allen unerwünschten Ölbegleitstoffen und Farbbestandteilen heraus und sammeln sie in schematisch angedeuteten Auffangbehältern 17. Von dort werden sie dem Kreisprozeß entnommen, wie durch den Pfeil 4 dargestellt. Bei den Filtern 15 und 16 handelt es sich z.B. um Niagara-Filter oder Plattenfilter.

Das Öl oder Fett ist nunmehr vorgereinigt und verläßt als solches - gekennzeichnet mit 18 - die erste Trennstufe 15, 16. Unter Umständen kann wiederum Säure 8 oder Wasser zugeführt werden. Dieses nunmehr vorgereinigte Öl 18 wird in einem Rührer 23 mit frischem Adsorbens 3 zusammengemischt, diese Mischung wird aus dem Rührer 23 dann in die zweite Stufe 21 zugeführt. Auch hier wird Dampf 6 zur Temperierung des Öls zugeführt, sowohl im Rührer 23 als auch in der zweiten Stufe 21 ist wiederum Vakuum 5 angelegt. Die Funktionsweise der zweiten Stufe 21 ist der ersten Stufe 11 im Grunde ähnlich: Die Gefällewirkung führt hier dazu, daß das frische Adsorbens 3 dem vorgereinigten Öl 18 die noch enthaltenen Farbstoffe und Ölbegleitstoffe wiederum effektiv entziehen kann. Diese Mischung wird über die Pumpe 22 nun wiederum angefordert und als Mischung 28 aus relativ gut gereinigtem Öl und Adsorbens mit den entsprechenden Beladungen und Farbpartikeln einer zweiten Trennstufe 25 zugeführt.

Diese zweite Trennstufe 25 ist das Kernstück der

Anlage bzw. der Erfindung. Die zweite Trennstufe 25 weist ein Kerzenfilter oder ein Kerzendruckfilter auf, in der Branche auch als Puls Tube Filter oder Cricket-Filter oder Contibac Filter bekannt. Diese Filter sind in ihrem unteren Bereich mit einem Konus versehen. Diskontinuierlich wird von den Filterkerzen der sich auf dem Filtergewebe bildende Filterkuchen, bestehend aus beladenem Adsorbens und Öl, abgeworfen. Dieser Abwurf erfolgt dabei so, daß der entstehende Filterkuchen noch schlammförmig ist, also einen im Vergleich zum Stand der Technik verhältnismäßig großen Ölanteil noch enthält. Dieser Flüssigkeitsanteil beträgt zwischen 30 % und 80 % des gebildeten Filterschlammes. Dieser Filterschlamm fällt unten in den Konus und füllt diesen bis zu einer bestimmten Höhe. Diese Füllhöhe wird durch geeignete Sensoren abgefühlt, die auf diese Weise eine entsprechende Kenntnis über den Füllungszustand vermitteln. Abhängig von diesem Füllungszustand steuern sie nun die Geschwindigkeit der kontinuierlichen Weiterführung des Filterschlammes bzw. Filterkuchens 29. Dieser wird nämlich ständig und nur eben in seiner Menge dosiert aus dem Konus der zweiten Trennstufe 25 in die erste Stufe 11 zu dem dort zugeführten ungereinigten Öl 1 bzw. Fett zugeführt, also an den Anfang des Verfahrens. Der Filterschlamm wird nun also als das bereits oben erwähnte, benutzte und teilweise beladene Adsorbens 29 eingesetzt und mit dem ungereinigten Öl vermischt. Das Verfahren läuft dann also mit ihm weiter.

Die kontinuierliche Zufuhr von teilweise beladenem Adsorbens aus der zweiten Trennstufe 25 zur ersten Stufe 11 kann ohne Störung des Verfahrens gelegentlich unterbrochen werden, wenn beispielsweise während des Filterkuchenabwurfs keine Störungen durch die Leitung in die erste Stufe gelangen sollen. Wenn über einen mehr oder weniger kurzen Zeitraum die Zufuhr von Filterschlamm unterbrochen wird, hat das auf den eigentlichen Reinigungsvorgang kaum Einfluß.

Der Füllungsstand im Konus der zweiten Trennstufe 25 bewegt sich periodisch zwischen 0 % und 100 %. Unmittelbar vor einem Filterkuchenabwurf ist der Füllungsstand etwa 0 %, wenn nämlich der Filterkuchen aus der vorhergehenden Filterabreinigung in die Stufe 11 gepumpt ist. Unmittelbar nach einem Filterkuchenabwurf beträgt der Füllungsstand 100 %.

Die zweite Trennstufe 25 selbst verläßt nach der Filtrierung dann das fertig gereinigte Öl bzw. Fett bei 2.

Patentansprüche

1. Verfahren zur adsorptiven Reinigung von pflanzlichen und/oder mineralischen Ölen und Fetten im mehrstufigen Gegenstromprozeß, bei dem ungereinigtes Öl (1) oder Fett in einer ersten Stufe (11) mit bereits benutztem und teilweise beladenem Adsorbens (29) kontaktiert und vorgereinigt und dann einer ersten Trennstufe (15, 16) zugeführt wird sowie das so vorgereinigte und vorgetrennte Öl (18) oder Fett dann in einer zweiten Stufe (21, 23)

mit frischem Adsorbens (3) kontaktiert und dann einer zweiten Trennstufe (25) zugeführt und nach der zweiten Trennung als gereinigtes und gebleichtes Öl (2) oder Fett zur Weiterverarbeitung geführt wird, wobei aus der zweiten Trennstufe (25) die aus dem Öl (28) oder Fett herausgetrennten Bestandteile als bereits benutztes und teilweise beladenes Adsorbens (29) für den ersten Verfahrensschritt eingesetzt werden,

dadurch gekennzeichnet, daß in der zweiten Trennstufe (25) die aus dem Öl (28) oder Fett herausgetrennten Bestandteile als pumpfähiger Schlamm gewonnen und/ oder aufbereitet und unter Luftausschluß in die erste Stufe (11) zu dem ungereinigten Öl (1) oder Fett gefördert werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Konsistenz des pumpfähigen Schlammes in der zweiten Trennstufe (25) einen Flüssigkeitsanteil von mehr als 30 % und von vorzugsweise weniger als 80 % aufweist.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Konsistenz des Schlammes in der zweiten Trennstufe (25) eine Temperatur von mehr als 60° C aufweist.
4. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, daß** in der zweiten Trennstufe (25) ein Filter eingesetzt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** in der zweiten Trennstufe (25) von dem Filter ein diskontinuierlicher Kuchenabwurf in einen Konus im unteren Bereich des Filters erfolgt, wobei die Leerung des Konus kontinuierlich mit Unterbrechungen während des Kuchenabwurfes erfolgt.
6. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, daß** in das Verfahren Säure zugegeben wird.
7. Verfahren nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** die zugegebene Säuremenge unterhalb von 3000 ppm liegt.
8. Verfahren nach Anspruch 6 oder 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** zusätzlich eine Wasserzugabe erfolgt.
9. Verfahren nach Anspruch 6, 7 oder 8,

dadurch gekennzeichnet,
daß als Säure Phosphorsäure oder Zitronensäure eingesetzt wird.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 9, 5
dadurch gekennzeichnet,
daß die Zugabe der Säure und ggf. des Wassers vor der ersten Stufe oder hinter der ersten Trennstufe (15, 16) erfolgt. 10
11. Vorrichtung zur adsorptiven Reinigung von pflanzlichen und/oder mineralischen Ölen und Fetten in einem mehrstufigen Gegenstromprozeß, mit einer Führung des zu reinigenden Öles (1) oder Fettes in Reihe durch eine erste Stufe (11), eine erste Trennstufe (15, 16), eine zweite Stufe (21) und eine zweite Trennstufe (25), die vom gereinigten Öl (2) oder Fett verlassen wird, wobei eine Adsorbenszufuhr zwischen der ersten Trennstufe (15, 16) und der zweiten Stufe (21) und eine Zufuhr von bereits benutztem und teilweise beladenem Adsorbens in der ersten Stufe (11) vorgesehen ist, 15
dadurch gekennzeichnet,
daß die zweite Trennstufe (25) eine Vorrichtung aufweist, welche die herausgetrennten Bestandteile als pumpfähigen Schlamm aufbereitet und dieser über eine Leitung unter Luftabschluß der ersten Stufe (11) zuführbar ist. 20
25
12. Vorrichtung nach Anspruch 11, 30
dadurch gekennzeichnet,
daß die zweite Trennstufe (25) einen Kerzenfilter oder Kerzendruckfilter aufweist. 35
- 40
- 45
- 50
- 55

