

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung	1
1.1.	Ziel der Arbeit	4
2.	Stand der Entwicklung	6
2.1.	Extraktion viskoser Medien mit verdichteten Gasen	6
2.1.1.	Verfahrensvorschläge zur Batchextraktion	6
2.1.2.	Die Hochdruck-Düsenextraktion	8
2.1.3.	Verfahrensvorschläge zur Gegenstromextraktion	9
2.1.4.	Verfahrensvorschlag zur Extraktion im statischen Mischer	12
2.1.5.	Zusammenfassende Beurteilung der Verfahrens- vorschläge	13
2.2.	Zerstäubungsprinzipien	14
2.2.1.	Tropfenstabilität	14
2.2.2.	Einfluß der Turbulenz auf die Tropfenbildung	15
2.2.3.	Einstoffdruckdüsen	17
2.2.4.	Rotationszerstäuber	17
2.2.5.	Pneumatische Zerstäuberdüsen (Zweistoffdüsen)	17
2.2.6.	Verdüsung viskoser Medien	20
2.3.	Erzeugung von Mikropartikeln unter Anwendung überkritischer Medien	21
2.3.1.	Schnellentspannung überkritischer Lösungen	21
2.3.2.	Ausfällung in einem überkritischen Fluid	25
2.3.3.	Partikelbildung aus einer mit einem kompressiblen Medium gesättigten Lösung	28
2.3.4.	Übertragbarkeit auf die Extraktion viskoser Medien	29
2.4.	Einordnung der Arbeit	30
3.	Verfahrensentwicklung	32
3.1.	Die einzelnen Stoffe und Fraktionen	32
3.1.1.	Die chemische Struktur der Lipidfraktionen von rohem Sojalecithin	32
3.1.2.	Dichten	34
3.1.3.	Viskosität von Kohlendioxid	35
3.1.4.	Kompressibilität von Kohlendioxid	37
3.2.	Das System Sojalecithin-Sojaöl	39
3.2.1.	Dichtemessung an rohem Sojalecithin	40
3.2.2.	Viskositätsmessungen an rohem Sojalecithin	40
3.3.	Das System Sojaöl-Kohlendioxid	43
3.3.1.	Löslichkeit von Sojaöl in Kohlendioxid	43
3.3.2.	Löslichkeit von Kohlendioxid in Sojaöl	46
3.3.3.	Diffusion von Sojaöl in Kohlendioxid	47

VI

3.3.4.	Dichte und Viskosität von mit Sojaöl beladenem Kohlendioxid.....	49
3.4.	Das System Sojalecithin-Sojaöl-Kohlendioxid.....	49
3.4.1.	Viskositätsverhalten von rohem Sojalecithin mit eingelöstem Kohlendioxid.....	49
3.4.2.	Grenzflächenspannung zwischen rohem Sojalecithin und Kohlendioxid.....	52
3.5.	Kreislaufprozeß.....	57
3.5.1.	Versuchsanlage	57
3.5.2.	Auswahl und Betrieb der Kreislaufpumpe	59
3.5.3.	Quasikontinuierlicher Betrieb.....	66
3.6.	Verdüsungseinrichtung.....	67
3.6.1.	Zur Verdüsung mit verdichteten Gasen.....	67
3.6.2.	Hochturbulente Querstromverdüsung	69
3.7.	Extraktionsstrecke	72
3.8.	Drücke und Temperaturen.....	73
3.8.1.	Extraktionsbedingungen	73
3.8.2.	Abscheidebedingungen.....	74
3.9.	Energetische Analyse	74
3.9.1.	Darstellung im T,s-Diagramm	75
3.9.2.	Spezifischer Energiebedarf.....	76
4.	Versuchsdurchführung und Meßmethoden.....	78
4.1.	Durchführung der Extraktionsversuche.....	78
4.2.	Analyse des entölte Lecithins	79
4.2.1.	Dünnschichtchromatographie	80
4.2.2.	Partikelanalyse	80
4.3.	Fluidbeladung in der Extraktionsstrecke.....	81
5.	Experimentelle Ergebnisse.....	83
5.1.	Partikelanalyse des Raffinats.....	83
5.1.1.	Formfaktor	83
5.1.2.	Äußere Oberfläche	83
5.1.3.	Partikelgrößenbereich.....	84
5.1.4.	Innere Oberfläche.....	85
5.2.	Raffinatentölungsgrad	86
5.2.1.	Einfluß der Extraktionstemperatur.....	87
5.2.2.	Einfluß des Extraktionsdruckes	90
5.3.	Verlauf der Fluidbeladung in der Extraktionsstrecke	91
5.3.1.	Darstellung der Beladungsprofile	91
5.3.2.	Einfluß der Extraktionsbedingungen auf das Beladungsprofil.....	93
6.	Modellbildung.....	94
6.1.	Die Sprühtrocknung als analoges Verfahren	94

VII

6.1.1.	Verfahrensführung und Prozeßparameter.....	95
6.1.2.	Kinetik	96
6.2.	Modellvorstellungen zur Sprühtrocknung	98
6.2.1.	Analytische Lösungen	99
6.2.2.	Numerische Berechnungen mit Gesamtbilanzen	100
6.2.3.	Numerische Berechnungen mit differentiellen Bilanzen	101
6.3.	Anforderungen an ein Extraktionsmodell.....	105
6.4.	Tropfenbildung in der Verdüsung.....	106
6.5.	Charakterisierung der turbulenten Zweiphasen- strömung	109
6.5.1.	Geschwindigkeitsprofil im Sprühkegel	109
6.5.2.	Übergang vom Sprühkegel zur turbulenten Rohrströmung.....	114
6.5.3.	Impulsbilanz in der zweiphasigen Strömung.....	115
6.5.4.	Turbulenzgrad	118
6.6.	Stofftransport zwischen Partikel und Fluid	120
6.6.1.	Massenbilanz.....	120
6.6.2.	Auswahl eines geeigneten Stofftransportmodelles	121
6.6.3.	Das Modell des schrumpfenden Kerns.....	122
6.6.4.	Einfluß der Partikelstruktur auf den Stofftransport.....	123
6.6.5.	Partikelagglomeration und -fragmentation	124
6.7.	Modellierungsergebnisse	125
6.7.1.	Einfluß des Massenstromverhältnisses.....	125
6.7.2.	Einfluß der Modellierungsparameter	126
6.7.3.	Anpassung der Beladungsprofile	128
6.7.4.	Verlauf der Partikelbeladung	130
6.8.	Diskussion der Modellierungsergebnisse	131
6.8.1.	Beladungsverlauf.....	131
6.8.2.	Modellierungsparameter	132
6.8.3.	Restölgehalte.....	133
7.	Anwendbarkeit des Verfahrens auf andere Ausgangsmaterialien.....	136
7.1.	Ausführungsformen für die Mischeinrichtung	136
7.2.	Ausführungsformen für die Extraktionszone.....	137
7.3.	Anwendungsbeispiele.....	138
7.3.1.	Ölige Systeme	138
7.3.2.	Wässrige Systeme.....	138
8.	Zusammenfassung	141
9.	Literatur.....	143
10.	Anhang.....	157