

19. Feb. 1988

*F. Emch*

Diss. ETH 8485

# Eine Drehtellerkolonne zur schonenden Gewinnung von Aromastoffen aus flüssigen Lebensmitteln

Abhandlung

zur Erlangung des Titels eines  
Doktors der Technischen Wissenschaften  
der

EIDGENÖSSISCHEN TECHNISCHEN HOCHSCHULE  
ZÜRICH

vorgelegt von

HEINI MENZI

geboren am 3. Mai 1956

von Filzbach GL und Tongala, Vic. Australien

Angenommen auf Antrag von

Prof. Dr. F. Emch, Referent

Prof. Dr. Chr. Trepp, Korreferent

Zürich 1988

Zentralstelle der Studentenschaft

## 7. ZUSAMMENFASSUNG

Mit dem Ziel, die Abtrennung flüchtiger Aromastoffe aus Flüssigkeiten schonender und effizienter durchzuführen, als dies mit Dampfstrippen auf einer Glockenbodenkolonne möglich ist, wurde eine Trennkolonne aufgebaut, die bis heute kaum Verwendung findet. Die sogenannte Drehtellerkolonne besteht aus einer Serie feststehender und rotierender, konischer, sich nach oben öffnender Teller. Eine Welle trägt rotierende und die Kolonnenwand nimmt feststehende Teller auf, welche abwechselungsweise angeordnet sind, so dass die oben zugeführte Flüssigkeit die Kolonne Stufe um Stufe in radial gegensinniger Weise durchfließt. Der Stripdampf tritt unten in die Kolonne ein und bewegt sich im Gegenstrom zur Flüssigkeit nach oben. Zur Beschleunigung sowie zur Verbesserung der Turbulenz der Gasphase tragen die rotierenden Teller an ihrer Unterseite je zwei radial angebrachte Flossen. Im Vergleich zu einer sehr ähnlich dimensionierten Glockenbodenkolonne mit 7 Böden zeichnet sich die Drehtellerkolonne mit 30 Tellerpaaren aus durch eine massiv verkürzte mittlere Verweilzeit, engere Verweilzeitspektren, einen um ca. 80% reduzierten Holdup und eine rund achtmal vergrößerte Trennleistung. Der Druckabfall über die Kolonne ist durch Anzahl und Art der Anbringung von Flossen an den rotierenden Tellern sowie die Drehzahl beeinflussbar. Die vorliegende Kolonne mit einer Nennweite von 200 und einem Tellerabstand von 7 mm ergibt beispielsweise bei einer Drehzahl von 600 rpm, 60 kg/h Flüssigkeits- und 2 m<sup>3</sup>/h Gasbelastung einen Druckabfall von 6 mbar.

Mit Hilfe verschiedener aromahaltiger Flüssigkeiten wurden die Abtrenn- und Konzentriereigenschaften der Kolonne überprüft. Apfel- und Birnenaroma setzen sich aus leichtflüchtigen Stoffen zusammen. Deren Abtrennung und Anreicherung erfordert im Vergleich zu schwerflüchtigen Aromastoffen, wie sie beispielsweise in Passionsfruchtsaft vorliegen, nur wenige Trennstufen, wobei die Abtrennung von Birnenaroma etwas höhere Ansprüche stellt. Apfelaromastoffe lassen sich

bis auf 15,000-fache Ausgangsstärke nahezu verlustlos anreichern. Birnenaroma enthält stets eine grössere Menge Aethanol, was den möglichen Anreicherungsgrad der eigentlichen Aromastoffe ohne weitere Massnahmen zu ergreifen begrenzt. Die typischen Birnenester sind trotz Siedepunkten von über 200 °C gut wasserdampflich.

Passionsfruchtsaftaroma setzt sich aus leicht- und schwerflüchtigen Substanzen zusammen. Die Verarbeitung des viskosen, stärkehaltigen Saftes gelingt mit der Drehtellerkolonne problemlos. Die Aromaausbeute liegt bei 50%. Beim Strippen von Passionsfruchtsaft auf der Glockenbodenkolonne trennt sich infolge ungenügender Turbulenz auf den Böden die Flüssigkeit in Serum und Feststoff. Dies bedeutet ein Absinken des Verstärkungsverhältnisses und eine Blockierungsgefahr der Kolonne.

Die Aromagewinnung aus Kakaobrüdenkondensat und Kaffee-Extrakt hat sehr komplex zusammengesetzte Aromen zu bewältigen. Insbesondere Kaffee-Extrakt weist eine Vielzahl schwerflüchtiger Komponenten auf, die nur mit grosser Striprate und hoher Trennstufenzahl zu gewinnen sind. Dabei ist zu beachten, dass die manchmal mit grossem Aufwand abgetrennten einzelnen Inhaltsstoffe unter Umständen für die Qualität des Aromas nicht von entscheidender Bedeutung sind.

Orangenschalenöl besteht bis zu 95% aus Limonen. Für die Herstellung qualitativ hochstehender Aromen muss der Gehalt an diesem Terpenkohlenwasserstoff gesenkt werden. Mit Hilfe einer Vakuumdestillation über 30 und mehr Trennstufen gelingt es, die ähnliche Flüchtigkeiten aufweisenden interessierenden Kopfkompenten vom Limonen und vom Rest des Orangenschalenöls abzutrennen. Ein weiterer Destillationsschritt separiert das Limonen von schwererflüchtigen Inhaltsstoffen, die ihrerseits viel zum typischen Orangenaroma beitragen. Eine Vermischung der ersten Fraktion mit dem Rückstand der zweiten Destillation ergibt ein frisches und fruchtiges Aroma.

Die Drehtellerkolonne lässt auch die Verarbeitung feststoffhaltiger Flüssigkeiten zu. Falls sich der Feststoff durch die in der Kolonne auftretende Turbulenz in Schweben halten lässt,

und die maximale Partikelgrösse kleiner ist, als der Abstand zwischen den Flossen und den feststehenden Tellern ausmacht, so strömt der aufgeschwemmte Feststoff ungehindert durch die Kolonne. Versuche mit vergorener, gemahlener Zwetschgenmaische und mit gemahlenden Orangenfrüchten lieferten gute Aromen.

### **Summary**

The aim was to separate volatile aroma components from liquids more carefully and more efficiently than with steam stripping on a bubble cap column. For this reason a new column was built which is rather seldomly used in industry. The so-called Spinning Cone Column (SCC) is made of a series of fixed and spinning cones. A shaft bears the spinning cones and the fixed ones are attached to the wall of the column. The cones are mounted alternately so that the liquid fed to the top of the column flows from one cone to another to the outlet of the column. The stripping steam enters the column at the bottom and flows to the top of the column counter-currently to the liquid. The spinning cones have two fins each to accelerate the gas phase and to increase turbulence. In comparison with a similarly-sized bubble cap column with 7 trays an SCC with 30 cone sets distinguishes itself by a heavily reduced residence time, a narrower residence time spectrum, a holdup reduced by 80% and a separating efficiency eight times higher. Pressure drop over the column is adjustable by the speed and the number of installed fins. The SCC used here has a pressure drop of 6 mbar at 600 rpm, 60 kg/h liquid feed and 2 m<sup>3</sup>/h gas flow.

Separating and rectifying efficiency was checked with several liquids containing volatile aroma components. Apple and pear aroma components are highly volatile. Their separation and concentration requires only a few transfer stages compared to the concentration of aroma components with low volatility as passionfruit juice. Apple aromas may easily be concentrated up to 15,000 times their original strength. Pear aroma always

contains a higher amount of ethanol which limits the possible concentration of the aroma components. Typical pear esters can be steam stripped despite their high boiling point of more than 200 °C.

Passionfruit aroma is composed of highly and heavily volatile components. Processing of viscous juice containing starch is no problem on an SCC. The yield of aroma components is approximately 50%. Stripping passionfruit juice on a bubble cap column results in separating the juice into solids and serum. This means a reduction of plate efficiency and a potential danger of a block up.

Aromas of roasted cocoa and coffee beans are very complex mixtures of many different compounds. In particular coffee-extract has a multitude of heavily volatile components which can be separated either by high stripping rates or an enormous number of stages. It should be noted that not every heavily volatile component is of essential interest regarding quality.

Orange peel oil contains up to 95% limonene. The content of this terpeny hydrocarbon has to be decreased for high quality orange oil. Vacuum distillation over 30 or more stages yields some interesting top components with slightly higher volatilities than limonene. In a second distillation process the limonene is separated from all other components which are also important for the orange flavour. A mixture of the top components with those of the bottom product of the second distillation process yields a fresh and fruity aroma.

The SCC also allows liquids to be treated with solid particles. The solids have to be suspended in a liquid and particle size needs to be smaller than the distance between the fins and the stationary cones. Experiments with a fermented mash of plums and ground oranges were successful.