



(10) **DE 10 2009 043 418 A1** 2011.04.07

(12)

## Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2009 043 418.6**

(22) Anmeldetag: **29.09.2009**

(43) Offenlegungstag: **07.04.2011**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **C11B 3/10 (2006.01)**

(71) Anmelder:  
**Süd-Chemie AG, 80333 München, DE**

(74) Vertreter:  
**Stolmár Scheele & Partner, 80331 München**

(72) Erfinder:  
**Sohling, Ulrich, Dr., 85356 Freising, DE; Ruf,  
Friedrich, Dr., 84184 Tiefenbach, DE; Stege,  
Andrea, Dr., 85368 Moosburg, DE**

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht  
gezogene Druckschriften:

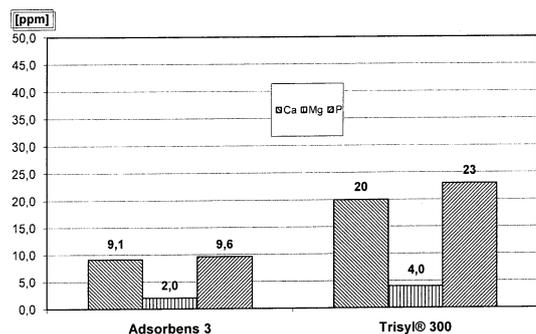
<b>DE</b>	<b>10 2005 062955</b>	<b>A1</b>
<b>US</b>	<b>2008/02 23 756</b>	<b>A1</b>
<b>US</b>	<b>50 79 208</b>	<b>A</b>
<b>EP</b>	<b>0 931 017</b>	<b>B1</b>
<b>EP</b>	<b>0 558 173</b>	<b>A1</b>
<b>EP</b>	<b>0 376 406</b>	<b>A1</b>
<b>EP</b>	<b>0 269 173</b>	<b>A2</b>
<b>WO</b>	<b>92/15 396</b>	<b>A1</b>

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

(54) Bezeichnung: **Alumosilikat-basierte Adsorbentien zur Aufreinigung von Triglyceriden**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft die Verwendung Alumosilikat-haltiger Zusammensetzungen zur Reinigung von Triglycerid-haltigen Zusammensetzungen sowie ein Verfahren zur Reinigung von Triglycerid-haltigen Zusammensetzungen unter Verwendung der erfindungsgemäßen Alumosilikat-haltigen Zusammensetzungen.



### Beschreibung

**[0001]** Die Erfindung betrifft die Verwendung Alumosilikat-haltiger Zusammensetzungen zur Reinigung von Triglycerid-haltigen Zusammensetzungen, sowie ein Verfahren zur Reinigung von Triglycerid-haltigen Zusammensetzungen unter Verwendung der erfindungsgemäßen Alumosilikat-haltigen Zusammensetzungen.

**[0002]** Die Aufreinigung rohen Öles soll idealer Weise die Entfernung aller unerwünschten Substanzen umfassen. Dies sind insbesondere die Farbträger Chlorophyll A, Carotinoide und andere Farbstoffe, Phospholipide, freie Fettsäuren und Metallionen.

**[0003]** Ein kritischer Schritt stellt dabei das sogenannte Degumming dar. Damit bezeichnet man die Entfernung der Phospholipide. Üblicherweise behandelt man zunächst mit Wasser und/oder mit einer wässrigen Lösung mit einer Säure, wie z. B. Phosphorsäure, Citronensäure oder Essigsäure. Abhängig vom verbleibenden Phospholipidgehalt müssen anschließend eine oder meist auch eine Reihe weiterer Adsorbensbehandlungen erfolgen. In einem Fall geht man direkt zu einer Behandlung mit einer sogenannten Bleicherde über. Sind die Phosphorgehalte des vorgereinigten Pflanzenöles nach der wässrigen Behandlung bzw. nach der Behandlung mit wässriger Säure noch zu hoch, muss gegebenenfalls noch eine Adsorbensbehandlung dazwischen geschaltet werden, mit der speziell der Phosphorgehalt des rohen Pflanzenöles abgereichert wird.

**[0004]** Ein weiterer kritischer Punkt in der Ölaufreinigung ist die Entfernung von Metallionen, wie z. B. Calcium, Magnesium, Eisen und Kupfer, von denen angenommen wird, dass sie mit den Phospholipiden assoziiert sind. Diese Metallionen haben selbst auch einen nachteiligen Effekt auf das aufgereinigte Öl. So können Calcium- und Magnesiumionen Niederschläge bilden, insbesondere mit Fettsäuren, wodurch Ausflockung von Seife im Endprodukt entsteht. Die Gegenwart von Eisen- und Kupferionen kann die oxidative Instabilität erhöhen. Darüber hinaus können die Metallionen Katalysatoren vergiften, wenn das aufgereinigte Öl katalytisch hydriert wird. Deshalb existiert auch ein hoher Bedarf an Adsorbentien, die insbesondere dazu geeignet sind, mit anderen Verunreinigungen wie den Phospholipiden auch die Metallionen gleichzeitig aus dem Öl zu entfernen. Probleme mit hohen Gehalten von Metallionen können auch dann entstehen, wenn das aufgereinigte Öl zur Herstellung von Biodiesel eingesetzt wird. So stört die Seifenbildung auch dort den Prozess bzw. sind die Gehalte an zweiwertigen Ionen wie  $\text{Ca}^{2+}$  und  $\text{Mg}^{2+}$  im Biodieselenendprodukt gemäß den Spezifikationen der EU und der US-Norm limitiert (s. EU-Norm zur Spezifikation von Biodiesel EN 14214).

**[0005]** Zur Phosphatidentfernung und Reduktion der Metallionen aus den Pflanzenölen sind bereits Adsorbentien auf dem Markt erhältlich, wie z. B. ein kieselgelbasiertes Adsorbens der Fa. Grace, welches unter dem Handelsnamen Trisyl vertrieben wird. Weiterhin sind von der Süd-Chemie AG, Moosburg, bleicherdebasierte Adsorbentien auf dem Markt erhältlich.

**[0006]** Das Patent EP 0185182 B1 (äquivalent mit US 4629588) der Firma Grace beschreibt ein amorphes Kieselgel mit Porendurchmessern zwischen 60 und 5000 Å, welches geeignet ist, Spuren von Verunreinigungen aus Triglyceriden zu entfernen. Bei diesen Verunreinigungen handelt es sich insbesondere um Phospholipide und assoziierte Metallionen. Es ist davon auszugehen, dass in diesem Patent der Herstellungsprozess des Produktes Trisyl beschrieben wird. Es wird hier insbesondere auf Anwendungen in Sojaöl verwiesen und darauf hingewiesen, dass das vorentsleimte Öl bis zu 200 ppm Phosphor enthalten kann. Typischerweise wird eine Reduktion auf unter 15 ppm Phosphor erzielt. Bei dem Prozess der Aufreinigung handelt es sich um ein Kontaktieren mit dem Adsorbens und nachfolgende Abtrennung des Adsorbens, welches dann mit den Verunreinigungen beladen ist.

**[0007]** In einer Reihe von weiteren Patenten wird nun Trisyl mit anderen Adsorbentien kombiniert bzw. das amorphe Silizium mit anderen Patenten kombiniert bzw. noch oberflächenmodifiziert. So beschreibt das Patent EP 340717 A2 der Firma Grace eine zweiphasige (zweistufige) Adsorption bzw. Behandlung von Pflanzenöl, wobei das Öl in der ersten Stufe mit einem amorphen Kieselgel kontaktiert wird, um die Phospholipide und Seifen zu entfernen. In einer zweiten Stufe wird es durch ein gepacktes Bett einer Bleicherde geleitet, um noch die Pigmente (Farbstoffe) zu entfernen.

**[0008]** Das Patent EP 0295418 B1 der Firma Grace beschreibt ein Verfahren zur Entfernung von Farbstoffen aus Glyceridölen durch Kontaktieren mit einem säurebehandelten amorphen Siliziumdioxidadsorptionsmittel zum Erhalt von Glyceridölen mit wirtschaftlich akzeptablen Mengen an Chlorophyll und/oder roten und gelben Farbkörnern. In diesem Patent wird das amorphe Kieselgel mit Säure oberflächenmodifiziert (beaufschlagt).

**[0009]** Das Patent EP 507217 A1 der Firma Grace beschreibt die Verwendung eines mit Base behandelten, anorganischen, porösen Adsorbens zur Entfernung von Verunreinigungen aus Pflanzenölen. Die Auswahl der Adsorbentien beinhaltet in diesem Fall auch Aluminiumoxid, Diatomeenerde, Tone, Magnesiumsilikate etc. Das Adsorbens wird vor der Ölbehandlung mit einer Base beaufschlagt. Bei dem basischen Material handelt es sich insbesondere um Soda, Natriumbicarbonat, Kaliumcarbonat, Calciumhydroxid, Magnesiumhydroxid, Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid etc. Insbesondere wird auf einen Einsatz zur Reduktion von freien Fettsäuren im Öl hingewiesen.

**[0010]** Das Patent EP 0507424 A1 der Firma Grace beansprucht ebenfalls einen Prozess zur Aufreinigung von Glyceridölen, organischen Chemikalien oder Wachsestern, wobei in Kombination mit der Adsorbensbehandlung eine Base zugefügt wird, um die freien Fettsäuren in ihre Seifen zu überführen, die dann an das Adsorbens auf der Basis von amorphem Kieselgel gebunden werden. Hier handelt es sich um einen Spezialfall der Anwendung von amorphem Silika zur Ölaufreinigung.

**[0011]** Darüber hinaus beschreibt die Patentschrift EP 0558173 A1 (Grace) einen Prozess zur Aufreinigung von Pflanzenölen mit Hilfe von Kieselgel, welches Aluminiumoxid enthält. Dabei ist der Gehalt an Aluminiumoxid im Adsorbens auf 10 Gew.-% beschränkt. Es wird insbesondere argumentiert, dass die Adsorbentien besonders gut geeignet sind, um Chlorophyll, gelbe und rote Farbstoffe aus dem Öl zu entfernen.

**[0012]** In der Patentschrift US 03955004 A der Lever Brothers Company wird beschrieben, wie die Lagerfähigkeit von essbarem Öl verbessert wird, wenn das Öl vor der Bleichprozedur in unpolarem Lösungsmittel gelöst und über eine Säule von entweder Silikagel, Aluminiumoxiden oder einer Mischung von beiden gereinigt wird. Das Lösungsmittel wird anschließend wieder entfernt und das Öl einer Gleichung mit üblichen Bleicherden unterworfen.

**[0013]** Das Patent WO 9421765 A von der PQ Corporation beschreibt allgemein feste Alkali Metall Silicat-Hydrate, bes. Na-Metasilikat-Pentahydrat und Na-Polysilikat-Hydrat, um freie Fettsäuren, Farbkomponenten, Metallspuren, Phosphor und andere Verunreinigungen aus Rohöl, entschleimtem Öl oder gebrauchtem Öl zu entfernen.

**[0014]** In der Literatur finden sich Hinweise auf den Gebrauch von Silica-haltigen Adsorbentien zur Verringerung des Phospholipidanteils und der Metallspuren in Pflanzenölen:

M. Jerzewska mischt 0,6% Trisyl 300 Silica mit 0,4% Bleicherde Miltar Standard und entphosphorisiert damit Rapsöl in Verbindung mit einer Hydratation und einer Zentrifugation zu maximal 86%. (Tluszcze Jadalne (2002), 37(3/4), 133–141).

R. Owen benutzt modifiziertes Sorbil Silica Hydrogel zur Entfernung von Chlorophyll und Phospholipiden von superdegummed Rapsöl, was gleichzeitig zu einer Entfärbung im roten und gelben Farbbereich führt. (Proceedings of the World Conference an Oilseed and Edible Oils Processing, Istanbul, Oct. 6–10, 1996 (1998), Meeting Date 1996, Volume 2, 45–46)

A. Nock untersuchte Silica Hydrogel als geeignetes Adsorbens in essbarem Öl, um Phospholipide, Metalle und Seifen zu entfernen. Hierbei wurde der Feuchtegehalt der Materialien in Verbindung mit einer Zugabe von Säure oder Alkali zur Entschleimung untersucht, um die Adsorptionskapazität zu verbessern. (Oils-Fats-Lipids 1995, Proceedings of the World Congress of the International Society for Fat Research, 21st, The Hague, Oct. 1–6, 1995(1996), Meeting Date 1995, Volume 1, 129–133)

E. Dimic et al. und K. Kovari et al. beschreiben die Verwendbarkeit von synthetischem Siliziumdioxid Adsorbens in Pflanzenöl zur Entfernung von Phosphatiden, Seifen und Metallspuren als effizienteres Material als die gebräuchlichen Bleicherden. (Olaj, Szappan, Kozmetika (1993), 42(2), 51–7 und 42(1), 1–6)

J. M. Bogdanor et al. haben Trisyl synthetisches Siliziumdioxid für die Raffination von Soja-, Mais- und Palmöl untersucht und sagen aus, dass dieses Material eine deutlich bessere Kapazität in Bezug auf die Entfernung von Phospholipiden, Seifen und Metallspuren hat, als herkömmlich sauer aktivierte Bleicherde. Sie beschreiben außerdem eine bessere Oxidationsstabilität des Öles sowie eine geringere Dosierung und damit geringeren Ölverlust bei der Raffination. (Rivista Italiana delle Sostanze Grasse (1989), 66(1), 7–10).

H. G. Brown et al. hat festgestellt, dass die Phospholipide aus rohem Sojaöl, in Hexan gelöst, nicht vollständig von Siliziumdioxid entfernt werden, obwohl das Siliziumdioxid noch nicht gesättigt war. Als möglicher Grund wird Mizellenbildung, Ca-Salz Bildung mit den Phospholipiden sowie ein Konkurrenzverhalten um die Adsorptionsstellen mit Triglyceriden angegeben. (JAOCS, J. Am. Oil Chemical Society (1989), 66(3), 353–5) (s. Anlage) Die Adsorption der Phospholipide an Siliziumdioxid wird als irreversibler Vorgang beschrieben. (JAOCS, J. Am. Oil Chemical Society (1985), 62(4), 753–6).

Schmidt et al. beobachtet, dass die Adsorption von Verunreinigungen und Phospholipiden aus Baumwollsaatöl an Kieselgel steigt, wenn die Temperatur von 20 auf 60°C angehoben wird und wenn die Feuchtigkeit an der

Oberfläche des Kieselgels gesteigert wird. Die optimale Porengröße des Kieselgels wird mit 60–80 Å angegeben. (Maslozhirovaya Promyshlennost (1977), (7), 21–3).

**[0015]** Aus dem Stand der Technik ergibt sich ein Bedarf für Adsorbentien, die die Entfernung von Phospholipiden und Metallionen aus Triglycerid-haltigen Zusammensetzungen auf eine einfache Weise, d. h. ohne die Notwendigkeit einer Behandlung durch eine Reihe unterschiedlicher Materialien und in einem einzigen Schritt ermöglichen. Desweiteren ergibt sich der Bedarf nach einem solchen Verfahren, das auch in großtechnischem Maßstab auf einfache Weise, wenig zeitintensiv und kostengünstig durchführbar ist.

**[0016]** Es wurde nun überraschend gefunden, dass Phospholipide und/oder Metallionen aus Triglycerid-haltigen Zusammensetzungen besonders effektiv entfernt werden können, wenn als Adsorbentien ein oder mehrere Alumosilikate eingesetzt werden, die einen Gewichtsanteil an  $\text{SiO}_2$  von größer 0,3 bezogen auf die Summe der Gewichtsanteile aus  $\text{SiO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  aufweisen.

**[0017]** Die vorliegende Erfindung betrifft daher in einem ersten Aspekt die Verwendung einer Zusammensetzung umfassend mindestens ein Alumosilikat zur Entfernung von Phospholipiden und Metallionen aus Triglycerid-haltigen Zusammensetzungen, wobei die Alumosilikate Gewichtsanteile an  $\text{SiO}_2$  von größer 0,3 bezogen auf die Summe der Gewichtsanteile aus  $\text{SiO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  aufweisen.

**[0018]** Unter dem Begriff „Triglyceride“ – oder auch „Triacylglycerine“ – werden Ester des dreiwertigen Alkohols Glycerin (Propan-1,2,3-triol) mit drei, meist verschiedenen, überwiegend geradzahligen und unverzweigten aliphatischen Monocarbonsäuren, den Fettsäuren verstanden. Die Fettsäuren umfassen vorzugsweise mehr als 10 Kohlenstoffatome und umfassen bevorzugt 15 bis 40 Kohlenstoffatome. Die Alkylkette der Fettsäuren ist bevorzugt geradkettig. Sie kann vollständig hydriert sein oder auch eine oder mehrere Doppelbindungen umfassen. Geeignete Ausgangsmaterialien sind beispielsweise pflanzliche Fette und Öle, wie beispielsweise Rapsöl, Sonnenblumenöl, Distelöl, Nussöl, Erdnussöl, Olivenöl, Sojabohnenöl oder Palmöl aber auch tierische Fette und öle wie beispielsweise Fischöl. Als Ausgangsmaterialien können aber auch nicht-essbare Fette und öle eingesetzt werden, wie beispielsweise Jatrophäöl, Jojobaöl, Tallöl oder öle, die aus Algen gewonnen werden, Wachse, Mineralöle oder auch Talg. Diese öle/Fette eignen sich nicht für den Verzehr durch den Menschen. Grundsätzlich kann im Rahmen der vorliegenden Erfindung auch jede denkbare Mischung an ölen oder Fetten eingesetzt werden.

**[0019]** Die Triglycerid-haltigen Zusammensetzungen, die im Rahmen der erfindungsgemäßen Verwendung und des erfindungsgemäßen Verfahrens eingesetzt werden, umfassen neben einem oder mehreren, unterschiedlichen Triglyceriden auch Phospholipide und/oder Metallionen, deren Entfernung das Ziel der erfindungsgemäßen Verwendung ist. Desweiteren können die Triglycerid-haltigen Zusammensetzungen weitere Stoffe enthalten, beispielsweise natürlicherweise in Rohöl enthaltene Kontaminanten wie Farbstoffe und oxidierte Bestandteile von Glyceridölen, wachsartige Bestandteile, freie Fettsäuren, die regelmäßig in Rohfetten und Rohölen enthalten sind.

**[0020]** Die Zusammensetzung umfassend mindestens ein Alumosilikat weist im Sinne der vorliegenden Erfindung mindestens ein Alumosilikat mit einem Gewichtsanteil  $\text{SiO}_2$  von größer 0,3, bevorzugt größer 0,35, besonders bevorzugt größer 0,4, bezogen auf die Summe der Gewichtsanteile aus  $\text{SiO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  auf.

**[0021]** Das mindestens eine Alumosilikat weist überdies bevorzugt einen  $\text{SiO}_2$ -Gewichtsanteil von kleiner 0,8, bevorzugt kleiner 0,7, besonders bevorzugt kleiner 0,65, bezogen auf die Summe der Gewichtsanteile aus  $\text{SiO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  auf.

**[0022]** Die Zusammensetzung umfassend mindestens ein Alumosilikat weist im Sinne der vorliegenden Erfindung mindestens ein Alumosilikat mit einer spezifischen Oberfläche von mehr als  $350 \text{ m}^2/\text{g}$ , bevorzugt mehr als  $400 \text{ m}^2/\text{g}$ , besonders bevorzugt von mehr als  $450 \text{ m}^2/\text{g}$  auf. Insbesondere bevorzugt sind Alumosilikate mit einer spezifischen Oberfläche von  $355 \text{ m}^2/\text{g}$  bis  $650 \text{ m}^2/\text{g}$ , weiter bevorzugt von  $365 \text{ m}^2/\text{g}$  bis  $600 \text{ m}^2/\text{g}$ , bevorzugter von  $400 \text{ m}^2/\text{g}$  bis  $575 \text{ m}^2/\text{g}$ , weiter bevorzugt von  $455 \text{ m}^2/\text{g}$  bis  $550 \text{ m}^2/\text{g}$ . Die spezifische Oberfläche wird dabei nach dem BET-Verfahren bestimmt.

**[0023]** Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausführungsform weist die Zusammensetzung umfassend mindestens ein Alumosilikat im Sinne der vorliegenden Erfindung mindestens ein Alumosilikat mit einem hohen Porenvolumen auf. Die aluminiumoxidhaltige Komponente weist dabei vorzugsweise ein Porenvolumen von  $0,5 \text{ ml/g}$  bis  $1,4 \text{ ml/g}$ , bevorzugt ein Porenvolumen von  $0,55 \text{ ml/g}$  bis  $1,3 \text{ ml/g}$  bevorzugter von  $0,6 \text{ ml/g}$  bis  $1,2 \text{ ml/g}$ , insbesondere bevorzugt von  $0,6 \text{ ml/g}$  bis  $0,99 \text{ ml/g}$ , weiter insbesondere bevorzugt von  $0,6 \text{ ml/g}$  bis  $0,95$

ml/g und am meisten bevorzugt von 0,6 ml/g bis 0,90 ml/g auf. Das Porenvolumen wird dabei als kumulatives Porenvolumen nach BJH (I. P. Barret, L. G. Joiner, P. P. Haienda, J. Am. Chem. Soc. 73, 1991, 373) für Poren mit einem Durchmesser von 1,7 bis 300 nm bestimmt.

**[0024]** Die hohe spezifische Oberfläche und das hohe Porenvolumen ermöglichen einerseits jeweils eine hohe Adsorptionskapazität für die in der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung enthaltenen Verunreinigungen wie beispielsweise Phospholipide und Metallionen sowie eine schnelle Kinetik der Adsorption, so dass sich das Verfahren insbesondere für eine industrielle Anwendung eignet.

**[0025]** Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform umfasst das mindestens eine Alumosilikat einen Anteil weiterer Metalle von weniger als 5 Gew.-%, bevorzugt weniger als 2 Gew.-%, weiter bevorzugt weniger als 1 Gew.-%, insbesondere bevorzugt weniger als 0,5 Gew.-% und ist. Insbesondere bevorzugt ist es dabei, dass das mindestens eine Alumosilikat ein Anteil an  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  von höchstens 0,2 Gew.-%, bevorzugt von höchstens 0,1 Gew.-%, weiter bevorzugt von höchstens 0,05 Gew.-% und am meisten bevorzugt von höchstens 0,02 Gew.-% besitzt. Weiter insbesondere bevorzugt ist es, dass das mindestens eine Alumosilikat ein Anteil an  $\text{Na}_2\text{O}$  von höchstens 0,05 Gew.-%, bevorzugt von höchstens 0,01 Gew.-%, weiter bevorzugt von höchstens 0,008 Gew.-% und am meisten bevorzugt von höchstens 0,005 Gew.-% besitzt.

**[0026]** Schließlich ist es bevorzugt, dass das mindestens eine Alumosilikat ein Anteil an C von höchstens 0,5 Gew.-%, bevorzugt von höchstens 0,4 Gew.-%, weiter bevorzugt von höchstens 0,3 Gew.-% und am meisten bevorzugt von höchstens 0,2 Gew.-% besitzt.

**[0027]** Die Zusammensetzung enthaltend mindestens ein Alumosilikat kann desweiteren ein oder mehrere weitere Bestandteile umfassen, die bevorzugt ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Bleicherden, Tonmineralen, Kieselgelen, gefällten Kieselsäuren, synthetischen Magnesiumsilicaten, synthetischen Calciumsilikaten,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{ZnO}$  und deren Mischungen.

**[0028]** Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist das mindestens eine Alumosilikat ein synthetisches Alumosilikat.

**[0029]** Im Rahmen der vorliegenden Erfindung ist es möglich, dass sämtliche der vorstehend näher beschriebenen, bevorzugten Ausführungsformen auch miteinander kombiniert werden und es ist im Sinne der vorliegenden Erfindung ebenfalls möglich, dass im Fall mehrerer in der Alumosilikat-haltigen Zusammensetzung enthaltenen Alumosilikate diese von gleicher oder unterschiedlicher Art sind und sich beispielsweise in ihrem Gewichtsverhältnis von  $\text{SiO}_2$ : $\text{Al}_2\text{O}_3$ , der spezifischen Oberfläche nach BET und/oder dem kumulativen Porenvolumen nach BJH und/oder weiteren Parametern unterscheiden, solange mindestens eines der enthaltenen Alumosilikate ein Gewichtsanteil an  $\text{SiO}_2$  von größer 0,3 bezogen auf die Summe der Gewichtsanteile aus  $\text{SiO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  aufweist.

**[0030]** Besonders bevorzugte Alumosilikat-haltige Zusammensetzungen umfassen mindestens ein Alumosilikat mit einem Gewichtsanteil an  $\text{SiO}_2$  von größer 0,3 bezogen auf die Summe der Gewichtsanteile aus  $\text{SiO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , einer spezifischen Oberfläche nach BET von mehr als 350  $\text{m}^2/\text{g}$  und einem kumulativen Porenvolumen nach BJH von mehr als 0,7 ml/g für Poren zwischen 1,7 und 300 nm, bevorzugt größer 0,8 ml/g, besonders bevorzugt größer 0,9 ml/g.

**[0031]** Besonders bevorzugte Alumosilikat-haltige Zusammensetzungen umfassen mindestens ein Alumosilikat mit einem Gewichtsanteil an  $\text{SiO}_2$  von größer 0,3 bezogen auf die Summe der Gewichtsanteile aus  $\text{SiO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , einen Wassergehalt von 5,0 bis 8,0 Gew.-%, eine BET-Oberfläche von 350 bis 600  $\text{m}^2/\text{g}$ , ein kumulatives Porenvolumen nach BJH von 0,6 bis 1,0  $\text{cm}^3/\text{g}$  für Poren mit einem Durchmesser von 1,7 bis 300 nm und einen durchschnittlichen Porendurchmesser von 6,0 bis 10,5 nm, sowie einen C Gehalt von 0,1 bis 0,3 Gew.-%, einen  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  Gehalt von 0,05 bis 0,01 Gew.-% und einen  $\text{Na}_2\text{O}$  Gehalt von 0,01 bis 0,001 Gew.-%. Insbesondere bevorzugt sind Alumosilikat-haltige Zusammensetzungen umfassend mindestens ein Alumosilikat mit einem Gewichtsanteil an  $\text{SiO}_2$  von größer 0,3 bezogen auf die Summe der Gewichtsanteile aus  $\text{SiO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , einen Wassergehalt von 6,0 bis 8,0 Gew.-%, eine BET-Oberfläche von 450 bis 570  $\text{m}^2/\text{g}$ , ein kumulatives Porenvolumen nach BJH von 0,75 bis 0,95  $\text{cm}^3/\text{g}$  für Poren mit einem Durchmesser von 1,7 bis 300 nm und einen durchschnittlichen Porendurchmesser von 7,2 bis 7,9 nm, sowie einen C Gehalt von 0,1 bis 0,3 Gew.-%, einen  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  Gehalt von 0,05 bis 0,01 Gew.-% und einen  $\text{Na}_2\text{O}$  Gehalt von 0,01 bis 0,001 Gew.-%.

**[0032]** Das mindestens eine Alumosilikat gemäß der vorliegenden Erfindung lässt sich beispielsweise herstellen, indem organische Aluminiumverbindungen unter sauren Bedingungen hydrolysiert und dann gemeinsam

mit Kieselsäure oder Kieselsäureverbindungen unter hydrothermalen Bedingungen gealtert werden. Geeignete Aluminiumverbindungen sind beispielsweise Aluminiumalkoholate, Aluminiumhydroxyalkoholate, Aluminiumacetylacetonate, Aluminiumalkylchloride oder auch Aluminiumcarboxylate. Ein geeignetes Verfahren ist beispielsweise in der DE 03839580 und der US 6,245,310 B1 beschrieben. Dieses Verfahren ist besonders günstig, weil sich dadurch sehr hohe spezifische Oberflächen und Porositäten erzielen lassen.

**[0033]** Um besonders reine Alumosilikate zu erhalten, können an Stelle von Kieselsäure auch hydrolysierbare Organosiliziumverbindungen verwendet werden, wobei die Hydrolyse der Organosiliziumverbindungen und der hydrolysierbaren Aluminiumverbindungen gemeinsam durchgeführt wird. Ein solches Verfahren ist beispielsweise in der EP 0 931 017 B1 beschrieben.

**[0034]** Besonders bevorzugt werden Alumosilikate verwendet, die lediglich  $\text{SiO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  als Bestandteile enthalten. Der Anteil weiterer Metalle, berechnet als stabilstes Oxid, wird bevorzugt geringer als 5 Gew.-%, weiter bevorzugt geringer als 3 Gew.-%, besonders bevorzugt geringer als 2 Gew.-% und am meisten bevorzugt geringer als 1 Gew.-% gewählt.

**[0035]** Die Zusammensetzung umfassend mindestens ein Alumosilikat kann im Rahmen der vorliegenden Erfindung weitere Bestandteile umfassen, die bevorzugt aus der Gruppe bestehend aus Bleicherden, Tonmineralen, Kieselgelen und deren Mischungen ausgewählt sind. Grundsätzlich kann die erfindungsgemäße, Alumosilikat-haltige Zusammensetzung jedoch jeden weiteren Bestandteil umfassen, der dem Fachmann als geeignet bekannt ist.

**[0036]** Die Zusammensetzung umfassend mindestens ein Alumosilikat kann beispielsweise in Form eines Pulvers bereitgestellt werden. Eine Zusammensetzung in Form eines Pulvers ist beispielsweise geeignet, wenn das Adsorbens in das Pflanzenöl eingerührt wird, also in Form einer Suspension vorliegt.

**[0037]** Die Partikelgröße des Pulvers wird im Sinne der Erfindung so eingestellt, dass sich das Adsorbens ohne Schwierigkeit mit einem geeigneten Verfahren, wie beispielsweise Filtration, innerhalb einer geeigneten Zeitspanne vom gereinigten Pflanzenöl abtrennen lässt. Wird ein Pulver verwendet, welches im rohen Pflanzenöl suspendiert wird, beträgt der Trockensiebrückstand des Adsorbens auf einem Sieb mit einer Maschenweite von 63  $\mu\text{m}$  vorzugsweise mehr als 25 Gew.-% und liegt vorzugsweise in einem Bereich von 30 bis 50 Gew.-%. Der Trockensiebrückstand auf einem Sieb mit einer Maschenweite von 25  $\mu\text{m}$  beträgt vorzugsweise mehr als 80 Gew.-% und liegt bevorzugt in einem Bereich von 85 bis 88 Gew.-%. Weiterhin beträgt der Trockensiebrückstand auf einem Sieb mit einer Maschenweite von 45  $\mu\text{m}$  bevorzugt mehr als 35 Gew.-%, besonders bevorzugt mehr als 45 Gew.-%.

**[0038]** Insbesondere für eine Anwendung des Adsorbens in Form einer Säulenpackung sind jedoch auch höhere Korngrößen geeignet. Hierzu wird das Adsorbens bevorzugt in Form eines Granulats eingesetzt. Für die Herstellung von Säulenpackungen wird bevorzugt ein Granulat verwendet, welches eine Korngröße von mehr als 0,1 mm aufweist. Bevorzugt weist das Granulat eine Korngröße im Bereich von 0,2 bis 5 mm, insbesondere bevorzugt 0,3 bis 2 mm auf. Die Korngröße lässt sich beispielsweise durch Sieben einstellen.

**[0039]** Das Granulat kann nach üblichen Verfahren hergestellt werden, indem beispielsweise das fein gemahlene Adsorbens mit einem Granulierungsmittel, beispielsweise Wasser, beaufschlagt und dann in einer üblichen Granuliertvorrichtung in einer mechanisch erzeugten Wirbelschicht granuliert wird. Es können jedoch auch andere Verfahren eingesetzt werden, um das Granulat herzustellen. So kann das pulverförmige Adsorbens beispielsweise durch Kompaktierung zu einem Granulat geformt werden.

**[0040]** Die mindestens ein Alumosilikat umfassende Zusammensetzung kann auch als Formkörper bereitgestellt werden, die beispielsweise durch Extrusion einer plastischen Masse erhalten werden können. Hierzu wird aus der aluminiumoxidhaltigen Komponente und ggf. weiteren Komponenten, wie beispielsweise einem Bindemittel, durch Zusatz einer Flüssigkeit, bevorzugt Wasser, eine Paste hergestellt. Diese Paste wird dann extrudiert und das Extrudat zerkleinert, beispielsweise indem der extrudierte Strang in kurze zylinderförmige Stücke geschnitten wird, und dann die erhaltenen Formkörper getrocknet. Neben massiven Zylindern können auf diese Weise z. B. auch Hohlzylinder hergestellt werden.

**[0041]** Nach der Formgebung können die Granulate bzw. die Formkörper noch wärmebehandelt werden und beispielsweise durch Erhitzen gesintert werden. Dadurch kann die Stabilität des Granulats bzw. der Formkörper erhöht werden. Für die Wärmebehandlung werden die Formkörper bzw. das Granulat bevorzugt auf eine Temperatur von mehr als 300°C, gemäß einer weiteren Ausführungsform auf eine Temperatur von mehr als

400°C erhitzt. Gemäß einer Ausführungsform wird die Temperatur geringer als 1000°C, gemäß einer weiteren Temperatur geringer als 800°C, ganz besonders bevorzugt geringer als 550°C gewählt.

**[0042]** Um stabile Formkörper zu erhalten, wird die Wärmebehandlung bevorzugt für eine Dauer von zumindest 30 Minuten, gemäß einer weiteren Ausführungsform für eine Dauer von zumindest 60 Minuten gewählt. Gemäß einer Ausführungsform wird die Behandlungsdauer geringer als 5 Stunden gewählt.

**[0043]** Wird die mindestens ein Alumosilikat umfassende Zusammensetzung in Form einer Säulenpackung vorgesehen, wird diese in Form größerer Körner bereitgestellt, um einen übermäßigen Druckabfall über die Säulenpackung hinweg zu verhindern. Bei dieser Ausführungsform wird daher die mindestens ein Alumosilikat umfassende Zusammensetzung bevorzugt in Form eines Granulats verwendet, welches einen Partikeldurchmesser von mehr als 0,1 mm, insbesondere bevorzugt einen Partikeldurchmesser im Bereich von 0,2 bis 5 mm aufweist.

**[0044]** Um ein Verstopfen der Säule zu vermeiden, wird die Triglyceridhaltige Zusammensetzung bevorzugt auf eine Temperatur oberhalb Raumtemperatur erwärmt, ehe sie auf die Säule gegeben wird.

**[0045]** Der Einsatz der erfindungsgemäßen, mindestens ein Alumosilikat umfassenden Zusammensetzung in Form einer Säule ermöglicht auch eine Regenerierung der Säule, z. B. mit Lösungsmitteln, wodurch die Säulenpackung mehrfach verwendet werden kann. Bevorzugt werden zwei oder mehrere unterschiedliche Lösungsmittel verwendet, die besonders bevorzugt aufeinander folgend eingesetzt werden. Besonders bevorzugt werden in einem ersten Schritt Aceton und/oder n-Hexan eingesetzt, um das anhaftende Öl/Fett zu entfernen. Anschließend wird das Adsorbens mit mindestens einem polaren Lösungsmittel wie beispielsweise Methanol, Ethanol und/oder i-Propanol behandelt, um anhaftende Phospholipide, Metallionen und sonstige adsorbierte Substanzen zu entfernen. Eine andere bevorzugte Verfahrensweise ist es, die gebrauchte Säulenfüllung mit einem Lösungsmittelgemisch zu behandeln, um sowohl Öl als auch adsorbierte Substanzen gleichzeitig zu entfernen. Hierbei eignen sich azeotrope Gemische wie beispielsweise n-Hexan/Ethanol oder n-Hexan/i-Propanol oder Aceton/Methanol.

**[0046]** Daher handelt es sich bei dem mindestens einen Alumosilikat der erfindungsgemäßen Alumosilikat-haltigen Zusammensetzung um ein regenerierbares Alumosilikat. Unter dem Begriff „regenerierbares Alumosilikat“ werden Alumosilikate verstanden, die nach dem Kontaktieren mit der erfindungsgemäßen Triglycerid-haltigen Zusammensetzung mit einem Regenerationsmittel In-Kontakt-gebracht werden können, sodass die an das mindestens eine Alumosilikat adsorbierten Bestandteile, bei denen es sich bevorzugt um Phospholipide und/oder Metalle handelt, von dem mindestens einen Alumosilikat gelöst werden. Besonders bevorzugte Regenerationsmittel sind Lösungsmittel, die bevorzugt ausgewählt werden aus der Gruppe bestehend aus apolaren Lösungsmitteln wie Aceton, n-Hexan und polaren Lösungsmitteln wie Methanol, Ethanol oder i-Propanol.

**[0047]** In einem weiteren Aspekt bezieht sich die vorliegende Erfindung auf Verfahren zur Aufreinigung von Triglyceridhaltigen Zusammensetzungen, umfassend die Schritte

- a) Bereitstellen einer Triglycerid-haltigen Zusammensetzung;
- b) Kontaktieren der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung mit einer Zusammensetzung umfassend mindestens ein Alumosilikat wie in einem der Ansprüche 1 bis 8 definiert;

**[0048]** Im Sinne der vorliegenden Erfindung wird das Kontaktieren bevorzugt bei einer Temperatur von 95–120°C, bevorzugt 100 bis 110°C durchgeführt. Handelt es sich bei der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung um Rapsöl oder Sojaöl, wird das Kontaktieren besonders bevorzugt bei 110°C durchgeführt. Handelt es sich bei der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung um Sonnenblumen- oder Olivenöl, wird das Kontaktieren besonders bevorzugt bei 100°C durchgeführt. Handelt es sich bei der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung um Palmöl, wird das Kontaktieren besonders bevorzugt bei 95°C durchgeführt.

**[0049]** Weiter bevorzugt, wird das Kontaktieren bevorzugt für einen Zeitraum von 10–50 Minuten, bevorzugter von 15 bis 40 Minuten und insbesondere bevorzugt von 20 bis 30 Minuten vorgenommen. Handelt es sich bei der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung um Rapsöl, Sojaöl, Sonnenblumenöl oder Olivenöl wird das Kontaktieren bevorzugt für einen Zeitraum von 30 Minuten durchgeführt. Handelt es sich bei der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung um Palmöl wird das Kontaktieren bevorzugt für einen Zeitraum von 50 Minuten durchgeführt.

**[0050]** Weiter bevorzugt wird das Kontaktieren bevorzugt unter Vakuumbedingungen, bevorzugt unter 30–50 mbar durchgeführt. Handelt es sich bei der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung um Rapsöl, Sojaöl, Son-

nenblumenöl oder Olivenöl wird das Kontaktieren bevorzugt unter einem Druck von 30 mbar durchgeführt. Handelt es sich bei der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung um Palmöl wird das Kontaktieren bevorzugt für einen Zeitraum von 20 Minuten unter atmosphärischen Bedingungen und nachfolgend für einen Zeitraum von 30 Minuten unter einem Druck von 100 mbar durchgeführt.

**[0051]** Während des Kontaktierens der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung mit einer Zusammensetzung umfassend mindestens ein Alumosilikat wie in einem der Ansprüche 1 bis 8 definiert, werden die in der Triglycerid-haltigen Zusammensetzungen enthaltenen weiteren Bestandteile, d. h. im Sinne der vorliegenden Erfindung mindestens ein Phospholipid und/oder Metall, an das mindestens eine Alumosilikat adsorbiert. In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens werden dabei mindestens 80 Gew.-% der in der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung enthaltenen Phospholipide und/oder Metalle, bevorzugt mindestens 85 Gew.-%, weiter bevorzugt mindestens 90%, besonders bevorzugt mindestens 95 Gew.-%, weiter besonders bevorzugt mindestens 99% und am meisten bevorzugt 100 Gew.-% der in der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung enthaltenen Phospholipide und/oder Metalle an das mindestens eine Alumosilikat adsorbiert.

**[0052]** In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform umfasst das erfindungsgemäße Verfahren desweiteren den Schritt:

c) Abtrennen des mindestens einen Alumosilikats von der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung;

**[0053]** Das Abtrennen des mindestens einen Alumosilikats von der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung kann dabei auf jede Weise erfolgen, die dem Fachmann als für den erfindungsgemäßen Zweck geeignet bekannt ist.

**[0054]** Durch das Abtrennen des der erfindungsgemäßen Alumosilikathaltigen Zusammensetzung von der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung, wird eine Triglycerid-haltige Zusammensetzung erhalten, die bevorzugt weniger als 20 Gew.-%, bevorzugter weniger als 15 Gew.-%, ebenfalls bevorzugt weniger als 10 Gew.-%, besonders bevorzugt weniger als 5 Gew.-% der ursprünglich enthaltenen Phospholipide und/oder Metalle enthält. In der am meisten bevorzugten Ausführungsform wird eine Triglycerid-haltige Zusammensetzung erhalten, die frei von den ursprünglich enthaltenen Phospholipiden und/oder Metallen ist.

**[0055]** Es ist im Sinne der vorliegenden Erfindung ebenfalls bevorzugt, dass neben den Phospholipiden und/oder Metallen auch weitere, unerwünschte Stoffe aus der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung entfernt werden, bei denen es sich beispielsweise um natürlicherweise in rohen Ölen und Fetten vorkommende Kontaminanten wie Farbstoffe und oxidierte Bestandteile von Glyceridölen, wachsartige Bestandteile oder freie Fettsäuren handeln kann. Diese Bestandteile werden ebenfalls zu bevorzugt mindestens 85 Gew.-%, weiter bevorzugt mindestens 90 Gew.-%, besonders bevorzugt mindestens 95 Gew.-%, weiter besonders bevorzugt mindestens 99 Gew.-% und am meisten bevorzugt 100 Gew.-% aus der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung entfernt.

**[0056]** Ferner bevorzugt handelt es sich bei dem mindestens einen Alumosilikat der erfindungsgemäßen Alumosilikat-haltigen Zusammensetzung um ein regenerierbares Alumosilikat. Unter dem Begriff „regenerierbares Alumosilikat“ wird im Rahmen der vorliegenden Erfindung jedes Alumosilikat verstanden, das nach Kontaktieren der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung mit der Alumosilikat-haltigen Zusammensetzung mit einem Lösungsmittel in Kontakt gebracht werden kann wodurch die an das mindestens eine Alumosilikat adsorbierten Phospholipide und/oder Metalle von dem mindestens einen Alumosilikat entfernt werden.

**[0057]** In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform umfasst das erfindungsgemäße Verfahren daher desweiteren den Schritt:

d) Kontaktieren der Zusammensetzung umfassend mindestens ein Alumosilikat mit einem Lösungsmittel ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus apolaren Lösungsmitteln wie Aceton, n-Hexan und polaren Lösungsmitteln wie Methanol, Ethanol oder i-Propanol.

#### Beispiele

**[0058]** Die Erfindung wird nachfolgend unter Zuhilfenahme der angeführten Beispiele unter Bezugnahme auf die beigefügten Figuren näher erläutert. Es wird betont, dass die angeführten Beispiele den Rahmen der Erfindung in keinsten Weise einschränken sondern lediglich veranschaulichenden Charakter haben.

**[0059]** Dabei zeigt:

**[0060] Fig. 1** Die Ergebnisse des Versuchs gemäß Beispiel 1: Verwendung von 2,0 Gew.-% Adsorbens in entschleimtem Rapsöl; gezeigt werden die Ca, Mg und P Gehalte nach Behandlung mit den Adsorbentien 3 und Trisyl® 300;

**[0061] Fig. 2** Die Ergebnisse des Versuchs gemäß Beispiel 2: Verwendung von 0,3 bis 3,0 Gew.-% Adsorbens in entschleimtem Rapsöl; gezeigt werden die Ca, Mg und P Gehalte nach Behandlung mit den Adsorbentien 3 und Trisyl® 300;

**[0062] Fig. 3** Die Ergebnisse des Versuchs gemäß Beispiel 3: Gezeigt wird ein Vergleich der Ca, Mg und P Gehalte gemäß den Versuchen der Beispiele 1 und 4 (Adsorbens 3) in 2,0%-tiger Dosierung (Gew.-%) in entschleimtem und rohem Rapsöl.

**[0063] Fig. 4** Die Ergebnisse des Versuchs gemäß Beispiel 4: Verwendung von 2,0 Gew.-% Adsorbens in rohem Rapsöl; gezeigt werden die Ca, Mg und P Gehalte nach Behandlung mit den Adsorbentien 1, 2, 3 und Trisyl® 300 im Vergleich zu rohem Rapsöl;

**[0064] Fig. 5** Die Ergebnisse des Versuchs gemäß Beispiel 5: Gezeigt wird ein Vergleich der Ca, Mg und P Gehalte nach Behandlung mit den Adsorbentien 3 und Trisyl® 300 in 1 und 2%-tiger Dosierung (Gew.-%).

**[0065] Fig. 6** Die Ergebnisse des Versuchs gemäß Beispiel 6: Verwendung von 3,0 Gew.-% Adsorbens in entschleimtem Rapsöl; gezeigt werden die Ca, Mg und P Gehalte nach Behandlung mit den Adsorbentien 3 und Trisyl® 300;

**[0066] Fig. 7** Die Ergebnisse des Versuchs gemäß Beispiel 7: Verwendung von 2,0 Gew.-% Adsorbens in rohem Sojaöl; gezeigt werden die Ca, Mg und P Gehalte nach Behandlung mit den Adsorbentien 3 und Trisyl® 300;

**[0067] Fig. 8** Die Ergebnisse des Versuchs gemäß Beispiel 8: Verwendung von 2,0 Gew.-% Adsorbens in entschleimtem Sojaöl; gezeigt werden die Ca, Mg und P Gehalte nach Behandlung mit den Adsorbentien 3 und Trisyl® 300 im Vergleich zu rohem Sojaöl;

#### Methoden

**[0068]** Die physikalischen Eigenschaften der Adsorbentien wurden mit den folgenden Verfahren bestimmt:

BET-Oberfläche/Porenvolumen nach BJH und BET:

**[0069]** Die Oberfläche und das Porenvolumen wurden mit einem vollautomatischen Stickstoffporosimeter der Firma Micromeritics Typ ASAP 2010 bestimmt.

**[0070]** Die Probe wird im Hochvakuum auf die Temperatur von flüssigem Stickstoff abgekühlt. Anschließend wird kontinuierlich Stickstoff in die Probenkammern dosiert. Durch die Erfassung der adsorbierten Gasmenge als Funktion des Druckes wird bei konstanter Temperatur eine Adsorptionsisotherme ermittelt. In einem Druckausgleich wird das Analysengas schrittweise entfernt und eine Desorptionsisotherme aufgenommen.

**[0071]** Zur Ermittlung der spezifischen Oberfläche und der Porosität nach der BET-Theorie werden die Daten gemäß DIN 66131 ausgewertet.

**[0072]** Das Porenvolumen wird ferner aus den Messdaten unter Anwendung der BJH-Methode ermittelt (I. P. Barret, L. G. Joiner, P. P. Haienda, J. Am. Chem. Soc. 73, 1991, 373). Bei diesem Verfahren werden auch Effekte der Kapillarkondensation berücksichtigt. Porenvolumina bestimmter Volumengrößenbereiche werden durch Aufsummieren inkrementeller Porenvolumina bestimmt, die aus der Auswertung der Adsorptionsisotherme nach BJH erhalten werden. Das Gesamtporenvolumen nach BJH-Methode bezieht sich auf Poren mit einem Durchmesser mit 1,7 bis 300 nm.

#### Wassergehalt:

**[0073]** Der Wassergehalt der Produkte bei 105°C wird unter Verwendung der Methode DIN/ISO-787/2 ermittelt.

## Glühverlust:

**[0074]** In einem geglühten gewogenen Porzellantiegel mit Deckel wird ca. 1 g getrocknete Probe auf 0,1 mg genau eingewogen und 2 h lang bei 1000°C im Muffelofen geglüht. Danach wird der Tiegel im Exsikkator abgekühlt und ausgewogen.

## Bestimmung des Trockensiebrückstandes

**[0075]** Etwa 50 g des zu untersuchenden lufttrockenen Tonmaterials werden auf einem Sieb der entsprechenden Maschenweite eingewogen. Das Sieb wird an einen Staubsauger angeschlossen, der über ein unter dem Siebboden kreisenden Saugschlitz alle Anteile, die feiner als das Sieb sind, durch das Sieb herausaugt. Das Sieb wird mit einem Plastikdeckel abgedeckt und der Staubsauger eingeschaltet. Nach 5 Minuten wird der Staubsauger abgeschaltet und die Menge der auf dem Sieb verbliebenen größeren Anteile durch Differenzwägung ermittelt.

## Bestimmung des Schüttgewichts

**[0076]** Ein bei der 100 ml Markierung abgeschnittener Messzylinder wird gewogen. Dann wird die zu untersuchende Probe mittels eines Pulvertrichters so in einem Zug in den Messzylinder eingefüllt, dass sich oberhalb des Abschlusses des Messzylinders ein Schüttkegel ausbildet. Der Schüttkegel wird mit Hilfe eines Lineals, das über die Öffnung des Messzylinders geführt wird, abgestreift und der gefüllte Messzylinder erneut gewogen. Die Differenz entspricht dem Schüttgewicht.

## Durchführung der Entschleimung/Bleichung

**[0077]** Im Allgemeinen erfolgte der Versuchsablauf so, dass das Rohöl zunächst einer Wasserentschleimung unterworfen wird. Das daraus gewonnene vorentsleimte Öl wird mit Zitronensäure versetzt und anschließend der Prozedur einer Vakuumbleichung unterworfen. Die einzelnen Schritte der Entschleimung können jedoch auch übersprungen werden.

## a) Wasserentschleimung:

**[0078]** Für die Phospholipidentfernung wird das Öl genau eingewogen, mit Inertgas bedeckt und unter leichtem Rühren bei Raumtemperatur mit 10 Gew.-% entionisiertem Wasser versetzt. Anschließend wird das Öl/Wasser-Gemisch unter Rühren (180 U/min) auf 80°C erhitzt. Nach Erreichen der Temperatur von 80°C wird diese für 20 min unter atmosphärischen Bedingungen und unter Rühren beibehalten. Die Abtrennung der Öl-Phase erfolgt durch anschließendes 20-minütiges Zentrifugieren bei 3000 U/min. Die Öl-Phase wird dekantiert und gegebenenfalls filtriert.

## b) Entschleimung mit Zitronensäure

**[0079]** Das Rohöl oder die dekantierte/filtrierte Öl-Phase aus a) wird erneut eingewogen, mit Inertgas beschichtet und bei Raumtemperatur unter leichtem Rühren mit einer 20%igen H<sub>3</sub>Cit-Lösung versetzt. Die eingesetzte Menge der H<sub>3</sub>Cit-Lösung ist den beigefügten Tabellen für die einzelnen Beispiele zu entnehmen. Das Öl/Zitronensäure-Gemisch wird unter Rühren (180 U/min) auf 80°C erhitzt. Nach Erreichen der Temperatur von 80°C wird diese für 20 min unter atmosphärischen Bedingungen und unter Rühren beibehalten.

## c) Bleichungsvorgang

## 1. Bei Verwendung von Zitronensäure zur Entschleimung

**[0080]** Dem Öl/Zitronensäure-Gemisch wird unmittelbar nach Ablauf der 20 min bei 80°C unter Beibehaltung der Temperatur und Rührbedingungen die erforderliche Menge Adsorbens zugegeben (s. Tabellen). Nach vollständigem Absinken des Adsorbens in die Öl-Phase wird ein Vakuum von 30 mbar angelegt und die Temperatur auf 110°C erhöht. Nach Erreichen der Temperatur von 110°C werden die Bedingungen für 30 min beibehalten. Nach Ablauf der 30 min wird die Heizquelle entfernt, das Vakuum gebrochen und die Probe über Blaubandfilter genutscht oder filtriert.

**[0081]** Ist das Filtrat auf Raumtemperatur abgekühlt, kann die Farbmessung sowie P- und Metall- und Phospholipidbestimmung vorgenommen werden.

## 2. Ohne Verwendung von Zitronensäure zur Entschleimung

**[0082]** Das Rohöl oder das wasserentschleimte Öl wird eingewogen, mit Inertgas beschichtet und bei Raumtemperatur mit der erforderlichen Menge Adsorbens versetzt. Nach vollständigem Absinken des Adsorbens in die Öl-Phase wird unter Rühren ein Vakuum von 30 mbar angelegt und die Temperatur auf 110°C erhöht. Nach Erreichen der Temperatur von 110°C werden die Bedingungen für 30 min beibehalten. Nach Ablauf der 30 min wird die Heizquelle entfernt, das Vakuum gebrochen und die Probe über Blaubandfilter genutscht oder filtriert.

**[0083]** Ist das Filtrat auf Raumtemperatur abgekühlt, kann die Farbmessung sowie P- und Metall- und Phospholipidbestimmung vorgenommen werden.

**[0084]** Die Bestimmung der Farbzahlen erfolgt mit einem Lovibond PFX995 in der AF 960-m (r, y) – Skala und falls nicht anders erwähnt in einer 1 – Zoll Küvette.

Verwendete Adsorbentien:

**[0085]** Für die Reinigung Von rohem Pflanzenöl Wurden verschiedene kommerziell erhältliche Alumosilikate verwendet, deren Eigenschaften in Tabellen 1 und 2 aufgeführt sind. Als Vergleich wurde ein kommerziell erhältliches Kieselgel, Trisyl® 300 von Grace, Worms, eingesetzt.

**[0086]** Für die untersuchten Adsorbentien werden im Weiteren die folgenden Bezeichnungen gewählt: Die Eigenschaften der in den Beispielen eingesetzten Adsorbentien sind in Tabellen 1a zusammengefasst:

Tabelle 1a Physikalische Eigenschaften der Adsorbentien

Adsorbens	1	2	3	Trisyl® 300
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - + SiO <sub>2</sub> - Gehalt (Gew.-%)	75	75	75	-
LOI (Gew.-%)	25	25	25	-
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :SiO <sub>2</sub> (Gew.-%)	95:5	70:30	60:40	0:100
C Gew.-%	0,2	0,2	0,2	0,6
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Gew.-%)	0,02	0,02	0,02	0,0002
Na <sub>2</sub> O (Gew.-%)	0,005	0,005	0,005	0,004

Tabelle 1b Physikalische Eigenschaften der Adsorbentien

Adsorbens	1	2	3	Trisyl® 300
Schüttgewicht (g/l)	450–650	250–450	250–450	354
Mittlere Teilchengröße (d <sub>50</sub> ) [µm]	50	50	50	15
Wassergehalt (Gew.-%)	6,0	6,3	7,8	57
BET Oberfläche (m <sup>2</sup> /g)	365	458	512	669
Kumulatives Porenvolumen (BJH) für Porendurchmesser 1.7–300 nm (cm <sup>3</sup> /g)	0,60	0,85	0,97	1,4
Durchschnittlicher Porendurchmesser (BJH) (nm)	6,3	6,7	7,2	-

#### Beispiel 1

**[0087]** 80,000 g eines Rapsöles I werden eingewogen und wie unter „Durchführung der Entschleimung/Bleichung a) Wasserentschleimung“ beschrieben vorentsleimt. Nach Abzentrifugieren der Wasserphase wird die Ölphase erneut eingewogen und wie unter „Durchführung der Entschleimung/Gleichung b) Entschleimung mit Zitronensäure“ weiter entschleimt. Der Gleichungsvorgang wird wie unter c) „Gleichungsvorgang“ c)1. beschrieben durchgeführt. Als Adsorbens werden hier die Adsorbentien 3 und Trisyl® 300 in jeweils 2,0%-iger Dosierung (Gew.-%) eingesetzt. In Tabelle 1 und [Fig. 1](#) sind die Ergebnisse der Metall-, P- und Phospholipid-

Gehalte angegeben. Die Daten zeigen, dass die erfindungsgemäßen Alumosilikate mit einem SiO<sub>2</sub>-Anteil von 40 Gew.-% besonders gut geeignet sind, um die unten genannten Verunreinigungen zu entfernen. Das rohe Rapsöl I enthält 128 ppm P. Das Adsorbens 3 reduziert diesen P-Gehalt auf < 10 ppm, es entfernt zudem das Chlorophyll A und weist zudem einen deutlichen Bleicheffekt im Vergleich zu den anderen eingesetzten Adsorbentien auf.

Tabelle 1 (zu Beispiel 1; 2,0 Gew.-% Adsorbens im entschleimten Rapsöl I):

	Rohes Rapsöl I	Adsorbens 3	Trisyl® 300
Ca [ppm]	98	9,1	20
Mg [ppm]	22	2,0	4,0
P [ppm]	128	9,6	23
Fe [ppm]	0,5	< 0,1	< 0,1
Al [ppm]	0,1	0,1	< 0,1
Cu [ppm]	< 0,1	< 0,1	< 0,1
Na [ppm]	< 1	< 1	< 1
FZ rot	3,6	2,0	5,6
FZ gelb	70 +	70 +	70 +
Chl.A [ppm]	1,48	0,00	1,65
PC	0,001	< 0,001	< 0,001
PE	0,009	0,001	0,001
PI	< 0,001	< 0,001	0,001
PA	0,004	0,003	0,002

## Beispiel 2:

**[0088]** Durchführung analog Beispiel 1. Als Adsorbens werden die Adsorbentien 3 und Trisyl® 300 mit ansteigender Dosierung von 0,3 bis 3,0 Gew.-% eingesetzt. Ergebnisse s. Tabelle 2 und [Fig. 2](#).

**[0089]** Zwischen der Dosierung von 1,5 und 2,0 Gew.-% ist für das erfindungsgemäße Adsorbens 3 ein rapider Abfall des P-Gehaltes auf unter 10 ppm P ersichtlich, wohingegen das Vergleichsprodukt Trisyl® 300 dies erst bei höherer Dosierung erreicht.

Tabelle 2 (zu Beispiel 2):

Dosierung	Adsorbens 3			Trisyl® 300		
	P [ppm]	Ca [ppm]	Mg [ppm]	P [ppm]	Ca [ppm]	Mg [ppm]
3,0	< 0,8	0,2	< 0,1	7,8	6,4	1,4
2,0	9,6	9,1	2,0	23	20	4,0
1,5	35,0	31	6,5	48	39	8,5
1,0	55	50	11	66	53	11
0,6	79	67	15	86	69	16
0,3	103	85	19	118	90	20

## Beispiel 3:

**[0090]** Es wird ein Vergleich vorgenommen zwischen den Versuchsergebnissen von Adsorbens 3 aus dem Beispiel 1 und aus dem Beispiel 4 mit 2,0 bzw. 3,0%iger Dosierung (Gew.-%). In Tabelle 3a und 3b sind die verbleibenden Ca-, Mg-, P- und Phospholipidmengen aufgeführt. Es wird deutlich, dass die Entschleimung des Rapsöles I keine nennenswerte Erniedrigung der resultierenden Ca-, Mg- und P-Gehälter erzielt. Die an-

schließende Behandlung mit dem erfindungsgemäßen Adsorbens 3 entfernt jedoch die Metalle und Phosphor dennoch in ausreichender Menge bzw. vollständig. Die Entfernung der Phospholipide und Metalle können mit dem erfindungsgemäßen Adsorbens 3 auch ohne vorangeschaltetem Entschleimungsvorgang mit der gleichen Dosierung entfernt werden.

Tabelle 3a (zu Beispiel 3):

	Fe	Al	Cu	Ca	Mg	Na	P
				[ppm]			
Rohes Rapsöl I	0,5	0,1	< 0,1	98	22	< 1	128
1. Stufe: Entschleimung mit H <sub>2</sub> O	0,4	< 0,1	< 0,1	99	22	< 1	122
2. Stufe: Entschleimung mit H <sub>3</sub> Cit	0,3	< 0,1	< 0,1	99	22	< 1	122
3. Stufe: Zugabe 2 Gew.-% Adsorbens 3	< 0,1	0,1	< 0,1	9,1	2,0	< 1	9,6
Oder 3. Stufe: Zugabe 3 m Gew.-% Adsorbens 3	< 0,1	0,3	< 0,1	0,2	< 0,1	< 1	< 0,8

Tabelle 3b (zu Beispiel 3):

	P [ppm]	PC	PE [g/100g]	PI	PA
Rohes Rapsöl I	128	0,001	0,009	< 0,001	0,004
mit 2,0 Gew.-% Adsorbens 3	6,5	< 0,001	0,001	0,001	0,002
entschleimtes Rapsöl I	122	0,001	0,009	< 0,001	0,003
mit 2,0 Gew.-% Adsorbens 3	9,6	< 0,001	0,001	< 0,001	0,003

PC = Phosphatidylcholin  
 PE = Phosphatidylethanolamin  
 PI = Phosphatidylinositol  
 PA = Phosphatidsäure

Beispiel 4:

**[0091]** 80,000 g rohes Rapsöl I werden eingewogen und nach „Durchführung der Entschleimung/Bleichung, c)2. ohne Verwendung von Zitronensäure zur Entschleimung“ behandelt. Es werden der Erfindung gemäße Adsorbentien mit ansteigendem SiO<sub>2</sub>-Gehalt mit jeweils 2,0%iger Dosierung (Gew.-%) eingesetzt. Tabelle 4 und [Fig. 4](#) zeigen die Ergebnisse auf. Das erfindungsgemäße Adsorbens 3 mit 40 Gew.-% SiO<sub>2</sub> zeigt die niedrigsten Restgehalte an Ca, Mg und P. Zudem zeigt es verglichen mit den anderen eingesetzten Adsorbentien einen deutlichen Aufhellungseffekt und es entfernt vollständig das Chlorophyll A. Selbst das erfindungsgemäße Adsorbens 2 mit 20 Gew.-% SiO<sub>2</sub> liefert bessere Ergebnisse als das Vergleichsprodukt Trisyl® 300.

Tabelle 4 (zu Beispiel 4; 2,0 Gew.-% Adsorbens im rohen Rapsöl I):

	Rohes Rapsöl I	Adsorbens 1	Adsorbens 2	Adsorbens 3	Trisyl® 300
Ca [ppm]	98	84	15	6,0	22
Mg [ppm]	22	19	3,1	1,4	4,5
P [ppm]	128	100	17	6,5	27
Fe [ppm]	0,5	0,3	< 0,1	< 0,1	0,1

Al [ppm]	0,1	0,5	0,1	0,2	0,1
Cu [ppm]	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
Na [ppm]	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
FZ rot	3,6	4,5	4,3	1,9	5,6
FZ gelb	70 +	70 +	70 +	70 +	70 +
Chl.A [ppm]	1,48	1,08	0,12	0,01	1,53

## Beispiel 5:

**[0092]** 80,000 g rohes Rapsöl I wird eingewogen und analog Beispiel 4 verarbeitet. Die Dosierung des Adsorbens beläuft sich auf 1,0 Gew.-%. Die Ergebnisse werden in Tabelle 5 und [Fig. 5](#) den Ergebnissen aus dem Beispiel 4 gegenüber gestellt. Der Vergleich zeigt, dass eine Erhöhung der Dosierung der erfindungsgemäßen Adsorbentien von 1 Gew.-% auf 2 Gew.-% zu einem enormen Anstieg der Wirksamkeit führt. 2 Gew.-% des erfindungsgemäßen Adsorbens 3 erreicht eine etwa 3–4 mal so große Wirksamkeit wie 2 Gew.-% des Vergleichsmaterials Trisyl® 300.

Tabelle 5 (zu Beispiel 5; Adsorbens in rohem Rapsöl I):

	Rohes Rapsöl I	Adsorbens 3	Adsorbens 3	Trisyl® 300	Trisyl® 300
Dosierung		2 Gew.-%	1 Gew.-%	2 Gew.-%	1 Gew.-%
Ca [ppm]	98	6,0	45	22	56
Mg [ppm]	22	1,4	9,4	4,5	12
P [ppm]	128	6,5	54	27	72
Fe [ppm]	0,5	< 0,1	0,2	0,1	0,2
Al [ppm]	0,1	0,2	0,1	0,1	< 0,1
Cu [ppm]	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
Na [ppm]	< 1	< 1	< 1	< 1	< 0,1
FZ rot	3,6	1,9	4,0	5,6	5,7
FZ gelb	70 +	70 +	70 +	70 +	70 +
Chl.A [ppm]	1,48	0,01	0,15	1,53	1,97

## Beispiel 6:

**[0093]** 80,000 g Rapsöl I wird analog Beispiel 1 eingewogen und mit 3,0 Gew.-% Adsorbens 3 bzw. Trisyl® 300 behandelt.

Tabelle 6 (zu Beispiel 6; 3,0 Gew.-% Adsorbens in entschleimtem Rapsöl I):

	Rohes Rapsöl I	Adsorbens 3	Trisyl® 300
Ca	98	0,2	6,8
Mg	22	< 0,1	1,4
P	128	< 0,8	8,0
Fe [ppm]	0,5	< 0,1	< 0,1
Al [ppm]	0,1	0,3	< 0,1
Cu [ppm]	< 0,1	< 0,1	< 0,1
Na [ppm]	< 1	< 1	< 1

## Beispiel 7:

**[0094]** 80,000 g rohes Sojaöl I wird analog Beispiel 1 behandelt. Als Adsorbens werden 2,0 Gew.-% Adsorbens 3 bzw. Trisyl® 300 eingesetzt.

**[0095]** Die Ergebnisse sind in Tabelle 7 und [Fig. 7](#) ersichtlich. Auch im Sojaöl I zeigt das erfindungsgemäße Adsorbens 3 eine bessere P- und Metallentfernung als das Vergleichsprodukt Trisyl® 300.

**[0096]** Eine Entschleimung des Sojaöles I hat nur eine geringe Erniedrigung der Restgehalte an Ca, Mg und P zur Folge.

Tabelle 7 (zu Beispiel 7):

	Rohes Sojaöl I	Entschleimt es Sojaöl I	Entschleimtes Sojaöl I	Entschleimtes Sojaöl I
			2 Gew.-% Adsorbens 3	2 Gew.-% Trisyl® 300
Ca [ppm]	57	53	15	18
Mg [ppm]	41	34	8,9	12
P [ppm]	170	110	29	38
Fe [ppm]	0,9	0,8	0,2	0,3
Al [ppm]	0,1	0,1	0,1	< 0,1
Cu [ppm]	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
Na [ppm]	1	1	< 1	< 1
Lovibond AF 995-M, 1"				
FZ rot	3,3	3,2	4,3	5,3
FZ gelb	70 +	70 +	70 +	70 +
Chl.A [ppm]	0,82	0,83	0,03	0,76
Phospholipide [g/100g]				
PC	0,017	0,001	< 0,001	< 0,001
PE	0,025	0,010	0,002	0,004
PI	0,002	0,001	< 0,001	0,001
PA	0,016	0,008	0,003	0,006

## Beispiel 8:

**[0097]** 80,000 g rohes Sojaöl I wird analog Beispiel 1 behandelt. Es werden 2,0 Gew.-% Adsorbens eingesetzt. Die erfindungsgemäßen Adsorbentien sind mit steigendem SiO<sub>2</sub>-Gehalt in Tabelle 8 und

**[0098]** [Fig. 8](#) aufgezeigt. Das Adsorbens 3 zeigt hier die besten Ergebnisse und liefert niedrigere Restwerte an Ca, Mg und P als das Vergleichsprodukt Trisyl® 300.

Tabelle 8 (zu Beispiel 8; 2,0 Gew.-% Adsorbens in entschleimtem Sojaöl):

	Rohes Sojaöl I	Adsorbens 1	Adsorbens 2	Adsorbens 3	Trisyl® 300
Ca [ppm]	57	52	17	17	12
Mg [ppm]	41	37	12	12	7,7
P [ppm]	170	130	39	38	27
Fe [ppm]	0,9	0,8	0,3	0,3	0,2

Al [ppm]	0,1	0,8	0,3	0,3	< 0,1
Cu [ppm]	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
Na [ppm]	1	1	< 1	< 1	< 1
FZ rot	3,3	3,3	5,1	4,9	4,6
FZ gelb	70 +	70 +	70 +	70 +	70 +
Chl.A [ppm]	0,82	0,67	0,35	0,06	0,77

**ZITATE ENHALTEN IN DER BESCHREIBUNG**

*Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.*

**Zitierte Patentliteratur**

- EP 0185182 B1 [0006]
- US 4629588 [0006]
- EP 340717 A2 [0007]
- EP 0295418 B1 [0008]
- EP 507217 A1 [0009]
- EP 0507424 A1 [0010]
- EP 0558173 A1 [0011]
- US 03955004 A [0012]
- WO 9421765 A [0013]
- DE 03839580 [0032]
- US 6245310 B1 [0032]
- EP 0931017 B1 [0033]

**Zitierte Nicht-Patentliteratur**

- EN 14214 [0004]
- Tluszcze Jadalne (2002), 37(3/4), 133–141 [0014]
- Proceedings of the World Conference an Oil-seed and Edible Oils Processing, Istanbul, Oct. 6–10, 1996 (1998), Meeting Date 1996, Volume 2, 45–46 [0014]
- Oils-Fats-Lipids 1995, Proceedings of the World Congress of the International Society for Fat Research, 21st, The Hague, Oct. 1–6, 1995(1996), Meeting Date 1995, Volume 1, 129–133 [0014]
- E. Dimic et al. [0014]
- K. Kovari et al. [0014]
- Olaj, Szappan, Kozmetika (1993), 42(2), 51–7 und 42(1), 1–6 [0014]
- J. M. Bogdanor et al. [0014]
- Rivista Italiana delle Sostanze Grasse (1989), 66(1), 7–10 [0014]
- H. G. Brown et al. [0014]
- JAOCS, J. Am, Oil Chemical Society (1989), 66(3), 353–5 [0014]
- JAOCS, J. Am, Oil Chemical Society (1985), 62(4), 753–6 [0014]
- Schmidt et al. [0014]
- Maslozhirovaya Promyshlennost (1977), (7), 21–3 [0014]
- I. P. Barret, L. G. Joiner, P. P. Haienda, J. Am. Chem. Soc. 73, 1991, 373 [0023]
- DIN 66131 [0071]
- I. P. Barret, L. G. Joiner, P. P. Haienda, J. Am. Chem. Soc. 73, 1991, 373 [0072]
- DIN/ISO-787/2 [0073]

**Patentansprüche**

1. Verwendung einer Zusammensetzung umfassend mindestens ein Alumosilikat zur Entfernung von Phospholipiden und/oder Metallionen aus Triglycerid-haltigen Zusammensetzungen, wobei das mindestens eine Alumosilikat ein Gewichtsanteil  $\text{SiO}_2$  von größer 0,3 bezogen auf die Summe der Gewichtsanteile von  $\text{SiO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  aufweist.
2. Verwendung nach Anspruch 1, wobei das mindestens eine Alumosilikat einen Gewichtsanteil  $\text{SiO}_2$  von größer 0,35 bezogen auf die Summe der Gewichtsanteile von  $\text{SiO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  aufweist.
3. Verwendung nach Anspruch 1 oder 2, wobei das mindestens eine Alumosilikat einen Gewichtsanteil  $\text{SiO}_2$  von kleiner 0,8 bezogen auf die Summe der Gewichtsanteile von  $\text{SiO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  aufweist.
4. Verwendung nach Anspruch 3, wobei das mindestens eine Alumosilikat ein Gewichtsanteil  $\text{SiO}_2$  von kleiner 0,7 bezogen auf die Summe der Gewichtsanteile von  $\text{SiO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  aufweist.
5. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei das mindestens eine Alumosilikat eine spezifische Oberfläche nach BET von mehr als  $350 \text{ m}^2/\text{g}$  aufweist.
6. Verwendung nach Anspruch 5, wobei das mindestens eine Alumosilikat eine spezifische Oberfläche nach BET von mehr als  $400 \text{ m}^2/\text{g}$  aufweist.
7. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei das mindestens eine Alumosilikat für Poren zwischen 1,7 und 300 nm ein kumulatives Porenvolumen nach BJH von mehr als  $0,7 \text{ ml/g}$  aufweist.
8. Verwendung nach Anspruch 7, wobei das mindestens eine Alumosilikat für Poren zwischen 1,7 und 300 nm ein kumulatives Porenvolumen nach BJH von mehr als  $0,8 \text{ ml/g}$  aufweist.
9. Verwendung nach Anspruch 8, wobei das mindestens eine Alumosilikat für Poren zwischen 1,7 und 300 nm ein kumulatives Porenvolumen nach BJH von besonders bevorzugt mehr als  $0,9 \text{ ml/g}$  aufweist.
10. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 9, wobei das mindestens eine Alumosilikat einen Anteil weiterer Metalle, ausgewählt aus der Gruppe Ti, Zr, Zn, Mg, Ca, Fe und deren Mischungen, von weniger als 5 Gew.-% aufweist.
11. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 10, wobei die Zusammensetzung umfassend mindestens ein Alumosilikat weitere Bestandteile enthält, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Bleicherden, Tonmineralen, Kieselgelen, gefällten Kieselsäuren, synthetischen Magnesiumsilicaten, synthetischen Calciumsilicaten,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{ZnO}$  und deren Mischungen.
12. Verfahren zur Aufreinigung von Triglycerid-haltigen Zusammensetzungen, umfassend die Schritte
  - a) Bereitstellen einer Triglycerid-haltigen Zusammensetzung;
  - b) Kontaktieren der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung mit einer Zusammensetzung umfassend mindestens ein Alumosilikat wie in einem der Ansprüche 1 bis 10 definiert.
13. Verfahren nach Anspruch 12, weiter umfassend den Schritt:
  - c) Abtrennen der mindestens ein Alumosilikat umfassenden Zusammensetzung von der Triglycerid-haltigen Zusammensetzung.
14. Verfahren nach Anspruch 13, weiter umfassend den Schritt:
  - d) Kontaktieren der Zusammensetzung umfassend mindestens ein Alumosilikat mit einem Lösungsmittel ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus unpolaren und polaren Lösungsmitteln wie n-Hexan, Aceton, i-Propanol, Methanol, Ethanol.

Es folgen 8 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

Fig. 1

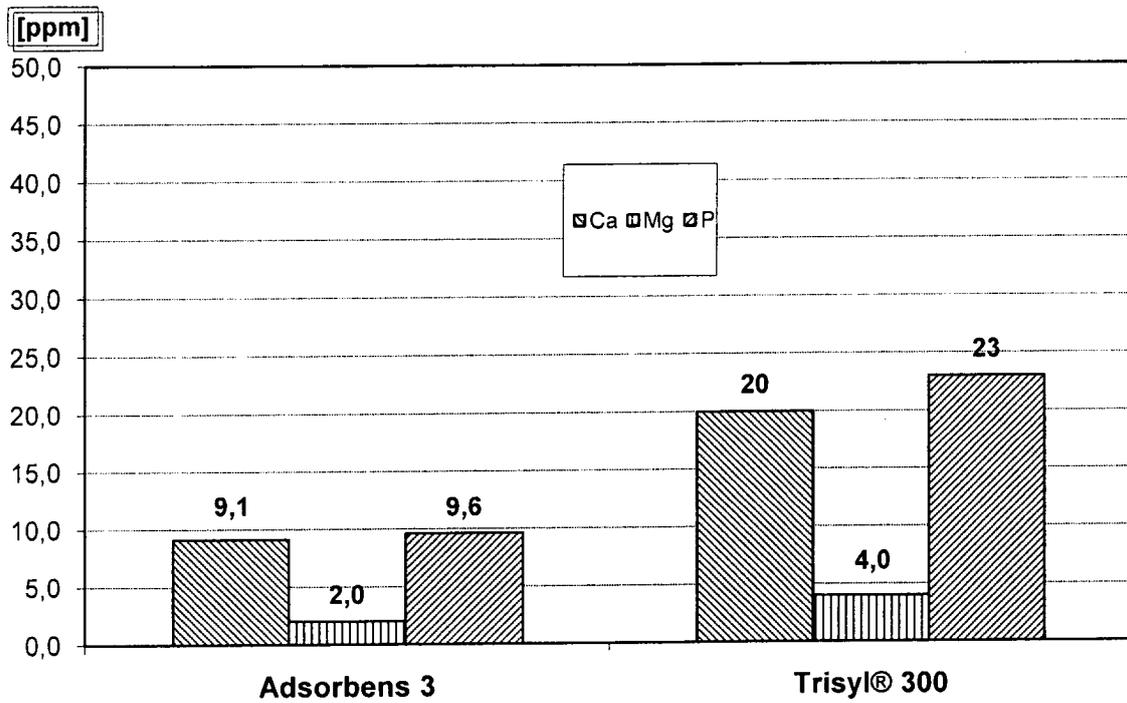


Fig. 2

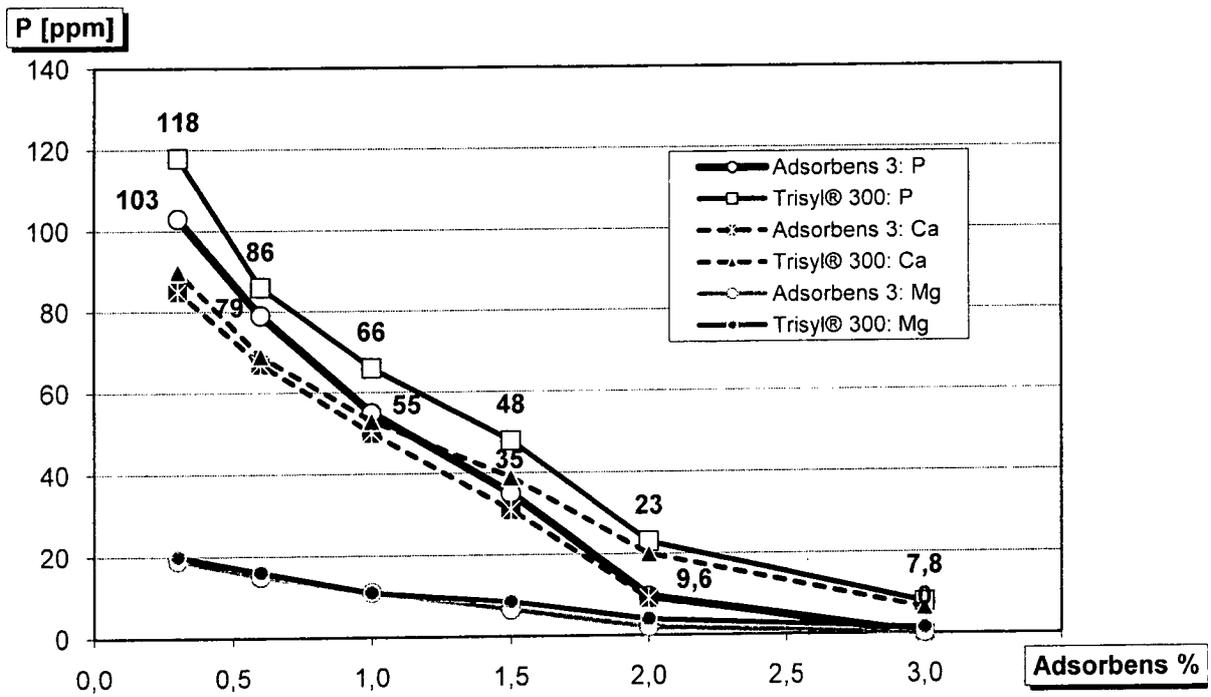


Fig. 3

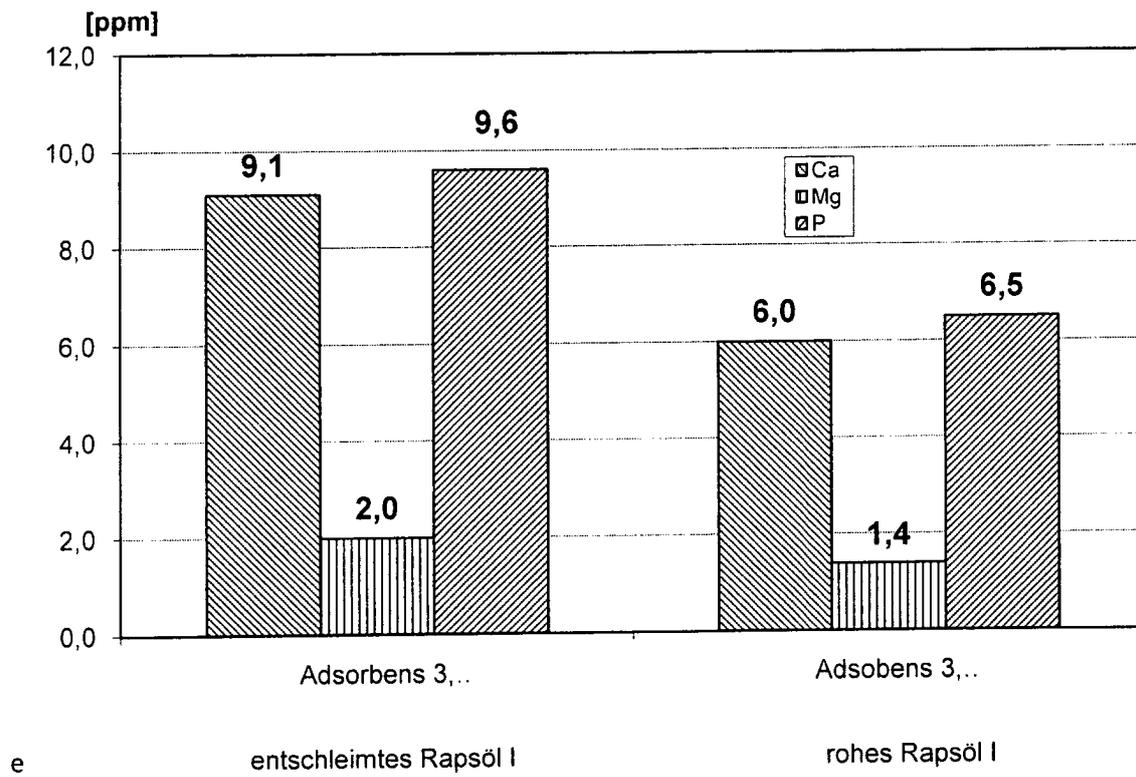


Fig. 4

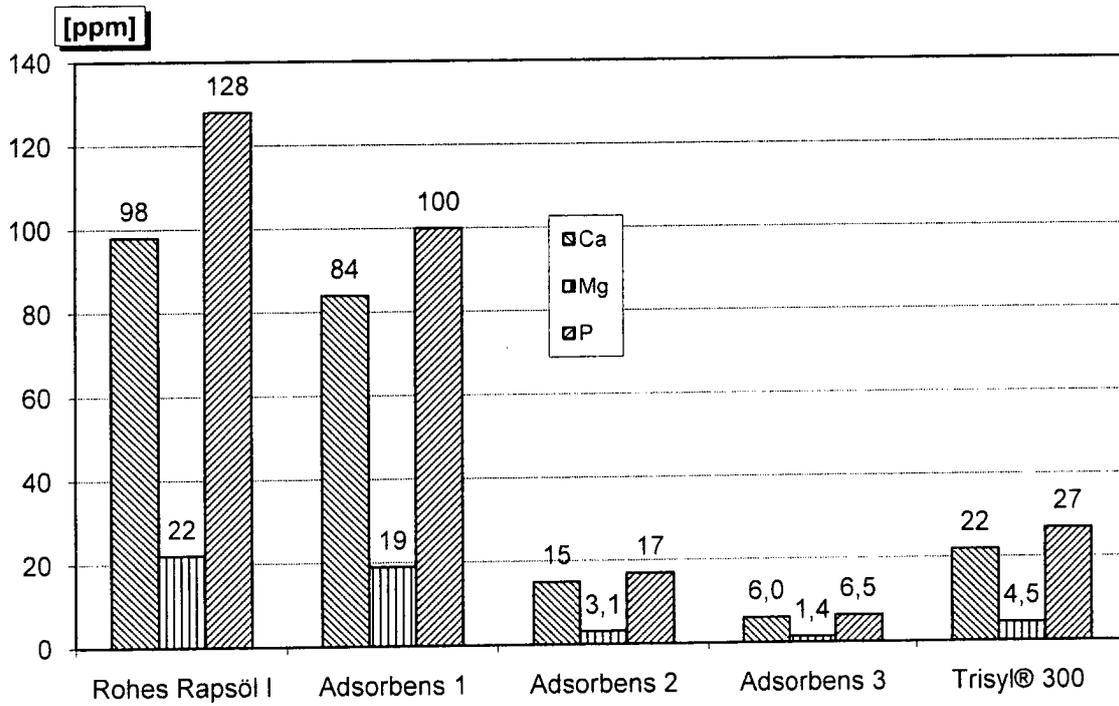


Fig. 5

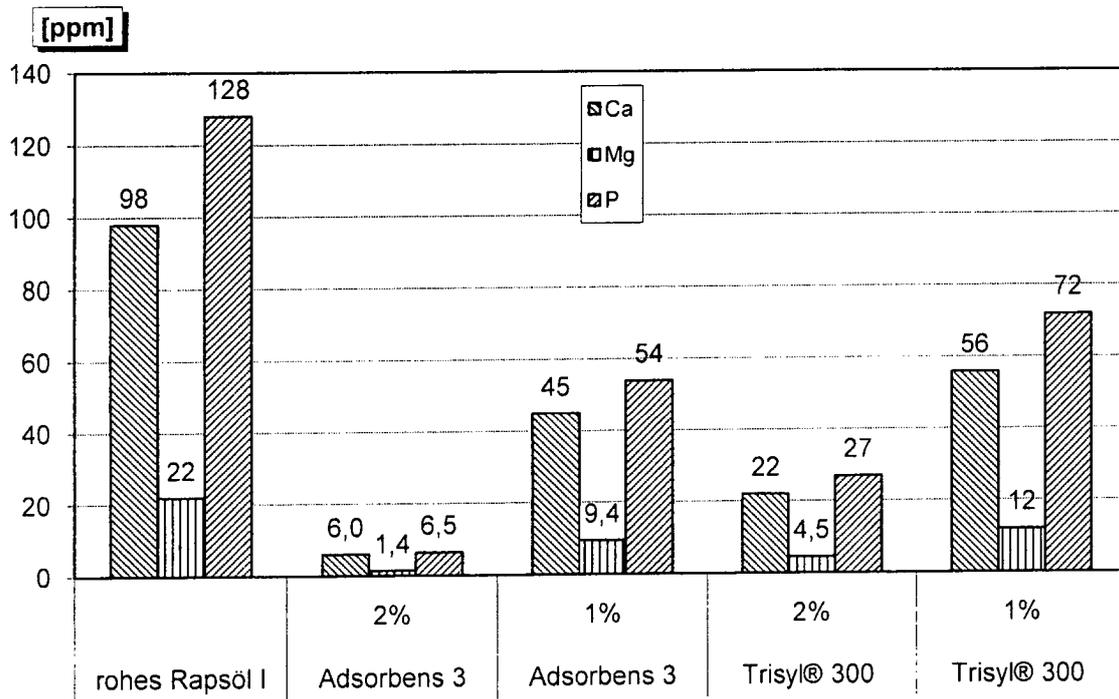


Fig. 6

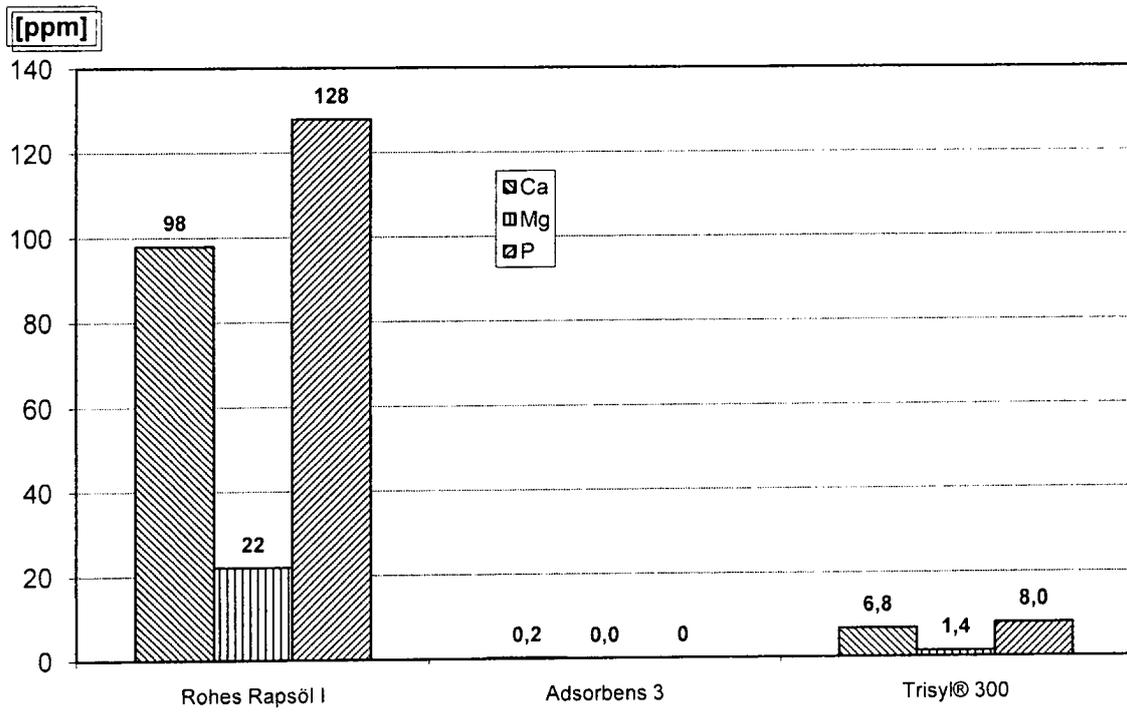


Fig. 7

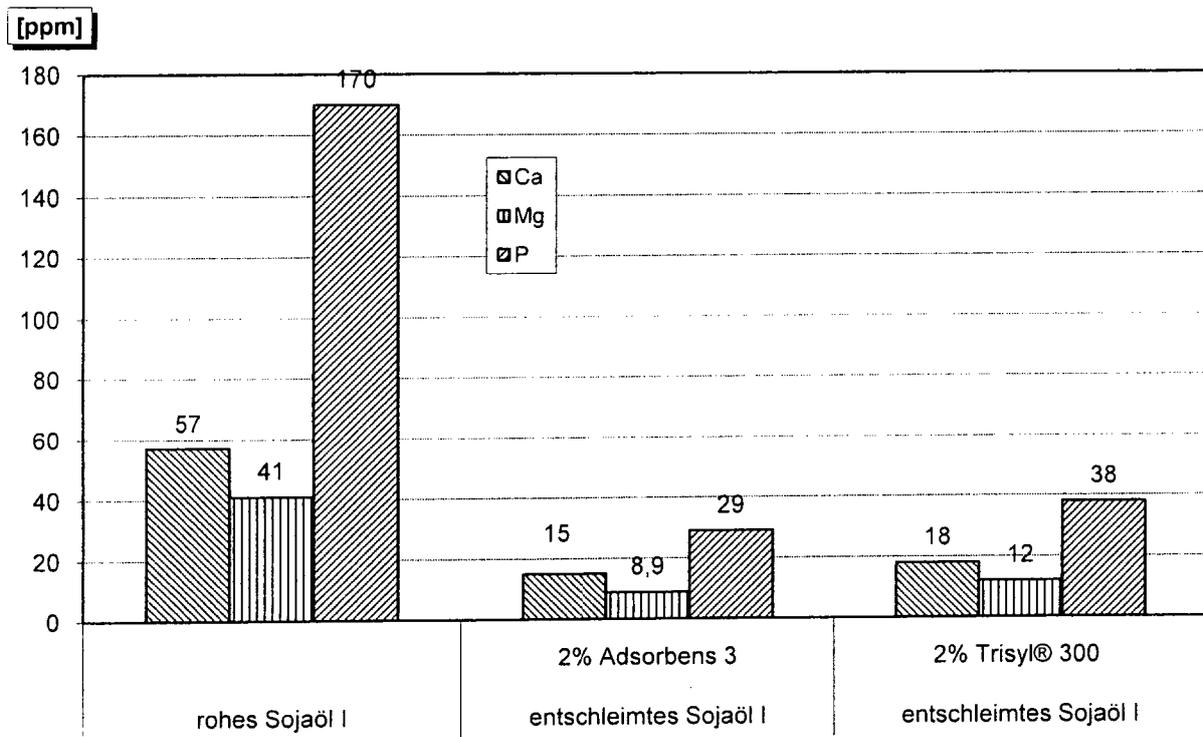


Fig. 8

