

Josef Witzelsperger und Edgar Remmele

# Nachbehandlung von kaltgepresstem Rapsölkraftstoff zur Reduzierung von Elementgehalten

Die Gehalte der ablagerungs- und aschebildenden Elemente Phosphor, Calcium und Magnesium in kaltgepresstem, dezentral erzeugtem Rapsölkraftstoff können gesenkt werden. Dies geschieht durch eine Nachbehandlung mit Zuschlagstoffen wie Bleicherde, Silicagel oder Zitronensäure während der Fest-/Flüssig-Trennung. In Labor- und Technikumsversuchen wurden Rapsöle mit unterschiedlich hohen Gehalten dieser Elemente mit verschiedenen Zuschlagstoffen, Zitronensäure und Filterhilfsmitteln in unterschiedlichen Kombinationen behandelt und auf relevante Kennwerte gemäß DIN V 51605 analysiert. Die Konzentrationen der eingesetzten Zuschlagstoffe, der Zitronensäure und der Filterhilfsmittel müssen in Abhängigkeit der Höhe der Elementgehalte im Rapsöl angepasst werden, weitere Qualitätsparameter sind zu berücksichtigen.

## Schlüsselwörter

Rapsölkraftstoff, Qualität, Elementgehalte

## Keywords

Rapeseed oil for fuel, quality, element content

## Abstract

Witzelsperger, Josef and Remmele, Edgar

Rapeseed oil fuel aftertreatment in decentralized oil mills in order to reduce element contents

Landtechnik 65 (2010), no. 1, pp. 54-57, 2 figures, 3 tables, 4 references

The contents of phosphorus, calcium and magnesia in rapeseed oil fuel can be reduced with suitable added substances and citric acid. Depending on the original contents, the used amounts of added substances, citric acid and filter aids must be adjusted, whereas other quality parameters have to be regarded.

Phosphor, Calcium und Magnesium im Rapsölkraftstoff wird mit fortschreitender Motorenentwicklung und bei vermehrtem Einsatz von Abgasnachbehandlungssystemen immer wichtiger [1]. Sofern die Anforderungen hinsichtlich eines geringeren Gehalts dieser Elemente im Rapsölkraftstoff verschärft werden, wird es für dezentrale Ölgewinnungsanlagen mit dem aktuellen Stand der technischen Ausstattung häufig nicht mehr möglich sein, normkonforme Kraftstoffqualitäten zu produzieren. Deshalb wären für diesen Zweck geeignete Verfahren zur Nachbehandlung von Rapsöl erforderlich [2]. In Versuchen im Labormaßstab [3] hat sich gezeigt, dass die Gehalte der Elemente Phosphor, Calcium und Magnesium in kaltgepresstem Rapsöl durch die Behandlung mit Bleicherde, Silicagel oder Zitronensäure deutlich reduziert werden können.

Ziel dieser Untersuchung [4] war es, erfolgversprechende Verfahren aus Laborversuchen zur Reduktion der Gehalte an Phosphor, Calcium und Magnesium im Rapsölkraftstoff auf ihre Eignung für die Anwendung in dezentralen Anlagen und auf ihr Reduktionspotenzial im Technikumsmaßstab zu prüfen. Weitere Qualitätsparameter von Rapsölkraftstoff sowie die Filtrierbarkeit wurden in die Analysen miteinbezogen, da diese durch die Behandlung nicht nachteilig beeinflusst werden sollten.

## Vorgehensweise

Kaltgepresstes, unfiltriertes Rapsöl (Trüböl) wurde bei den Technikumsversuchen I in Chargen zu jeweils ca. 180 kg mit 6 Zuschlagstoffen (Kieselgur, 2 Silicagele, Cellulose, 2 Bleicherden) und 20%iger Zitronensäure versetzt. Die Elementgehalte des verwendeten Öles lagen bereits unterhalb der jeweiligen Grenzwerte der DIN V 51605: bei Phosphor waren es

■ Die Verwendung hochwertigen Kraftstoffs gemäß DIN V 51605 ist die Voraussetzung für den zuverlässigen Betrieb pflanzenöltauglicher Motoren mit Rapsölkraftstoff [1]. Die Reduzierung ablagerungs- und aschebildender Elemente, wie

7,2 mg/kg, bei Calcium und Magnesium in Summe 11,5 mg/kg. Das Trüböl wurde in einem Edelstahltank über einen Wärmetauscher am Behälterboden mit Hilfe eines Kryostaten auf 45 °C erwärmt und mit einem integrierten Rührwerk homogenisiert. Mit Erreichen der Temperatur von 45 °C wurde das Trüböl mit Zuschlagstoff und Zitronensäure in verschiedenen Kombinationen für 30 min konditioniert. Einen Überblick über die Varianten geben **Tabelle 1**, **Tabelle 2** und **Tabelle 3**. Die Fest-/Flüssig-Trennung wurde per Anschwemmfiltration mit einer Kammerfilterpresse durchgeführt, wie sie in dezentralen Ölmühlen üblich ist.

Tab. 1

Zuschlagstoffe und Codierung

Table 1: Added substances and coding

Codierung Code	Bezeichnung Term	Produktname Product name	Hersteller Manufacturer
NP ZS	Nullprobe zero sample	–	–
KG1/2 DE1/2	Kieselgur 1/2 diatomaceous earth 1/2	KG1/DE1: Celatom FW-14 KG2/DE2: Celatom FW-60	Eaglepicher Minerals
SG1/2 SG1/2	Silica Gel 1/2 silica gel 1/2	SG1/SG1: Trisyl SG2/SG2: Trisyl 300	Grace Davison
SG3 SG3	Silica Gel 3 silica gel 3	SG3/SG3: BFX	PQ Europe
CE1/2 CE1/2	Cellulose 1/2 cellulose 1/2	CE1/CE1: EFC 250 C CE2/CE2: EFC 250 C-PLUS	J. Rettenmaier & Söhne
BE1/2 BE1/2	Bleicherde 1/2 bleaching earth 1/2	BE1/BE1: Tonsil 919 FF BE2/BE2: Tonsil 9191 FF	Süd-Chemie
BEM BEM	Bleicherde- mischung bleaching earth mixture	BEM/BEM: Obefil	Öl- u. Bioenergie GmbH

Im Rahmen der Technikumsversuche II wurde Rapsöl mit erhöhten Gehalten an Phosphor (15,9 mg/kg), Calcium und Magnesium (in Summe 30,9 mg/kg) mit den Zuschlagstoffen SG3 und BE2 behandelt, die in den Technikumsversuchen I die besten Ergebnisse geliefert hatten. Das Rapsöl wurde des Weiteren mit 40%iger Zitronensäure und dem Filterhilfsmittel Cellulose in verschiedenen Kombinationen versetzt. Neben dem Reduktionspotenzial sollte untersucht werden, ob mit höher konzentrierter Zitronensäure ein Anstieg des Wassergehalts im Öl vermieden werden kann und ob sich das Filterhilfsmittel Cellulose günstig auf den Ölvolumenstrom bei der Fest-/Flüssig-Trennung auswirkt. Diese Versuchsreihe wurde analog der Technikumsversuche I durchgeführt.

Die behandelten und gereinigten Öle wurden auf die Kennwerte Phosphor, Calcium und Magnesium, Säurezahl, Oxidationsstabilität und Wassergehalt der DIN V 51605 analysiert. Zusätzlich erfolgte für alle Proben ein Elementscreening mittels ICP, um eventuelle Verunreinigungen im Reinöl infolge der Behandlung mit Zuschlagstoffen überprüfen zu können. Der Filtrationsprozess wurde anhand des gemessenen Ölvolumenstroms und des Flüssigkeitsdrucks an der Kammerfilterpresse beurteilt.

## Ergebnisse und Diskussion

**Technikumsversuche I.** Die ausschließliche Behandlung mit Silicagel SG2 in einer Konzentration von 0,5 Gewicht-% zeigte im Vergleich die beste Wirkung und ermöglichte eine deutliche Absenkung des Phosphorgehalts von 7,2 auf 1,2 mg/kg. Die Ergebnisse sind in **Abbildung 1** zusammengefasst. Mit 0,35 Gewicht-% 20%iger Zitronensäure konnte der Phosphorgehalt auf 6,1 mg/kg gesenkt werden. Zitronensäure und Zuschlagstoff in Kombination zeigten tendenziell eine effektivere Wirkung. Bei Silicagel SG3, Bleicherde BE2 sowie der Bleicherdemischung BEM konnten annähernd die mit Silicagel SG2 erzielten Werte für Phosphor erreicht werden.

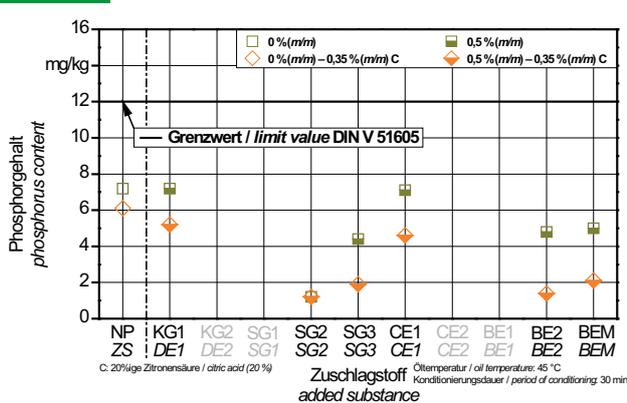
Tab. 2

Versuchsvarianten (Technikumsversuche I) nach Zuschlagstoffkonzentration, Öltemperatur während der Konditionierung, Konditionierungsdauer, Zugabe von 20%iger Zitronensäure

Table 2: Experimental variants (pilot plant experiments I) depending on concentration of added substances, oil temperature while conditioning, period of conditioning, concentration of added citric acid (20 %)

	Einheit Unit	Probencodierung Technikumsversuche I Coding of samples at pilot plant scale I			
		0 % (m/m)	0 % (m/m) – 0,35 % (m/m) C	0,5 % (m/m)	0,5 % (m/m) – 0,35 % (m/m) C
Konzentration Zuschlagstoff Concentration of added substance	% (m/m)	0,0	0,0	0,5	0,5
Öltemperatur Oil temperature while conditioning	° C	45	45	45	45
Konditionierungsdauer Period of conditioning	min	30	30	30	30
Konzentration 20%ige Zitronensäure Concentration of added citric acid (20 %)	% (m/m)	0,0	0,35	0,0	0,35

Abb. 1



Phosphorgehalt (DIN EN 14107) der Rapsölproben nach Behandlung ohne und mit Zuschlagstoffen sowie ohne und mit 20%iger Zitronensäure (Technikumsversuche I)

Fig. 1: Phosphorus content (DIN EN 14107) of rapeseed oil samples after treatment without and with added substances, without and with citric acid (20 %) (trials at pilot plant scale I)

Durch die Zugabe des Silicagels SG2 in einer Konzentration von 0,5 Gewicht-% konnte eine Absenkung von Calcium und Magnesium in Summe von 11,5 auf 1,7 mg/kg erreicht werden, mit Silicagel SG3, Bleicherde BE2 sowie der Bleicherdemischung BEM war wiederum ein geringerer Effekt festzustellen. Mit 0,35 Gewicht-% 20%iger Zitronensäure konnten Calcium und Magnesium in Summe auf 9,4 mg/kg gesenkt werden. Die Kombination von Zitronensäure und Zuschlagstoff ermöglichte jeweils eine deutlichere Absenkung. Während der Untersuchungen wurde ein Anstieg der Säurezahl beobachtet, der jedoch nicht auf die Nachbehandlung des Rapsölkraftstoffs zurückzuführen war.

Die Oxidationsstabilität wurde durch die Behandlungen nicht beeinflusst, obwohl zu erwarten gewesen wäre, dass durch die Bleicherdebehandlung der Anteil der natürlichen Antioxidans Tocopherol im Öl abnimmt und damit die Oxidationsstabilität sinkt.

Bei der Behandlung mit Silicagel SG2 stieg der Wassergehalt im Öl von 676 auf 971 mg/kg deutlich über den Grenzwert von 750 mg/kg an. Mit allen anderen Zuschlagstoffen wurde der Wassergehalt jeweils abgesenkt. Die alleinige Zugabe von Zitronensäure veränderte den Wassergehalt nicht. Die Kombination von Zitronensäure mit Zuschlagstoffen führte jeweils zu einem Anstieg bis über den Grenzwert.

Der in Laboruntersuchungen [3] beobachtete Eintrag von Elementen über die Zuschlagstoffe konnte nicht bestätigt werden. Die ermittelten Gehalte von Elementen wie Eisen, Kalium, Kupfer, Natrium, Silicium und Zink im Öl lagen im Bereich der Nachweisgrenze.

Der Ölvolumenstrom bei der Filtration wurde durch die Zugabe von Zitronensäure negativ beeinflusst.

**Technikumsversuche II.** Der Phosphorgehalt von 15,9 mg/kg im unbehandelten Öl konnte mit Bleicherde BE2 auf 10,4 mg/kg deutlicher abgesenkt werden als mit Silicagel SG3 (13,7 mg/kg). Die Ergebnisse sind in **Abbildung 2** dargestellt. Der alleinigen Zugabe von 40%iger Zitronensäure ist eine Kombination von Zitronensäure mit Bleicherde BE2 vorzuziehen. Mit dem zusätzlichen Einsatz des Filterhilfsmittels Cellulose wurde mit einem Phosphorgehalt von 6,7 mg/kg das beste Ergebnis erzielt. Der positive Effekt dieser Kombination könnte unter Umständen auf die bessere Durchströmbarkeit des Filterkuchens durch das Filterhilfsmittel zurückzuführen sein, verbunden mit

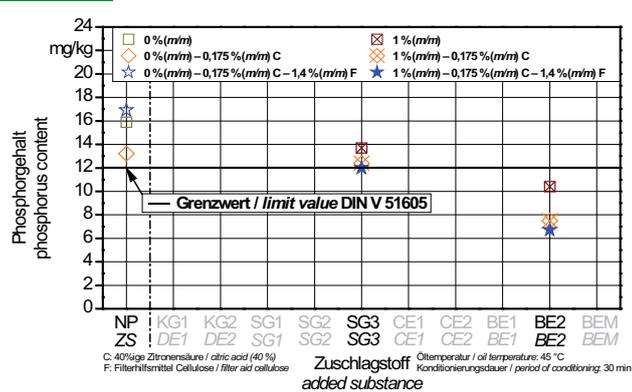
Tab. 3

Versuchsvarianten (Technikumsversuche II) nach Zuschlagstoffkonzentration, Öltemperatur während der Konditionierung, Konditionierungsdauer, Zugabe von 40%iger Zitronensäure und Zugabe von Filterhilfsmittel

Table 3: Experimental variants (pilot plant experiments II) depending on concentration of added substances, oil temperature while conditioning, period of conditioning, concentration of added citric acid (20 %) and concentration of added filter aid

Einheit Unit	Probencodierung Technikumsversuche II coding of samples at pilot plant scale II						
	0 % (m/m)	0 % (m/m) - 0,175 % (m/m) C	0 % (m/m) - 0,175 % (m/m) C - 1,4 % (m/m) F	1 % (m/m)	1 % (m/m) - 0,175 % (m/m) C	1 % (m/m) - 0,175 % (m/m) C - 1,4 % (m/m) F	
Konzentration Zuschlagstoff Concentration of added substance	% (m/m)	0,0	0,0	0,0	1,0	1,0	1,0
Öltemperatur Oil temperature while conditioning	° C	45	45	45	45	45	45
Konditionierungsdauer Period of conditioning	min	30	30	30	30	30	30
Konzentration 40%ige Zitronensäure Concentration of added citric acid (40 %)	% (m/m)	0,0	0,175	0,175	0,0	0,175	0,175
Konzentration Filterhilfsmittel Concentration of added filter aid	% (m/m)	0,0	0,0	1,4	0,0	0,0	1,4

Abb. 2



Phosphorgehalt (DIN EN 14107) der Rapsölproben nach Behandlung ohne und mit Zuschlagstoffen, ohne und mit 40%iger Zitronensäure, ohne und mit Filterhilfsmittel (Technikumsversuche II)  
 Fig. 2: Phosphorus content (DIN EN 14107) of rapeseed oil samples after treatment without and with added substances, without and with citric acid (40%), without and with filter aid (trials at pilot plant scale II)

einer Verbesserung der Wirkung von Zuschlagstoff und Zitronensäure.

Die jeweils beobachtete Reduktion des Calcium- und Magnesiumgehalts beim Einsatz von Zuschlagstoffen, 40%iger Zitronensäure und Filterhilfsmittel Cellulose verläuft analog dem Parameter Phosphor. Die Kombination von Bleicherde BE2 mit Zitronensäure und Cellulose als Filterhilfsmittel erlaubt eine deutliche Absenkung der Elementgehalte unter den Grenzwert von 20 mg/kg.

Die Säurezahl stieg mit zunehmender Lagerungszeit des Trüböls unabhängig von einer durchgeführten Behandlung an.

Die Oxidationsstabilität wurde durch die Behandlungen nicht beeinflusst.

Die alleinige Behandlung mit 40%iger Zitronensäure verändert den Wassergehalt im Öl nicht. Wird eine Kombination von Zitronensäure mit Zuschlagstoff bzw. Cellulose eingesetzt, kommt es jeweils zu einem Anstieg. Die Verwendung von 40%iger Zitronensäure gegenüber 20%iger Zitronensäure führt zu einem geringeren Eintrag von Wasser ins behandelte Öl.

Ein Eintrag von Elementen über die Zuschlagstoffe konnte wiederum nicht bestätigt werden.

Der Ölvolumenstrom bei der Filtration wurde durch die Zugabe von 40%iger Zitronensäure negativ beeinflusst. Die zusätzliche Verwendung des Filterhilfsmittels Cellulose konnte den negativen Einfluss der Zitronensäurebehandlung auf den Ölvolumenstrom ausgleichen.

## Schlussfolgerungen

Die Gehalte an Phosphor, Calcium und Magnesium in Rapsölkraftstoff konnten im Labor durch den Einsatz von Zuschlagstoffen gesenkt werden, durch Behandlung mit 20%iger Zitronensäure vergleichsweise noch deutlicher. Die Kombination von Zitronensäure mit BE1, BE2 bzw. BEM lieferte im Labor die besten Ergebnisse. Bei den Technikumsversuchen I wurden die geringsten Elementgehalte mit dem Silicagel SG2 erzielt.

Die Kombination von Zuschlagstoff (SG3, BE2 und BEM) und 20%iger Zitronensäure ermöglichte eine deutlichere Absenkung der Elementgehalte und erscheint deshalb empfehlenswert. Die verwendeten Konzentrationen von 0,5 Gewicht-% Zuschlagstoff und 0,35 Gewicht-% 20%ige Zitronensäure waren für das behandelte Öl geeignet.

Mit der Bleicherde BE2 (1,0 Gewicht-%) in Kombination mit 40%iger Zitronensäure (0,175 Gewicht-%) und dem Filterhilfsmittel Cellulose (1,4 Gewicht-%) konnten bei den Technikumsversuchen II die besten Ergebnisse erzielt werden.

Die durchgeführten Untersuchungen zur Nachbehandlung von Rapsölkraftstoff mit sorptiv wirkenden Zuschlagstoffen, Zitronensäure und dem Filterhilfsmittel Cellulose zeigen, dass die Gehalte der ablagerungs- und aschebildenden Elemente Phosphor, Calcium und Magnesium im Rapsöl effektiv abgesenkt werden können. Die generelle Eignung für den Praxiseinsatz in dezentralen Ölmühlen liegt nach derzeitigem Kenntnisstand vor, muss aber für einen längerfristigen und kontinuierlichen Einsatz im Detail noch untersucht werden. Ausschlaggebend für eine erfolgreiche Nachbehandlung von Rapsöl ist die Kenntnis der vorliegenden Ausgangsqualität des zu behandelnden Öls und die daraufhin ausgerichteten Konzentrationen der Zuschlagstoffe, Zitronensäure und Filterhilfsmittel.

Im Fall einer in Fachkreisen diskutierten Absenkung der zulässigen Gehalte an Phosphor, Calcium und Magnesium in Rapsölkraftstoff nach DIN V 51605 besteht für dezentrale Ölgewinnungsanlagen die Möglichkeit mit den beschriebenen Nachbehandlungsverfahren normkonforme Kraftstoffqualitäten zu produzieren.

## Literatur

- Bücher sind durch ● gekennzeichnet
- [1] Deutsches Institut für Normung e.V.: (Vornorm) DIN V 51605. Kraftstoffe für pflanzenöltaugliche Motoren - Rapsölkraftstoff - Anforderungen und Prüfverfahren. Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2006
  - [2] ● Remmele, E.: Handbuch Herstellung von Rapsölkraftstoff in dezentralen Ölgewinnungsanlagen. 2., neu bearbeitete und erweiterte Auflage. Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e.V., Gülzow, 2009
  - [3] Witzelsperger, J. und Remmele, E.: Nachbehandlung von Rapsölkraftstoff dezentraler Ölmühlen zur Minderung von Elementgehalten. Landtechnik 63 (2008), H. 4, S. 205-207
  - [4] ● Witzelsperger, J. und Remmele, E.: Prüfung der Eignung von Verfahren zur Reduktion ablagerungs- und aschebildender Elemente in Rapsölkraftstoff bei der dezentralen Erzeugung. Reihe Berichte aus dem TFZ, Nr. 20. Technologie- und Förderzentrum im Kompetenzzentrum für Nachwachsende Rohstoffe (TFZ), Straubing, 2009

## Autoren

**M.Sc. (Univ.), Dipl.-Ing. (FH) Josef Witzelsperger** ist wissenschaftlicher Mitarbeiter am Sachgebiet Biogene Kraft-, Schmier- und Verfahrensstoffe im Technologie- und Förderzentrum (TFZ), Schulgasse 18, 94315 Straubing, E-Mail: poststelle@tfz.bayern.de

**Dr. Edgar Remmele** ist Leiter des Sachgebietes Biogene Kraft-, Schmier- und Verfahrensstoffe im TFZ.

## Hinweis

Der ausführliche Forschungsbericht steht in der Reihe Berichte aus dem TFZ Nummer 20 unter [www.tfz.bayern.de](http://www.tfz.bayern.de) zum Download zur Verfügung. Die Autoren danken dem Bayerischen Staatsministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten, München, für die Finanzierung der Untersuchungen sowie den beteiligten Firmen für die Unterstützung.