



Republik  
Österreich  
Patentamt

(11) Nummer: **AT 002 190 U1**

(12)

## GEBRAUCHSMUSTERSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 554/97

(51) Int.Cl.<sup>6</sup> : **B01D 15/08**  
G01N 30/80

(22) Anmeldetag: 8. 9.1997

(42) Beginn der Schutzdauer: 15. 5.1998

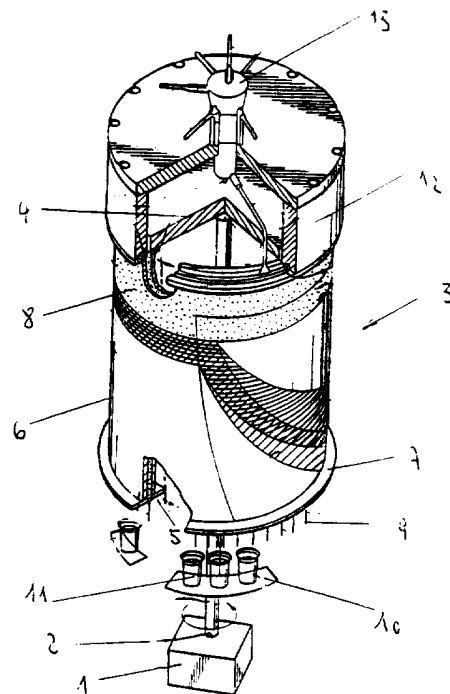
(45) Ausgabetag: 25. 6.1998

(73) Gebrauchsmusterinhaber:

PRIOR ENGINEERING AG  
CH-8008 ZÜRICH (CH).

### (54) CHROMATOGRAPHIEVORRICHTUNG

(57) Vorgeschlagen wird eine Vorrichtung zur kontinuierlichen annularen Chromatographie, bei der eine Relativbewegung zwischen einem Teilchenbett (8) in Form eines Zylindermantels und mindestens einer Aufgabestelle (11) für flüssiges Beschickungsmaterial (12) sowie mindestens einer Auffangstelle für jede aus dem Teilchenbett austretende Fraktion des Beschickungsmaterials dadurch vorgesehen ist, daß das Teilchenbett rotiert, mit dem Kennzeichen, daß die Auffangstellen als Kammern (16) mit Flüssigkeitsableitung eines Auffangrings (14) vorgesehen sind, auf dem die Flüssigkeitsaustrittszone der Teilchenbettummantelung abdichtend gleitend geführt ist.



AT 002 190 U1

DWR 0070018

#### Wichtiger Hinweis:

Die in dieser Gebrauchsmusterschrift enthaltenen Ansprüche wurden vom Anmelder erst nach Zustellung des Recherchenberichtes überreicht (§ 19 Abs.4 GKG) und lagen daher dem Recherchenbericht nicht zugrunde. In die dem Recherchenbericht zugrundeliegende Fassung der Ansprüche kann beim Österreichischen Patentamt während der Amtsstunden Einsicht genommen werden.

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur kontinuierlichen annularen Chromatographie, bei der eine Relativbewegung zwischen einem Teilchenbett in Form eines Zylindermantels und mindestens einer Aufgabestelle für flüssiges Beschickungsmaterial sowie mindestens einer Auffangstelle für jede aus dem Teilchenbett austretende Fraktion des Beschickungsmaterials dadurch vorgesehen ist, daß das Teilchenbett rotiert.

Bei der Säulenchromatographie wird ein stehender Zylinder mit teilchenförmigem Material gefüllt und oben mit einem aufzutrennenden Komponentengemisch beschickt. Anschließend wird von oben her mit einem Lösungsmittel kontinuierlich eluiert - dabei werden die Komponenten aufgrund ihrer verschiedenen Affinität zum Teilchenmaterial proportional zur Fließgeschwindigkeit des Lösungsmittels (Eluens) getrennt und verlassen die Säule nacheinander.

Man unterscheidet zwischen der Verwendung eines einheitlichen Lösungsmittels (isokratische Fahrweise) und der Verwendung mehrerer verschiedener Lösungsmittel (Stufen- bzw. Gradientenfahrweise). Bei der Stufenfahrweise wird übergangslos das Lösungsmittel gewechselt, bei der Gradientenfahrweise der Anteil einzelner Lösungsmittel in einem Lösungsmittelgemisch über die Zeit verändert.

Bei dieser Elutionschromatographie werden die Komponenten einfach durch die Säule hindurchgewaschen; verwendet man hingegen im Eluens einen sogenannten Displacer, d.h. einen Bestandteil, der eine höhere Affinität zum Teilchenmaterial aufweist als alle vorher aufgegebenen Komponenten und diese daher verdrängt, spricht man von Verdrängungschromatographie, bei der gegenüber der Elutionschromatographie aufkonzentrierte Fraktionen erhalten werden, aber nicht alles der einzelnen Komponenten in reiner Form erhältlich ist (es werden immer auch Gemische erhalten).

Um kontinuierlich chromatographieren zu können, wurde die Annulare Chromatographie entwickelt, bei der eine Relativbewegung zwischen einem Teilchenbett in Form eines stehenden Zylindermantels und mindestens einer an dessen Kopf angeordneten Aufgabestelle für flüssiges Beschickungsmaterial vorgesehen ist, die einzelnen Komponenten in Spiralbahnen das Teilchenmaterial durchlaufen und entlang des unteren Zylindermantelumfanga in verschiedenen Umfangsbereichen gleichzeitig austreten. Sie kann z.B. als HPLC, Elutions- oder Verdrängungschromatographie angewendet werden und wird vor allem isokratisch gefahren. Die kontinuierliche annulare Chromatographie wird international mit CAC abgekürzt.

Dabei sind für die CAC sowohl Vorrichtungen bekannt, bei denen das Teilchenbett stillsteht, als auch solche, bei denen das Teilchenbett gegenüber Aufgabestelle(n) und Auffangstellen rotiert. Als Beispiel einer Literaturstelle, die Vorrichtungen des zweiten Typs, die durch vorliegende Erfindung weiterentwickelt werden sollen, im Detail beschreibt sowie einen Überblick über die verschiedensten chromatographischen Methoden bietet, wird die EP-A 371 648 der Union Oil of California genannt.

Ziel der Erfindung ist vor allem, Vorrichtungen des eingangs genannten Typs gegenüber Kontaminationen durch die Umgebung unempfindlich zu machen, insbesondere ein steriles Arbeiten zu ermöglichen.

Demgemäß ist die erfindungsgemäße Vorrichtung zur kontinuierlichen annularen Chromatographie, bei der eine Relativbewegung zwischen einem Teilchenbett in Form eines Zylindermantels und mindestens einer Aufgabestelle für flüssiges Beschickungsmaterial sowie mindestens einer Auffangstelle für jede aus dem Teilchenbett austretende Fraktion des Beschickungsmaterials dadurch vorgesehen ist, daß das Teilchenbett rotiert, dadurch gekennzeichnet, daß die Auffangstellen als Kammern mit Flüssigkeitsableitung eines Auffangrings vorgesehen sind, auf dem die Flüssigkeitsaustrittszone der Teilchenbettummantelung abdichtend gleitend geführt ist.

Dabei sind die sonst üblichen Abführstutzen für die aus der CAC-Säule austretenden Fraktionen als Kanäle in der Flüssigkeitsaustrittszone der Teilchenbettummantelung ausgebildet - mit anderen Worten sind in der Flüssigkeitsaustrittszone der Teilchenbettummantelung unterhalb des Teilchenbetts zumindest im wesentlichen parallel zur Axialrichtung des Teilchenbetts in Richtung Auffangring verlaufende Flüssigkeitskanäle vorgesehen, die in gleichen Abständen voneinander angeordnet sind.

Vorteilhaft ist weiterhin, daß zwischen Teilchenbett und Flüssigkeitskanälen ein flüssigkeitsdurchlässiger Bettmaterialrückhaltestreifen, insbesondere aus porösem Kunststoff, vorgesehen ist.

Ein weiteres erfindungsgemäßes Kennzeichen ist, daß an die Flüssigkeitskanäle in Richtung Teilchenbett jeweils ein Keilraum anschließt.

Die Erfindung wird nachstehend anhand eines Ausführungsbeispiels unter Bezugnahme auf die Zeichnung näher erläutert, in der die Figuren 1 und 2 jeweils teilweise geschnittene Schrägansichten sind, worin Fig. 1 den Stand der Technik gemäß der EP-A 371 648 zur Erläuterung der Funktion der CAC mit rotierendem Teilchenbett wiedergibt und Fig. 2 das erfindungsgemäße Beispiel.

Aus Fig. 1 erkennt man, daß auf einem Support 1 ein über eine in Pfeilrichtung (Gegenuhrzeigersinn) angetriebene Drehachse 2 zylindrischer Rotationskörper 3 aufsitzt, der einen ein Kegeldach 4 aufweisenden Innenmantel 5 und einen oben offenen Außenmantel 6 aufweist, die auf einer Bodenplatte 7 aufsitzen. Zwischen Innenmantel 5 und Außenmantel 6 befindet sich eine zylindermantelförmige Bettschüttung 8 aus teilchenförmigem Material, z.B. einem geeigneten Ionentauscherharz. Die Bodenplatte 7 weist im Bettbereich Bohrungen auf, die Abgabestutzen 9 für die Bettschüttung nach unten passierende Flüssigkeit aufweisen, die

von den Abgabestutzen 9 in auf einer unverdrehbaren Ringplattform 10 abgestellte Auffangbehälter 11 abfließt.

Oberhalb des Rotationskörpers 3 befindet sich eine ebenfalls unverdrehbare Materialzufuhrkappe 12 mit Zentralzufuhr 13, über die einerseits Lösungsmittel als Materialtransportvehikel mittig auf das Kegeldach 4 des Innenmantels 5 und andererseits peripher am Kopf der Bettschüttung über den Bettumfang verteilt an gewissen Punkten aufzutrennendes flüssiges Stoffgemisch und an anderen Punkten Behandlungsmittel, wie z.B. Verdrängersubstanzen eingebracht werden. Die einzelnen Fraktionen laufen durch die Bettschüttung in gekrümmten Bahnen, bevor sie unten aus der Bettschüttung austreten.

Fig. 2 zeigt einen Ausschnitt aus einer erfindungsgemäßen Konstruktion, der das untere Ende des Rotationskörpers 3 zeigt und wobei die gleichen Bezugszeichen wie in Fig. 1 verwendet sind. Gegenüber Fig. 1 ist die Drehrichtung gemäß Pfeil umgekehrt, dies macht aber sachlich keinen Unterschied. Die Bodenplatte 7 sitzt gleitend auf einem Auffangring 14 auf, der der Ringplattform 10 in Fig. 1 entspricht und entlang seines Umfangs durch Radialwände 15 getrennte Kammern 16 aufweist, die den Auffangbehältern 11 in Fig. 1 entsprechen, einen zum Außenumfang des Auffangrings 14 hin abfallenden Boden aufweisen und in Abführstutzen 17 münden. Mit 18 ist eine Druckausgleichöffnung bezeichnet, die beim sterilen Arbeiten mit einer Sterilfiltermembran abgedeckt wird:

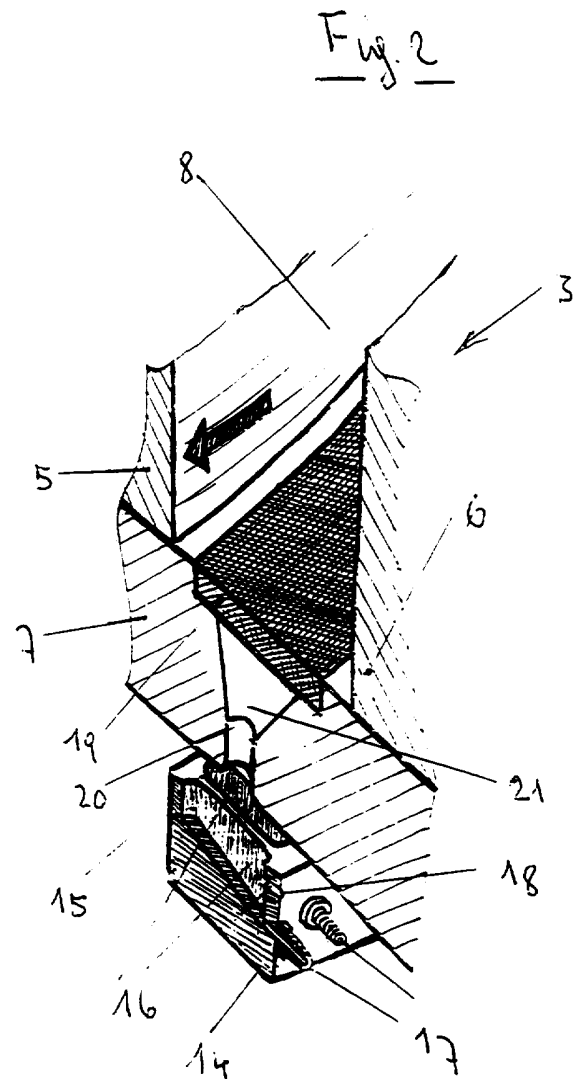
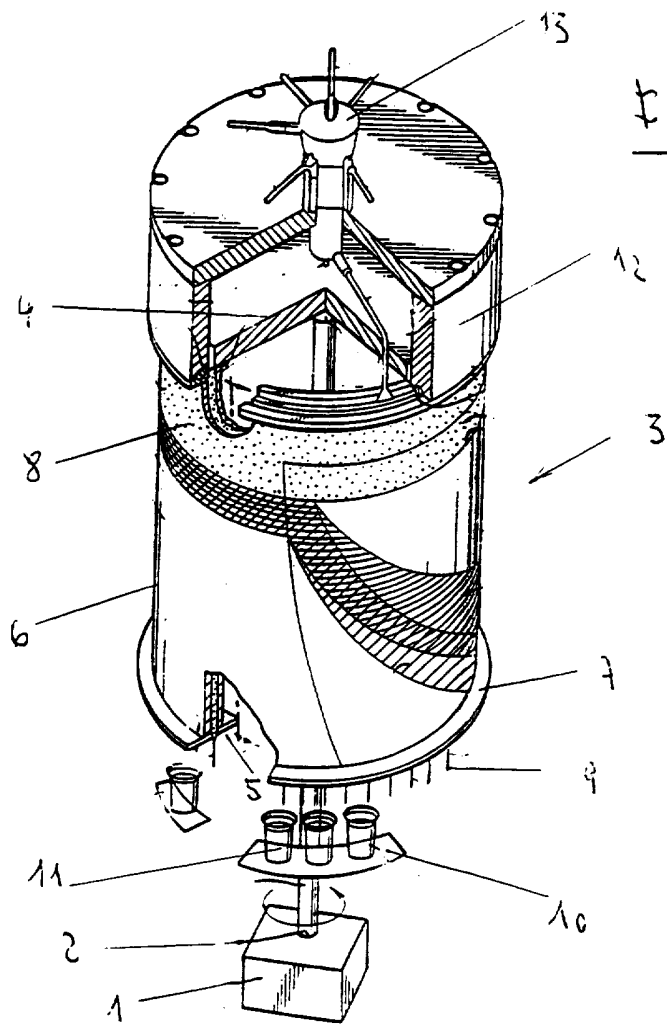
Die Bettschüttung 8 ist lediglich angedeutet - die Bodenplatte 7 weist einen zentralen Bettmaterialrückhaltestreifen in Form einer Filtermaterialbahn 19 auf, durch die hindurch aus der Vorrichtung austretende, fraktionierte Flüssigkeit über Flüssigkeitskanäle 20 in die Kammern 16 abfließt. Aus Fig. 2 erkennt man, daß die Breite des Bettmaterialrückhaltestreifens jeweils ein vielfaches des Durchmessers des Flüssigkeitskanals 20 beträgt und unterhalb des Bettmaterialrückhaltestreifens ein Keilraum 21 als Übergang zum Flüssigkeitskanal 20 vorgesehen ist. Beide Maßnahmen

dienen zur gleichmäßigen Verteilung der aus dem Bett austretenden Flüssigkeit unabhängig davon, ob nach einem weiteren erfindungsgemäßen Kennzeichen - das bei allen CAC-Vorrichtungen anwendbar ist - das Bettmaterialvolumen durch Verwendung von Innenmänteln 5 verschiedenen Durchmessers variiert wird. Der Bettmaterialrückhaltestreifen besteht aus einem dem Beschickungsmaterial angepaßtem Material, z.B. Metall bei organischem Lösungsmittel, poröser Kunststoff bei saurem pH und poröse Keramik im alkalischen Bereich.

Vorzugsweise weisen die Oberseite des Auffangrings 14 und/oder die Unterseite der Bodenplatte 7 im Kontaktbereich eine reibungsvermindernde Beschichtung auf.

Ansprüche:

1. Vorrichtung zur kontinuierlichen annularen Chromatographie, bei der eine Relativbewegung zwischen einem Teilchenbett in Form eines Zylindermantels und mindestens einer Aufgabestelle für flüssiges Beschickungsmaterial sowie mindestens einer Auffangstelle für jede aus dem Teilchenbett austretende Fraktion des Beschickungsmaterials dadurch vorgesehen ist, daß das Teilchenbett rotiert, dadurch gekennzeichnet, daß die Auffangstellen als Kammern (16) mit Flüssigkeitsableitung eines Auffangrings (14) vorgesehen sind, auf dem die Flüssigkeitsaustrittszone der Teilchenbettummantelung abdichtend gleitend geführt ist.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in der Flüssigkeitsaustrittszone der Teilchenbettummantelung unterhalb des Teilchenbetts (8) zumindest im wesentlichen parallel zur Axialrichtung des Teilchenbetts in Richtung Auffangring (14) verlaufende Flüssigkeitskanäle (20) vorgesehen sind, die in gleichen Abständen voneinander angeordnet sind.
3. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen Teilchenbett (8) und Flüssigkeitskanälen (20) ein flüssigkeitsdurchlässiger Bettmaterialrückhaltestreifen (19), insbesondere aus porösem Kunststoff, vorgesehen ist.
4. Vorrichtung nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß an die Flüssigkeitskanäle (20) in Richtung Teilchenbett (8) jeweils ein Keilraum (21) anschließt.







**RECHERCHENBERICHT**

zu 16 GM 554/97

Ihr Zeichen: 111052

Klassifikation des Antragsgegenstandes gemäß IPC<sup>6</sup> : B01D 15/08, G01N 30/80

Recherchierter Prüfstoff (Klassifikation): B01D

Konsultierte Online-Datenbank: WPIL

Die nachstehend genannten Druckschriften können in der Bibliothek des Österreichischen Patentamtes während der Öffnungszeiten (Montag bis Freitag von 8 - 14 Uhr) unentgeltlich eingesehen werden. Bei der von der Hochschülerschaft TU Wien Wirtschaftsbetriebe GmbH im Patentamt betriebenen Kopierstelle können schriftlich (auch per Fax, Nr. 0222 / 533 05 54) oder telefonisch (Tel. Nr. 0222 / 534 24 - 153) Kopien der ermittelten Veröffentlichungen bestellt werden.

Auf Anfrage gibt das Patentamt Teilrechtsfähigkeit (TRF) gegen Entgelt zu den im Recherchenbericht genannten Patentdokumenten allfällige veröffentlichte „Patentfamilien“ (denselben Gegenstand betreffende Patentveröffentlichungen in anderen Ländern, die über eine gemeinsame Prioritätsanmeldung zusammenhängen) bekannt.

Diesbezügliche Auskünfte erhalten Sie unter der Telefonnummer 0222 / 534 24 - 132.

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung (Ländercode, Veröffentlichungsnummer, Dokumentart (Anmelder), Veröffentlichungsdatum, Textstelle oder Figur (soweit erforderlich))	Betreffend Anspruch
A	US 5149436 A (Taniguchi) 22.09.1992 Gesamte Druckschrift	1
A	DE 2440848 A1 (Dr. W. Killer AG) 18. 03. 1976	1
Patentsprüche		

☐ Fortsetzung siehe Folgeblatt

**Kategorien der angeführten Dokumente** (dient in Anlehnung an die Kategorien bei EP- bzw. PCT-Recherchenberichten nur zur **raschen Einordnung** des ermittelten Stands der Technik, stellt keine Beurteilung der Erfindungseigenschaft dar):

„A“ Veröffentlichung, die den **allgemeinen Stand der Technik** definiert.

„Y“ Veröffentlichung von Bedeutung; die Erfindung kann nicht als neu (bzw. auf erfinderischer Tätigkeit beruhend) betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren weiteren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese **Verbindung für den Fachmann naheliegend** ist.

„X“ Veröffentlichung von **besonderer Bedeutung**; die Erfindung kann allein aufgrund dieser Druckschrift nicht als neu (bzw. auf erfinderischer Tätigkeit beruhend) angesehen werden.

„P“ zwischenveröffentlichtes Dokument von besonderer Bedeutung (**älteres Recht**)

„&“ Veröffentlichung, die Mitglied derselben **Patentfamilie** ist.

**Ländercodes:**

AT = Österreich; AU = Australien; CA = Kanada; CH = Schweiz; DD = ehem. DDR; DE = Deutschland;  
EP = Europäisches Patentamt; FR = Frankreich; GB = Vereinigtes Königreich (UK); JP = Japan;  
RU = Russische Föderation; SU = ehem. Sowjetunion; US = Vereinigte Staaten von Amerika (USA);  
WO = Veröffentlichung gem. PCT (WIPO/OMPI); weitere siehe WIPO-Appl. Codes

Datum der Beendigung der Recherche: 09.01.1998

Prüfer: Dipl.Ing. Becker