



Republik  
Österreich  
Patentamt

(11) Nummer: **AT 404 904 B**

(12)

# PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 561/97

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

(22) Anmeldetag: 3. 4.1997

(42) Beginn der Patentdauer: 15. 8.1998

(45) Ausgabetag: 25. 3.1999

(56) Entgegenhaltungen:

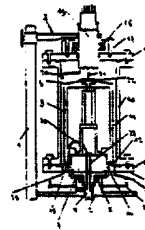
US 4683042A DE 4117604A1 US 5112493A

(73) Patentinhaber:

PRIOR ENGINEERING AG  
CH-8006 ZÜRICH (CH).

(54) VORRICHTUNG ZUR KONTINUIERLICHEN ANNULAREN CHROMATOGRAPHIE

(57) Vorgeschlagen wird eine Vorrichtung zur kontinuierlichen annularen Chromatographie, bei der eine Relativbewegung zwischen einem Teilchenbett in Form eines Zylindermantels und mindestens einer Aufgabesteile für flüssiges Beschickungsmaterial vorgesehen ist, mit dem Kennzeichen, daß am unteren Ende des Teilchenbettraums (11) mindestens eine Zugangsöffnung (12, 32) zum Teilchenbett, insbesondere zur Bettmaterialabfuhr, vorgesehen ist.



AT 404 904 B

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 vorgesehen ist.

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 Zylindermantelumfanges in verschiedenen Umfangsbereichen gleichzeitig austreten. Sie kann z.B. als HPLC, Elutions- oder Verdrängungschromatographie angewendet werden und wird vor allem isokratisch gefahren.

Dabei unterscheidet man zwischen Ausführungsformen, wo das Teilchenbett gegenüber dem Feed rotiert und solchen, bei dem der Feed gegenüber dem Teilchenbett rotiert. Als Beispiel für eine Literaturstelle betreffend eine Ausführungsform, bei der das Bett rotiert, wird die US-A 5045209 Westinghouse Electric Corp. genannt, die die chromatographische Gewinnung von Scandium und Yttrium beschreibt. Als Beispiel für eine Literaturstelle betreffend eine Ausführungsform mit stationärem Teilchenbett wird die US-A 5 149 436 Union Oil Company of California genannt, die eine für alle Zwecke anwendbare Verdrängungschromatographie beschreibt.

Die Erfindung betrifft eine Weiterentwicklung aller bekannten Vorrichtungen zur annularen Chromatographie und löst u.a. die Aufgabe, das Teilchenbett ohne Zerlegen der Vorrichtung erneuern zu können.

Zu diesem Zweck ist die erfindungsgemäße Vorrichtung vor allem dadurch gekennzeichnet, daß am unteren Ende des Teilchenbettraums mindestens eine Zugangsöffnung zum Teilchenbett, insbesondere zur Bettmaterialabfuhr, vorgesehen ist.

Über diese Zugangsöffnung kann das Bettmaterial nach unten entleert, vorzugsweise mit Flüssigkeit ausgespült, und die Vorrichtung von oben her neu beschickt werden. Über die Zugangsöffnung kann auch mit Druckmedium gegengeschpült werden, z.B. mit Druckluft das Bett gelockert werden. Sowohl das Entleeren als auch das Neubeschicken der Vorrichtung mit Bettmaterial erfolgt unter Relativbewegung von Teilchenbettraum und einer Aufgabestelle für neues Teilchenbettmaterial, die einfach als Rohr neben der Aufgabestelle für flüssiges Beschickungsmaterial vorgesehen sein kann.

Die Zugangsöffnung ist vorzugsweise eine Ringöffnung und wird insbesondere geschlossen und geöffnet, indem das Volumen einer Hohl dichtung über ihren Innenraum verändert wird. Vorteilhaft wird die Zugangsöffnung gebildet, indem eine Hohl dichtung durch Anlegen von Unterdruck kollabiert wird.

Es ist auch darum gedacht, zum Bilden und Schließen der Zugangsöffnung eine Wand des Teilchenbettraums zumindest abschnittsweise verschiebbar vorzusehen.

Im folgenden wird die Erfindung anhand zweier Ausführungsbeispiele unter Bezugnahme auf die Zeichnung näher erläutert, in der Fig. 1 und Fig. 2 jeweils schematische Seitenansichten im Schnitt sind, die eine Vorrichtung zur Annularchromatographie mit stillstehendem Feedkopf und rotierendem Teilchenbett zeigen. Dabei tragen einander entsprechende Bauelemente gleiche Bezugszeichen.

Auf einem Ständer 1 ist eine fixe Supportplattform 2 und ein verschiebbarer Tragarm 3 angeordnet. Die Supportplattform 2 wird von einem von unten angetriebenen Rotortisch 4 durchsetzt, der über ein Kegelerlager 5 an der Supportplattform 2 abgestützt ist und an der ein Bodenteller 6 angebolzt ist, der eine zentrale Erhöhung 7 aufweist, auf die ein zylindrischer Hohlkörper 8 mit Kegeldach 9 aufgesetzt ist. Konzentrisch zum Hohlkörper 8 ist ein Zylindermantel 10 von oben an den Bodenteller 6 angebolzt, wobei zwischen Hohlkörper 8 und Zylindermantel 10 ein vertikaler Ringraum 11 und zwischen dem unteren Rand

des Hohlkörpers 8 und der Oberseite des Bodentellers 6 ein sich bis zur zentralen Erhöhung 7 nach innen erstreckender Horizontalspalt 12 verbleibt, in dem eine Ringhohldichtung 13 angeordnet ist. Im Bodenteller sind Durchgangsbohrungen 14 vorgesehen, die den Horizontalspalt 12 mit der Unterseite 15 des Bodentellers 6 verbinden.

5 Der Zylindermantel 10 trägt einen Deckel 16 und dieser eine Lagerhülse 17 mit einem Kegelrollenlager 18, das sich zentral an einer feststehenden, vom Tragarm 3 gehaltenen Feedereinheit 19 abstützt, sodaß alle auf den Rotortisch 4 aufgesetzten Bauteile im Betrieb gegenüber der Supportplattform 2 und der Feedereinheit 19 gedreht werden.

Der vertikale Ringraum 11 ist mit teilchenförmigem Bettmaterial gefüllt, das in üblicher Weise z.B. ein Gelmaterial, ein Ionenaustauschermaterial oder dergl. ist und, wie bei 20 angedeutet, über die Feedereinheit 19 zuführbar ist. Ebenso wird dort flüssiges Beschickungsmaterial zugeführt, sowie zentral bei 21 ein Eluens, das über einen Verteilerteller 22 und das Kegeldach 9 zum Bettmaterial im Raum 11 abfließt. Am Boden des Materialbetts wird der Bodenteller 6 von über einen Kreisumfang verteilten Abnahmestutzen 23 durchsetzt und die Supportplattform 2 trägt eine Auffangwanne 24 zur Aufnahme von nicht dargestellten  
15 Auffanggefäßen. Mit 25 ist ein seitliches Ableitungsrohr bezeichnet.

Soll das Bettmaterial gewechselt werden, wird die Hohldichtung 13 über die Unterdruckleitung 26 kollabiert, wodurch sich der Horizontalspalt 12 zu den Bohrungen 14 hin öffnet und das Bettmaterial wird in die Auffangwanne 24 gespült. Mit 27 ist eine Belüftungs- bzw. Druckluftleitung angedeutet, mit der die Hohldichtung 13 während des Betriebs der Anlage expandiert werden kann.

20 Die in Fig. 2 gezeigte Vorrichtung weist gegenüber jener von Fig. 1 keine in ihrem Volumen veränderbare Dichtung zur Öffnung und Schließung eines Ringspalts auf, sondern der gesamte Hohlkörper 8 wird vom Bodenteller 6 über eine Hydraulik- oder Pneumatikzylinderkolbeneinheit 28, 29 abgehoben, der sich am Zentralteil 7 des Bodentellers über einen Fuß 30 abstützt. Dabei wird der untere Ringrand 31 des Hohlkörpers 8 aus einer korrespondierenden Ringnut 32 im Bodenteller 6 herausgehoben, in der er im  
25 Ruhezustand abgedichtet sitzt. Im Boden der Ringnut 32 sind die Durchgangsbohrungen 14 angeordnet. Ansonsten sind die Ausführungsformen nach den Fig. 1 und 2 und ihr Betrieb identisch.

#### Patentansprüche

- 30 1. Vorrichtung zur kontinuierlichen annularen Chromatographie, bei der eine Relativbewegung zwischen einem Teilchenbett in Form eines Zylindermantels und mindestens einer Aufgabestelle für flüssiges Beschickungsmaterial vorgesehen ist, **dadurch gekennzeichnet**, daß am unteren Ende des Teilchenbettraums (11) mindestens eine Zugangsöffnung (12, 32) zum Teilchenbett, insbesondere zur Bettmaterialabfuhr, vorgesehen ist.
- 35 2. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Zugangsöffnung (12, 32) eine Ringöffnung ist.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß in der Zugangsöffnung (12) eine  
40 Hohldichtung (13) mit über ihren Innenraum veränderbarem Volumen vorgesehen ist.
4. Vorrichtung nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Dichtung (13) durch Anlegen von Unterdruck kollabierbar ist.
- 45 5. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß eine Wand (8) des Teilchenbettraums (11) zumindest abschnittsweise verschiebbar ist.

Hiezu 1 Blatt Zeichnungen

50

55

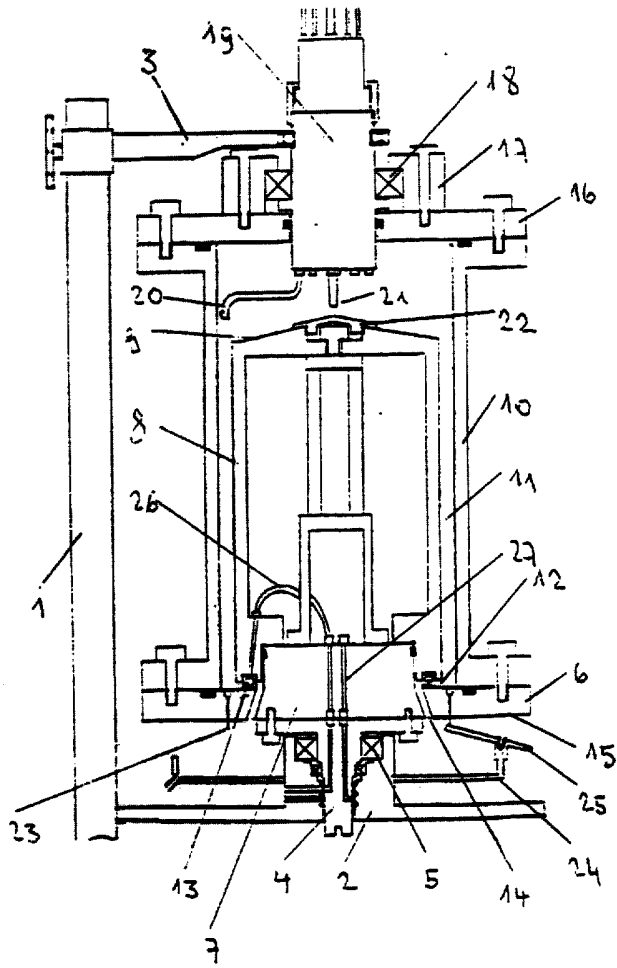


Fig. 1

Fig. 2

