



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 698 30 200 T2** 2006.03.02

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 045 727 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **698 30 200.1**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/GB98/03661**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **98 959 013.8**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 99/033538**

(86) PCT-Anmeldetag: **08.12.1998**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **08.07.1999**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **25.10.2000**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **11.05.2005**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **02.03.2006**

(51) Int Cl.⁸: **B01D 1/22** (2006.01)

B04B 5/02 (2006.01)

B04B 5/04 (2006.01)

B01D 3/08 (2006.01)

B01D 3/10 (2006.01)

F26B 5/04 (2006.01)

F26B 5/08 (2006.01)

(30) Unionspriorität:
9727232 23.12.1997 GB

(73) Patentinhaber:
Genevac Ltd., Ipswich, Suffolk, GB

(74) Vertreter:
Patentanwälte Wasmeier, Graf, 93055 Regensburg

(84) Benannte Vertragsstaaten:
CH, DE, FR, LI

(72) Erfinder:
Cole, Michael, Friston, GB

(54) Bezeichnung: **VERDAMPFUNGSPROZESS**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Gebiet der Erfindung

[0001] Die Erfindung betrifft einen Verdampfungsprozess zum Trennen volatiler Bestandteile von weniger volatilen Bestandteilen in flüssigen Gemischen, typischerweise, aber nicht ausschließlich von volatilen Lösungsmitteln und Lösungsmittelkomponenten in flüssigen Gemischen.

Hintergrund der Erfindung

[0002] Bei der Herstellung von Pharmazeutika und Medikamenten besteht der Bedarf, eine unerwünschte volatile Lösungsmittelkomponente von weniger volatilen Materialien zu trennen, und eine der hierfür angewandten Techniken sieht das Zentrifugieren des Gemisches vor, während gleichzeitig die zentrifugierte Material enthaltende Kammer evakuiert wird, damit aus dem Gemisch die stärker volatile Komponente abgezogen und das weniger volatile Material zurückgelassen wird. Dabei müssen Chemiker und Biologen häufig Flüssigkeiten entfernen, in denen die interessierenden Feststoffe gelöst oder in Suspension gehalten werden. Die Feststoffe können potentiell neue Medikamente, biologische Proben oder andere Materialien sein. Sie sind häufig empfindlich gegen Wärme, so dass die Flüssigkeit nicht bei Atmosphärendruck abgedampft werden kann, weil dies die Anwendung von übermäßig hohen Temperaturen erforderlich machen würde. Das Sieden oder Verdampfen unter Vakuum ist häufig der bevorzugte Prozess, weil dies bei niedrigen Temperaturen durchgeführt werden kann, die die Proben nicht nachteilig beeinflussen. Wenn Proben in Flüssigkeiten einem Vakuum ausgesetzt werden, tendieren sie zu starkem Sieden und diese Aktivität kann dazu führen, dass Flüssigkeit, die wertvolles Probematerial enthält, verschüttet wird und verloren geht, oder – was noch schlimmer ist – zur Verunreinigung von Proben führt, die vorher auf aufwendige Weise gereinigt worden sind.

[0003] Es ist deshalb bekannt, solche Proben in einer geschlossenen Vakuumkammer zu schleudern, damit sie durch Rotation erzeugten Zentrifugalkräften ausgesetzt werden, die das Verspritzen oder Ausschäumen der Flüssigkeit unterdrücken, während es unter Vakuum siedet. Dieser Prozess ist als Zentrifugal-Verdampfung oder als Konzentration bekannt.

[0004] Eine typische Anordnung weist eine stationäre Kammer auf, die abgedichtet und evakuiert werden kann und in der eine drehbare Abstützung befestigt ist, die eine Anzahl von Testrohren in Form von Behältern aufnimmt, die an ihren oberen Enden kardanisch aufgehängt sind und die normalerweise vertikal nach abwärts hängen, wenn die Abstützung stationär ist, die jedoch nach oben geschwenkt werden

und eine mehr horizontale Lage einnehmen können, wenn die Abstützung mit hoher Geschwindigkeit in Drehung versetzt wird.

[0005] Während die Kammer auf Atmosphärendruck gebracht wird und entweder Luft oder Gas bei Atmosphärendruck enthält, nimmt der Widerstand gegen die Bewegung zu, wenn die Testrohr-Vorrichtungen in Drehung versetzt werden, insbesondere, wenn die Testrohr-Vorrichtungen in ihre mehr horizontale Lage drehen. Dies begrenzt die Rotationsgeschwindigkeit, und typischerweise sind die Leistungseinheiten, die konventionellen Zentrifugen zugeordnet sind, ausreichend, um eine Rotationsgeschwindigkeit von etwa 1000 U/min zu erzielen, während die Kammer auf oder in Nähe des Atmosphärendruckes steht. Wenn die Kammer jedoch evakuiert wird, nimmt der Widerstand gegen Rotation ab und die Rotationsgeschwindigkeit kann steigen. So ist es gängige Praxis, die Proben mit herkömmlichen Antriebsmotoren bei Atmosphärendruck so rasch wie möglich in Drehung zu versetzen, bevor die Kammer evakuiert wird. Dies ist typischerweise bei etwa 1000 U/min der Fall, was einer Zentrifugalkraft von etwa 150 g entspricht. Die Kammer wird dann evakuiert und der Rotor dreht sich schneller, wenn der Druck fällt, und zwar aufgrund der Abnahme des Widerstandes, der durch die restliche Luft in der Kammer entsteht, und die meisten gängigen Geräte haben eine End-Drehgeschwindigkeit des Rotors im Bereich von 1350–1750 U/min bei Vakuum.

[0006] Nach Beendigung des Prozesses wird die Kammer erneut auf Atmosphärendruck gebracht und der Motor läuft aus; wenn die Einrichtung den stationären Zustand erreicht hat, kehren die kardanisch aufgehängten Testrohr-Vorrichtungen in ihre vertikale Position zurück und können entnommen werden. Während eine hier beschriebene Einrichtung und ein Verfahren für den Betrieb dieser Einrichtung sich als einwandfrei für bestimmte Lösungsmittel enthaltende Gemische herausgestellt haben, ist ein Problem dort aufgetreten, wo eine solche Einrichtung und ein solches Verfahren angewendet werden, um zwei Lösungsmittel-Komponenten aus einem solchen Gemisch zu entfernen, wenn die Lösungsmittel-Komponenten unterschiedliche Volatilitäten und unterschiedliche spezifische Gewichte haben. Insbesondere ist das bekannte Verfahren nicht geeignet für Gemische von Flüssigkeiten, die aus einer dichten, volatilen Flüssigkeit, z.B. Dichloromethan (DCM) oder Chloroform gemischt mit weniger dichten und weniger flüchtigen Flüssigkeiten, z.B. Methanol bestehen. In diesem Fall ist ein nicht vorhersehbares Verhalten festgestellt worden, das mit Verspritzen und ungesteuerter Emission einer oder beider Komponenten Hand in Hand geht, was eine Verunreinigung ergeben kann, wenn diese Emission mit anderen Testrohr-Vorrichtungen in Kontakt kommt, anstatt dass es systematisch und sauber gegenüber der

Kammer evakuiert wird. Ein starkes Verspritzen führt dazu, dass Probenmaterial verloren geht und dass eine gegenseitige Verunreinigung mit solchen flüssigen Gemischen unter den gleichen Bedingungen auftreten kann, bei denen keine Flüssigkeit verspritzt wird, wenn sie allein behandelt wird.

[0007] Dies kann sogar dann auftreten, wenn das Gemisch der Flüssigkeiten homogen ist und die Lösungsmittel vollständig mischbar sind, so dass keine Trennung unter dem Einfluss der Zentrifugalkraft auftritt. Sobald jedoch ein teilweises Vakuum aufgegeben wird, erfolgt eine bevorzugte Verdampfung der stärker volatilen Komponente aus der Oberfläche der gemischten Flüssigkeit, wobei die obere Schicht in dieser Flüssigkeit erschöpft bleibt und diese Schicht weniger dicht und weniger volatil als die darunter befindliche dichtere Flüssigkeit ist. Es bildet sich somit eine nicht verdampfende flüssige Abdeckung, die verhindert, dass die dichtere Flüssigkeit verdampft. Wenn der Druck in der Kammer dann weiter abgesenkt wird, wird der Hauptteil der Flüssigkeit sehr stark erhitzt, weil – obgleich die Temperatur sich nicht ändert – der abgesenkte Druck bewirkt, dass die Temperatur der Flüssigkeit über ihre Siedetemperatur ansteigt. Dies bewirkt, dass die Flüssigkeit sehr stark siedet, da Kerne gebildet werden. Diese siedende Flüssigkeit durchdringt die flüssige Abdeckung und verlässt den Behälter, wodurch ein Probenverlust und die Möglichkeit der gegenseitigen Verunreinigung auftritt.

[0008] DE-A-41 13 174 beschreibt ein Verfahren und eine Einrichtung zum Trocknen einer biologischen Probe in einem Lösungsmittel-Gemisch, das in einem Halter aufgenommen ist. Der Halter wird in einer Kammer gedreht, die in zyklischer Weise durch Öffnen und Schließen eines zu einer Vakuumpumpe führenden Ventils evakuiert wird. Das Ventil wird durch eine Mikroprozess-Steuereinheit gesteuert, und das Vakuum wird durch einen mit der Steuereinheit verbundenen Drucksensor überwacht.

[0009] Aufgabe der Erfindung ist, ein verbessertes Verfahren zum zentrifugalen Verdampfen von Lösungsmittel-Gemischen vorzuschlagen, um das angegebene Problem zu lösen.

Kurzbeschreibung der Erfindung

[0010] Nach vorliegender Erfindung wird ein Verfahren zum zentrifugalen Verdampfen eines Gemisches von flüssigen Komponenten, von denen eine Komponente eine höhere Volatilität und eine höhere Dichte aufweist als eine andere Komponente, aus einem Gemisch in einem Behälter mit solchen flüssigen Komponenten und andere, weniger volatile Materialien vorgeschlagen, bei dem der Behälter, der das Gemisch aufnimmt, so in Drehung versetzt wird, dass das Gemisch durch Zentrifugalkraft gegen das ge-

schlossene Ende des Behälters gedrückt wird, während es auf Atmosphärendruck oder nahe Atmosphärendruck gehalten, und anschließend eine abdichtbare Kammer, die den Behälter umschließt, fortschreitend evakuiert wird, um den Druck zu reduzieren und die volatilen Komponenten unter den reduzierten Druckbedingungen zum Sieden zu bringen, wobei der Behälter mit einer ausreichend hohen Geschwindigkeit in Rotation versetzt wird, damit eine Zentrifugalkraft entsprechend einer Zentrifugalbeschleunigung von etwa 450 g entsteht, bevor der Druck unter einen Wert fällt, bei dem die Komponente höherer Volatilität zum Sieden kommt, derart, dass alle Emissionen aus der Oberfläche des Gemisches innerhalb der Begrenzungen des Behälters zurückgehalten werden.

[0011] Weitere Merkmale der Erfindung sind Gegenstand der Unteransprüche.

Beschreibung der Zeichnungen

[0012] Die Erfindung wird nachstehend in Verbindung mit den Zeichnungen beschrieben.

[0013] [Fig. 1a](#) zeigt einen bekannten Zentrifugal-Verdampfer in der stationären Stellung, und

[0014] [Fig. 1b](#) die gleiche Zentrifuge rotierend.

[0015] Die Zentrifuge weist einen Rotor **10** auf, der von einem (nicht dargestellten) Motor angetrieben wird und eine Anzahl von Tragarmen **12** besitzt, von denen nur zwei dargestellt sind. Am Ende eines jeden Armes ist ein Testrohr **14** kardanisch aufgehängt oder schwenkbar befestigt. Dieses Testrohr **14** enthält ein homogenes Gemisch einer Probe oder dergl., die in zwei volatilen, flüssigen Komponenten gelöst ist. Die gesamte Einrichtung ist in einer glockenförmigen Vakuumkammer **16** untergebracht, die mit einer Saugvorrichtung (nicht dargestellt) verbunden ist, wodurch die Kammer mindestens teilweise evakuiert werden kann, damit der Umgebungsdruck in der Kammer auf ein Teil-Vakuum reduziert wird.

[0016] Das Vorhandensein der beiden volatilen, flüssigen Komponenten in den Testrohren **14** kann ein ungleichmäßiges Sieden und Verspritzen in der vorbeschriebenen Weise ergeben, und dies ist in den [Fig. 2a–2c](#) dargestellt.

[0017] [Fig. 2a](#) zeigt ein Rohr **14**, das eine solche homogene Misch-Flüssigkeit **18** enthält.

[0018] [Fig. 2b](#) zeigt das gleiche Rohr, nachdem es einem Teil – Vakuum ausgesetzt worden ist. Aufgrund des Verlustes der stärker volatilen Flüssigkeitskomponente **20** bildet sich eine Oberflächenschicht **22**, typischerweise von einigen Millimetern Dicke einer Flüssigkeit, die weniger von der schwereren, stärker

volatilen Komponente enthält.

[0019] Fig. 2c zeigt das explosive Verspritzen, das auftritt, wenn der Druck auf einen Wert reduziert wird, bei dem der Hauptteil der Flüssigkeit überhitzt wird, d.h. seine Temperatur über dem Siedepunkt bei diesem Druck liegt.

[0020] Wenn ein Verspritzen auftritt, wird die abgeschleuderte Flüssigkeit in Richtung auf die Rotations-Mitte angetrieben und durch die Rotation von dem Augenblick an, bei dem sie die Flüssigkeits-Oberfläche **22** verlässt, nicht beeinflusst. Das die Probe enthaltende Rohr rotiert, und der Pfad der verspritzenden Flüssigkeit, der aus der Flüssigkeits-Oberfläche austritt, ist zur Achse des Rohres in einem Winkel geneigt, der von den relativen Geschwindigkeiten der abspritzenden Flüssigkeit und des Rohres abhängt. Wenn die Rotation des Rohres eine zu geringe Geschwindigkeit hat, entweicht die abspritzende Flüssigkeit, wie mit Pfeil **24** dargestellt. Wenn jedoch nach der Erfindung die Geschwindigkeit der Rotation schnell genug ist, trifft die abspritzende Flüssigkeit auf die Wandung des Rohres und wird dann in Richtung gegen den Boden des Rohres durch Zentrifugalkraft zurückgeworfen, wie mit Pfeil **26** angedeutet.

[0021] Es wurde somit nach der Erfindung festgestellt, dass das Abspritzen von diesen gemischten Flüssigkeiten dadurch verhindert werden kann, dass eine ausreichend hohe Rotationsgeschwindigkeit der Rohre eingestellt wird, bevor die volatile Komponente des Gemisches zu verdampfen beginnt. Dies macht eine wesentlich höhere und um ein Mehrfaches größere Leistung des Motors erforderlich als sie normalerweise bei Zentrifugal-Verdampfern gewählt wird, wie nachstehend beschrieben, weil der Widerstand gegen eine Anordnung von Rohren, die bei der Hälfte oder einem Drittel einer Atmosphäre in Rotation versetzt werden, wesentlich größer ist als der unter Vakuum.

[0022] Das Verfahren wird deshalb so durchgeführt, dass sicher gestellt ist, dass die Proben mit einer Geschwindigkeit von etwa 2000 U/min im Verdampfer in Rotation versetzt werden, wobei die Proben mit einem Radius von 120 mm umlaufen, damit eine Zentrifugalkraft von etwa 450 g erzielt wird. Dann beginnt ein erstes rasches Abpumpen, wodurch der Druck soweit fällt, dass die Verdampfung der am stärksten volatilen Komponente bei der Probentemperatur aufzutreten beginnt, bei der die volatile Komponente zum Sieden kommt. Typischerweise liegt dieser Druck im Bereich zwischen 350 und 400 mbar im Falle von Gemischen, die DCM für Probentemperaturen um 25° C enthalten.

[0023] Anschließend wird der Druck allmählich auf eine gesteuerte Geschwindigkeit durch ein Vaku-

um-Steuergerät reduziert, so dass eine starke Überhitzung nicht auftritt. Die Geschwindigkeit der Druck-Reduzierung kann durch Kenntnis der tatsächlichen Proben-Temperatur gesteuert werden, wenn ein geeigneter Sensor vorhanden ist (z.B. der SampleGuard von Genevac Ltd), oder kann durch Experimente festgestellt werden. Die Reduktionsgeschwindigkeit oder Schleudergeschwindigkeit hängt von der speziellen flüssigen Komponente ab, die verdampft wird, und der unterste, sichere Druckwert ist normalerweise das vollständige Vakuum, das im System erzielt werden kann, obgleich dies in manchen Fällen höher sein muss.

[0024] Der Grund dafür, dass der Druck abgesenkt werden kann, ist darin zu sehen, dass die Probe abkühlt, wenn die Flüssigkeits-Komponenten verdampfen – je kühler die Probe ist, desto niedriger kann der Druck sein, der in der Kammer **16** toleriert werden kann.

[0025] Der reduzierte Druck wird dann aufrecht erhalten, bis die Probe im Rohr **14** trocken ist; zu diesem Zeitpunkt kann der Druck auf Atmosphärendruck ansteigen, und der Rotor **10** wird stillgesetzt.

[0026] Die Folge von Stufen in diesem Verfahren ist in dem Flusschema nach [Fig. 3](#) dargestellt.

[0027] Ein geeigneter Elektromotor zum Rotieren des Rotors **10** mit der höheren Geschwindigkeit von etwa 200° U/min ist ein dreiphasiger Induktionsmotor. Dieser Motor liefert ein höheres Drehmoment als ein Einphasen-Motor bei einer gegebenen physikalischen Größe.

[0028] Eine Alternative besteht darin, einen Gleichstrommotor mit Drehzahlsteuerung zu verwenden. Diese beiden Alternativen sind aufwendiger als die kleineren Einphasen-Induktionsmotoren, die bei herkömmlichen Zentrifugal-Verdampfern angewendet werden, die bei nur etwa 1400 U/min am 50 Hz Netz oder 1600 U/min am 60 Hz Netz arbeiten.

Patentansprüche

1. Verfahren zum zentrifugalen Verdampfen flüssiger Komponenten, von denen eine Komponente eine höhere Volatilität und eine höhere Dichte aufweist als eine andere Komponente, aus einem Gemisch in einem Behälter (**14**) für solche flüssigen Komponenten und andere weniger volatile Materialien, bei dem der Behälter, der das Gemisch enthält, in Drehung versetzt wird, derart, dass das Gemisch durch Zentrifugalkraft gegen das geschlossene Ende des Behälters gedrückt wird, während es bei Atmosphärendruck oder nahe Atmosphärendruck gehalten wird, und anschließend eine abdichtbare Kammer (**1b**), die den Behälter umschließt, fortschreitend evakuiert wird, um den Druck zu reduzieren und die vo-

latilen Komponenten unter den reduzierten Druckbedingungen zum Sieden zu bringen, wobei der Behälter (14) mit einer ausreichend hohen Geschwindigkeit in Rotation versetzt wird, damit eine Zentrifugalkraft erzeugt wird, die einer Zentrifugalbeschleunigung von etwa 450 g entspricht, bevor der Druck unter einen Wert fällt, bei dem die Komponente höherer Volabilität zum Sieden kommt, derart, damit alle Emissionen aus der Oberfläche des Gemisches (18) innerhalb der Begrenzungen des Behälters zurückgehalten werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem das Evakuieren erst beendet wird, nachdem ein vorbestimmter niedriger Pegel an Lösungsmittelkonzentration innerhalb der Abdichtkammer (16) erreicht worden ist.

3. Verfahren nach Anspruch 2, bei dem der vorbestimmte Pegel durch Verwendung eines Prozess-Zeitgebers bestimmt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 2, bei dem der vorbestimmte Pegel dadurch bestimmt wird, dass das gasförmige Gemisch in der abdichtbaren Kammer abgefüllt wird.

5. Verfahren nach einem der vorausgehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch eine abdichtbare Kammer (16) und eine dieser Kammer zugeordnete Vakuumpumpe zum Evakuieren der Kammer, einen Motor zum Rotieren einer Abstützung (10) innerhalb der Kammer, mindestens einen Behälter (14), der auf der Abstützung befestigt ist, um das Gemisch (18) von flüssigen Komponenten aufzunehmen, ein Steuersystem zur Steuerung der Betriebsweise der Einrichtung, und einen Temperatursensor zur Bestimmung der Temperatur des Gemisches im Behälter.

6. Verfahren nach Anspruch 5, bei dem der Motor ein Dreiphasen – Induktionsmotor ist, der mit einer elektrischen Speisequelle über einen Frequenzumwandler verbunden ist.

7. Verfahren nach Anspruch 5, bei dem der Motor ein Gleichstrommotor mit einem Drehzahlregler ist.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 5–7, gekennzeichnet durch einen Drehzahlsensor zur Anzeige der Drehgeschwindigkeit der Abstützung, und einen Sensor zur Anzeige des Druckes in der Kammer, wobei die Sensoren mit dem Steuersystem verbunden sind.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 5–8, gekennzeichnet durch einen Sensor zum Überwachen des Lösungsmittelbehälters der Gase in der Kammer während des Vakuierens.

10. Verfahren nach Anspruch 8, gekennzeichnet durch eine Programmiervorrichtung zum Einspeisen

von Energie in den Motor, um die Abstützung (10) und den Behälter (14) in Rotation zu versetzen, und zum Betreiben der Vakuumpumpe zur Kammer (16) erst nachdem der Drehzahlsensor anzeigt, dass eine ausreichend hohe Drehzahl erreicht worden ist.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 – 10, gekennzeichnet durch eine Vorrichtung zum Entfernen des Vakuums durch langsames Herunterfahren der Vakuumpumpe oder langsames Umsteuern der Vakuumpumpe, damit der Druck innerhalb der Kammer langsam auf Atmosphärendruck zurückgeführt und Energie von dem Motor in gesteuerter Weise abgezogen wird, so dass die Anordnung auslaufen kann.

12. Verfahren nach Anspruch 11, gekennzeichnet durch eine Vorrichtung zum Aufbringen einer gesteuerten Bremswirkung auf die drehbare Abstützung, um die Drehzahl ungeachtet eines gesteuerten Betriebes zu reduzieren.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 5–12, gekennzeichnet durch eine Verriegelung, die so betätigbar ist, dass ein Zentrifugieren und Evakuieren erst durchgeführt werden kann, wenn die Kammer geschlossen und abgedichtet ist.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 5–13, bei dem die Behälter zur Aufnahme der zu zentrifugierenden Materialien in Form von Testrohren (14) ausgebildet sind, die in der Nähe ihres offenen, oberen Endes an der Abstützung (10) kardanisch aufgehängt sind, von der sie in Drehung versetzt werden, und die normalerweise in einer etwa vertikalen Stellung hängen, bei Rotation jedoch eine etwa horizontale Lage einnehmen, wobei das geschlossene Ende eines jeden Rohres außen angeordnet ist, und dadurch die Flüssigkeit im Rohr so beaufschlagt wird, dass sie am geschlossenen Ende des Röhrchens aufgrund der durch die Rotation erzeugten Kräfte verbleibt.

Es folgen 3 Blatt Zeichnungen

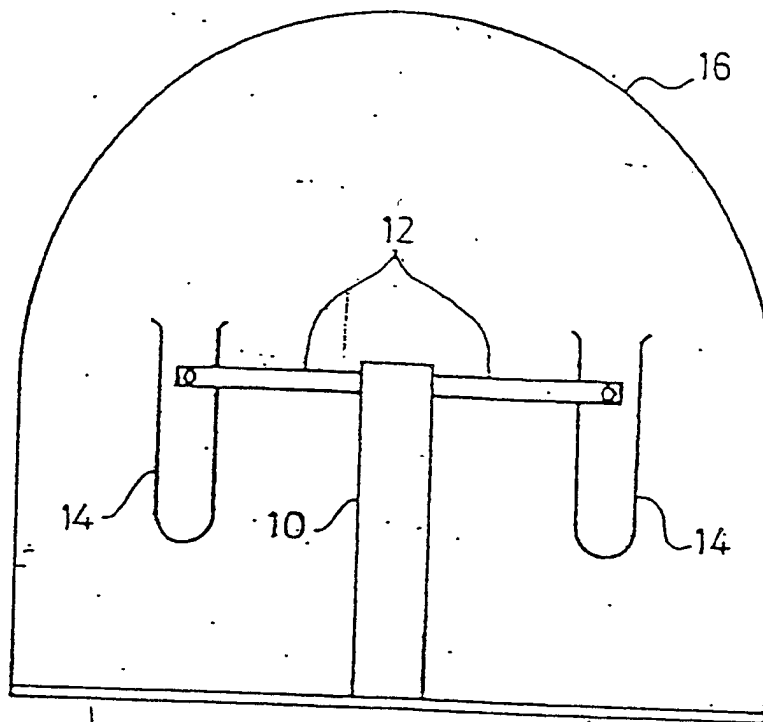


Fig. 1a

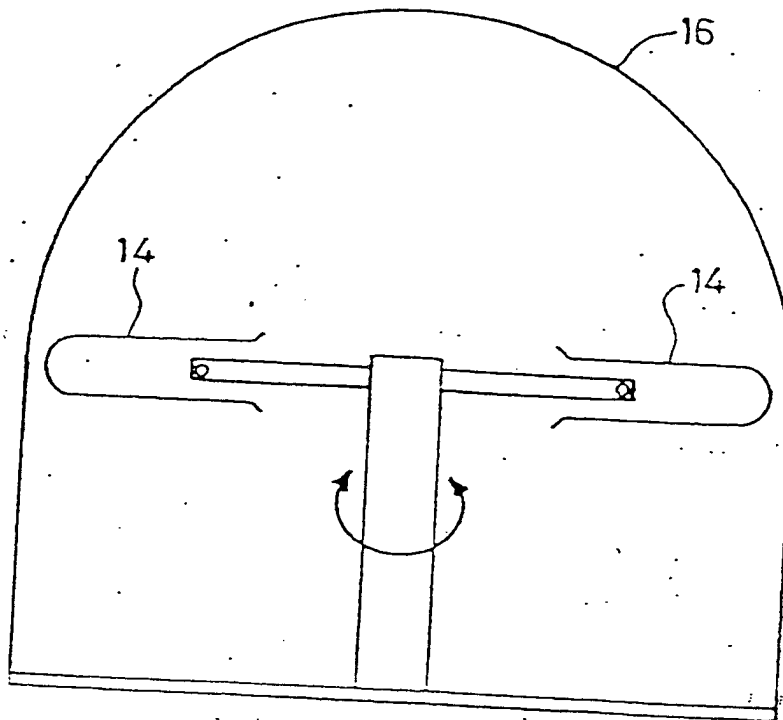
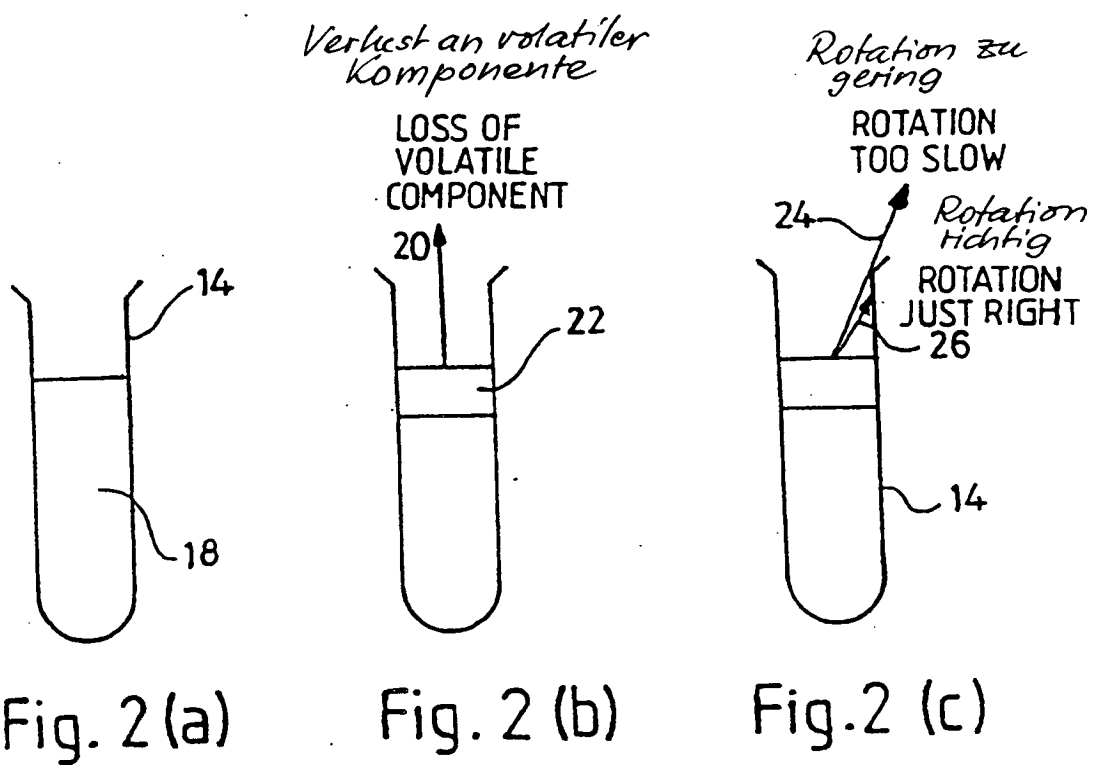


Fig. 1b



Prozess zur Verhinderung des Verspritzens

PROCESS FOR PREVENTION OF SPITTING

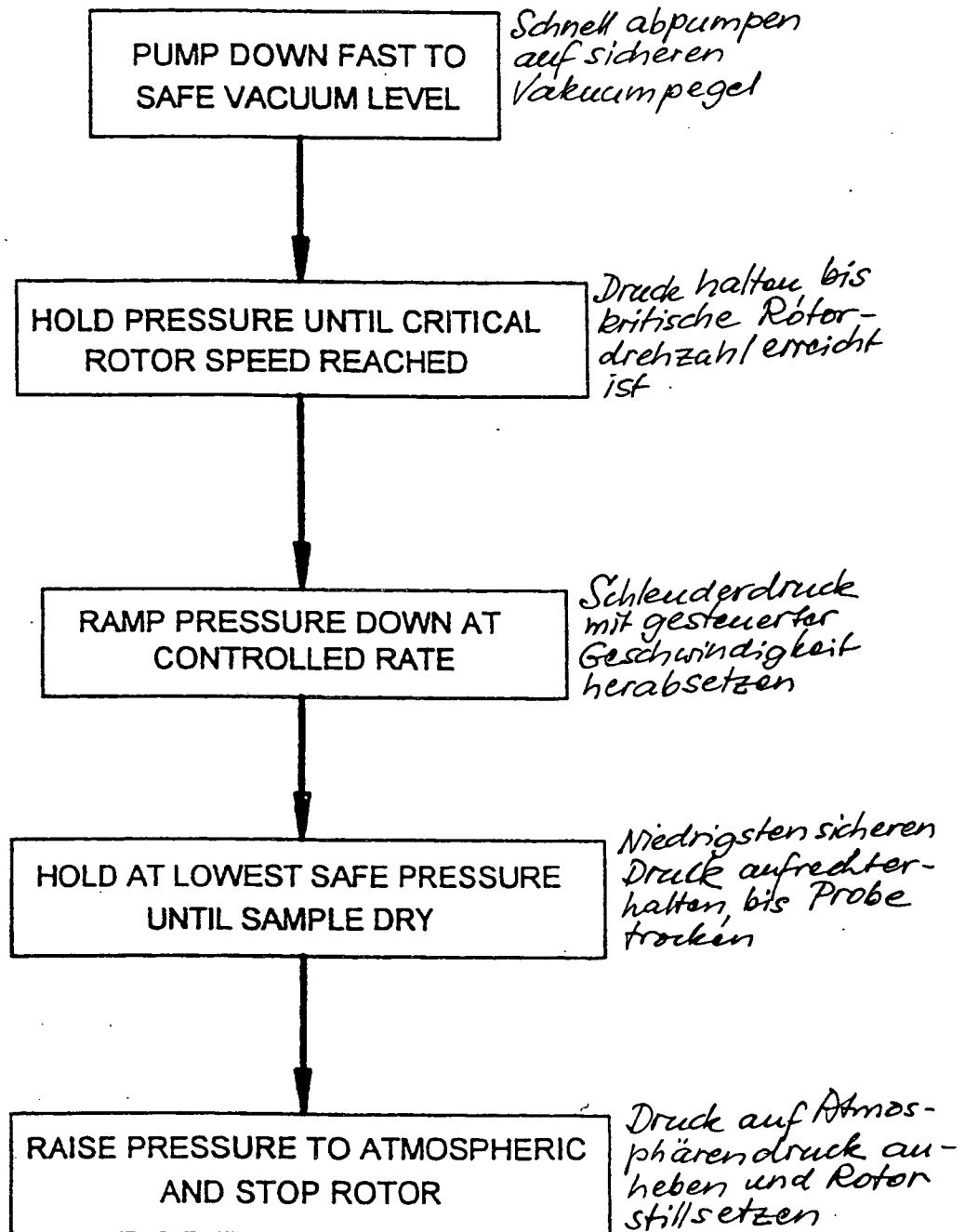


Fig. 3