(19) Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2017 003 350 A1** 2017.11.02

(12) # Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2017 003 350.1**
(22) Anmeldetag: **06.04.2017**
(43) Offenlegungstag: **02.11.2017**

(51) Int Cl.: ***B01D 29/11*** (2006.01)
B01D 39/16 (2006.01)
B01D 29/27 (2006.01)

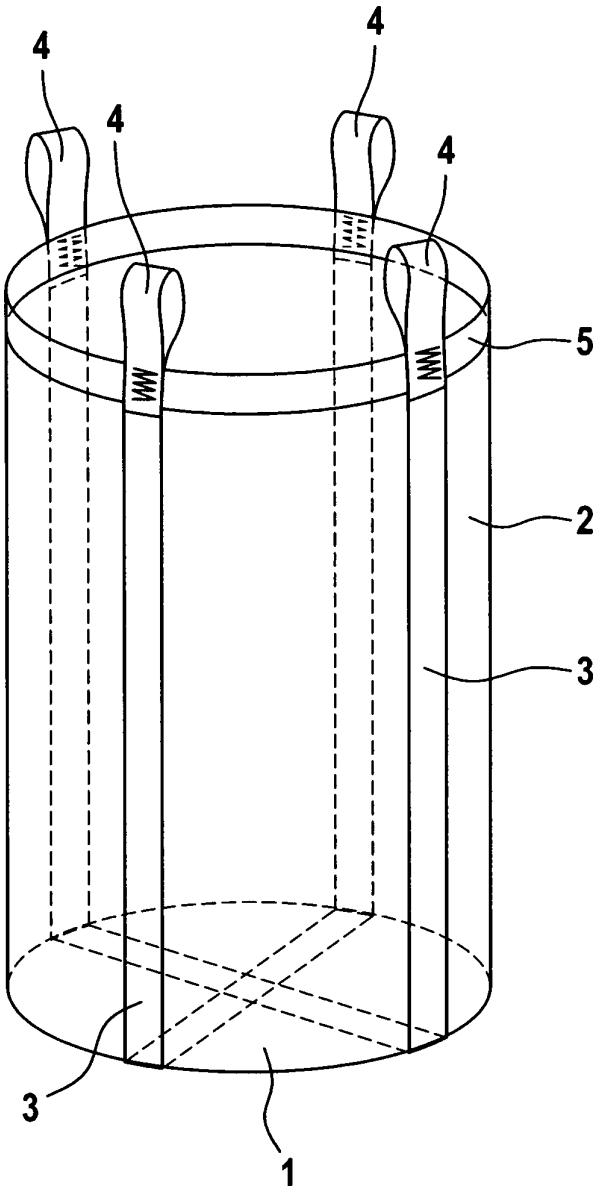
(66) Innere Priorität:
10 2016 005 295.3 29.04.2016

(71) Anmelder:
Merck Patent GmbH, 64293 Darmstadt, DE

(72) Erfinder:
Haumann, Jens, 64397 Modautal, DE; Grein, Raimund, 64295 Darmstadt, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.

(54) Bezeichnung: **Filterelement**



(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein sackartiges Filterelement (20) sowie eine dieses Filterelement enthaltende Vorrichtung zur Adsorptionsfiltration von Flüssigkeiten, zur Anschwemmfiltration oder zur Adsorptionschromatographie, sowie die Verwendung der Vorrichtung zur Trennung von Stoffgemischen, insbesondere zur Aufreinigung von Reaktionsprodukten.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein sackartiges Filterelement sowie eine dieses Filterelement enthaltende Vorrichtung zur Adsorptionsfiltration von Flüssigkeiten, zur Anschwemmfiltration oder zur Adsorptionschromatographie, sowie die Verwendung der Vorrichtung zur Trennung von Stoffgemischen, insbesondere zur Aufreinigung von Reaktionsprodukten.

[0002] Die Aufreinigung von Reaktionsprodukten durch Adsorptionsfiltration, filtrierende Adsorption, Anschwemmfiltration oder Adsorptionschromatographie ist bekannt.

[0003] Nach A. Wüst, Römpp online, Georg Thieme Verlag KG, Stuttgart, 2016 versteht man unter filtrierender Adsorption ein Verfahren, bei dem zwei chemisch verschiedene Stoffe aufgrund ihres unterschiedlichen Adsorptionsvermögens voneinander getrennt werden, wenn man das zu trennende Gemisch in einem geeigneten Lösemittel löst und die Lösung durch ein Adsorbens filtriert, das nur eine Komponente zurückhält. Von der normalen Adsorption unterscheidet sich die filtrierende Adsorption durch ihre Selektivität, die durch die Auswahl eines selektiven Lösemittels und eines entsprechenden Adsorbens erreicht wird. Dieses Verfahren ist also dadurch gekennzeichnet, daß ein Adsorbens in einem Filtergehäuse vorgelegt wird. Eng verwandt mit dieser Technik ist die sog. Anschwemmfiltration, bei der dem zu filtrierenden Unfiltratstrom ein Filterhilfsmittel, z. B. Kieselgur, zugesetzt wird. Der Aufbau der eigentlichen Filterschicht auf der Oberfläche der Filterelemente vollzieht sich dann durch die gewollte Rückhaltung des Filterhilfsmittels auf der nur für die Flüssigkeit durchlässigen Oberfläche der Filterelemente. Bei der Filtration bildet sich so ein lockerer Filterkuchen aus Filterhilfsmittel aus, welcher die abzutrennenden Verunreinigungen zurückhält, so daß das flüssige Dispergiermedium als klares Filtrat ablaufen kann. Die Chromatographie unterscheidet sich von der Adsorptionsfiltration grundsätzlich nur in einer höheren Trennleistung der verwendeten stationären Phase (Adsorbens) und dem Auffangen von Produktfraktionen, wenn beispielsweise mehrere Produkte nacheinander vom Adsorbens eluiert werden sollen.

[0004] Häufig verwendete Filter-Apparate bestehen aus einem Behälter, der in seinem Inneren aus durchlässigem Material gefertigte, horizontal angeordnete Platten als eigentliche Filter enthält, auf die das Adsorbens oder Filterhilfsmittel aufgebracht ist.

[0005] Alle diese Verfahren bringen im Technikums- oder Produktionsmaßstab das Problem mit sich, daß das Adsorbens oder der Filterhilfsstoff am Ende des Verfahrens manuell aus dem Filtergehäuse entfernt werden muß, was eine Exposition des Personals besonders bei der Verwendung organischer, leicht flüchtiger Lösungsmittel mit sich bringt und zudem eine ergonomisch ungünstige Tätigkeit darstellt, was für das Personal eine große Belastung darstellt und langfristig zu gesundheitlichen Beeinträchtigungen führen kann.

[0006] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, eine Vorrichtung zur Adsorptionsfiltration von Flüssigkeiten, zur Anschwemmfiltration oder zur Adsorptionschromatographie im Technikums- oder Produktionsmaßstab bereitzustellen, die die oben genannten Nachteile der aus dem Stand der Technik bekannten Vorrichtungen nicht oder in wesentlich geringerem Maße aufweist.

[0007] Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch den in den unabhängigen Patentansprüchen definierten Gegenstand gelöst. Bevorzugte Ausführungsformen sind in den abhängigen Ansprüchen angegeben und im folgenden näher erläutert. Die wesentlichen Vorteile der Erfindung gegenüber dem Stand der Technik sind darin zu sehen, daß sich in der erfindungsgemäßen Vorrichtung ein Adsorbens oder Filterhilfsmittel in einem sackartigen Filterelement befindet, welches in einem Filtergehäuse durch einen Spannring fixiert ist und wobei nach beendeter Filtration das sackartige Filterelement mitsamt dem darin befindlichen Adsorbens mittels einer Hebevorrichtung aus dem Filtergehäuse entnommen und der Entsorgung zugeführt wird.

[0008] Eine Flüssigkeit im Sinne der vorliegenden Erfindung ist eine unter Normaldruck oder unter erhöhtem Druck filtrierbare Lösung eines Stoffes oder eines Stoffgemisches in einem Lösungsmittel, das zusätzlich feste oder flüssige, nicht in dem Lösungsmittel lösbare oder mit dem Lösungsmittel mischbare Bestandteile oder Verunreinigungen enthalten kann.

[0009] Das erfindungsgemäße sackartige Filterelement (**20**) besteht aus einer Seitenwand (**2**) und einem Bodenteil (**1**), dessen Form und Größe im wesentlichen der Form und Größe des Innenraums des verwendeten Filtergehäuses entsprechen. Es ist bevorzugt, daß die Seitenwand (**2**) aus einem im wesentlichen rechteckigen Gewebestück gefertigt ist, das an zwei gegenüberliegenden Kanten durch wenigstens eine Nahtreihe, bevorzugt durch zwei oder drei Nahtreihen, zu einem Schlauch zusammengenäht ist, bevorzugt durch eine Kappnaht, wobei in entsprechender Weise ein vorzugsweise im wesentlichen kreisförmiges Bodenteil in den Schlauch eingenäht ist.

[0010] In einer alternativen Ausführungsform kann die Seitenwand (**2**) auch aus einem einzigen Stück schlauchförmigen Gewebes gefertigt sein, in das wiederum ein Bodenteil (**1**) eingenäht ist.

[0011] Das sackartige Filterelement kann aus allen gängigen und an sich bekannten Materialien hergestellt sein, die für die Herstellung von Filtergeweben Verwendung finden, insbesondere Kunststoffe wie Polyester, Polyamide, Polyethylen, Polypropylen oder Polyacrylnitril.

[0012] Als Polyester kommen praktisch alle üblichen filamentbildenden Polyester wie Polyethylenterephthalat (PET), Polybutylenterephthalat (PBT), Poly-(cyclohexan-1,4-dimethanolterephthalat) etc. sowie Copolyester in Frage; bevorzugt ist jedoch Polyethylenterephthalat. Als Polyamid können in ähnlicher Weise praktisch alle üblichen filamentbildenden Polyamide wie Nylon-6, Nylon-66, Poly-m-phenylenisophthalamid etc. sowie Copolyamid eingesetzt werden.

[0013] Innerhalb dieser Materialklassen sind hochfeste Materialien bevorzugt.

[0014] In der vorliegenden Anmeldung bedeutet „hochfest" eine Festigkeit der verwendeten Filamentgarne von mindestens etwa 40–60 cN/tex oder mehr.

[0015] Besonders bevorzugt besteht das Filtermaterial aus hochfestem Polyestergewebe mit einem Flächengewicht zwischen 100 g/m^2 und 300 g/m^2, bevorzugt zwischen 150 g/m^2 und 250 g/m^2, ganz besonders bevorzugt zwischen 180 g/m^2 und 220 g/m^2 und einer Reißfestigkeit der Kette von 2000 N/5 cm bis 3000 N/5 cm (Kette), bevorzugt von 2200 N/5 cm bis 1800 N/5 cm, besonders bevorzugt von 2400 N/5 cm bis 2600 N/5 cm, sowie einer Reißfestiget des Schusses von 1700 N/5 cm bis 2700 N/5 cm, bevorzugt von 1900 N/5 cm bis 2500 N/5 cm, besonders bevorzugt von 2100 N/5 cm bis 2300 N/5 cm.

[0016] Ganz besonders bevorzugt besteht das Filtermaterial aus Polyethylenterephthalat.

[0017] Der Begriff „bestehen aus" im Sinne der vorliegenden Anmeldung bedeutet, daß ein Material 90% oder mehr, bevorzugt 95% oder mehr, besonders bevorzugt 99% oder mehr einer als Fertigungsstoff angegebenen Substanz oder Verbindungsklasse enthält.

[0018] Zur Entnahme des sackartigen Filterelements (**20**) aus dem Filtergehäuse (**11**) sind an dessen Außenseite Transportgurte (**3**) angebracht, die zur Befestigung an einem Hebezeug an ihren Enden mit Transportschlaufen (**4**) ausgestattet sind. Die Transportschlaufen (**4**) sind beispielsweise dadurch ausgebildet, daß der Transportgurt (**3**) oberhalb des Filterelementrandes nach außen oder nach innen umgefaltet wird und dann die beiden so gebildeten Schenkel der Transportschlaufe in Kontakt miteinander befestigt sind, vorzugsweise durch eine Naht.

[0019] Die Entnahme des erfindungsgemäßen Filterelements (**20**) mittels eines Hebezeuges erfolgt entweder durch direkte Befestigung am Hebezeug, vorzugsweise an einem Haken, oder unter Zuhilfenahme eines weiteren Lastaufnahmemittels, wie beispielsweise einer Traverse, insbesondere einer Kreuztraverse. Solche Traversen sind dem Fachmann bekannt und kommerziell erhältlich.

[0020] Die Transportgurte (**3**) sind aus reißfestem Material gefertigt, das grundsätzlich aus den oben für das Filtergewebe beschriebenen Materialien ausgewählt ist, jedoch vorzugsweise aus einem Polyester.

[0021] Für die Transportgurte ist es bevorzugt, flaches Material zu verwenden, wie insbesondere einen Gurt aus einem gewebten Material, wie gewebtes Polyester oder Nylon, bevorzugt Polyester. Die Breite des Gurtbandes liegt bei einem gegebenen Umfang des sackartigen Filterelements von etwa 150 cm bis 250 cm in einem Bereich von 2 cm bis 10 cm, bevorzugt 2,5 cm bis 8 cm, besonders bevorzugt 3 cm bis 4 cm. Dabei beträgt die Bruchfestigkeit der Transportgurte 7000 N oder mehr, bevorzugt 8000 N oder mehr, besonders bevorzugt 9500 N oder mehr und das Flächengewicht 500 g/m^2 bis 1800 g/m^2, bevorzugt 750 bis 1500 g/m^2 und besonders bevorzugt 1000 bis 1200 g/m^2.

[0022] In einer bevorzugten Ausführungsform sind die Transportgurte (**3**) mit elektrisch leitfähigen Fasern ausgerüstet, um elektrostatische Aufladung zu vermeiden, wie beispielsweise in der DE 3938414 A1 beschrieben ist. Zur Befestigung des sackartigen Filterelements (**20**) im Inneren des Filtergehäuses (**11**) dient ein im Inneren und am oberen Rand des sackartigen Filterelements lösbar befestigter Spannring (**19**), dessen Umfang mittels beispielsweise einer Spannschraube (**32**) erweiterbar ist und so das Filterelement sowohl fixiert als auch ein Übertreten des Unfiltrats über den Rand des Filterelements hinweg verhindert. Der Spannring (**19**) kann einen kreisförmigen oder zylindrischen Außenumfang besitzen, vorzugsweise einen zylindrischen.

[0023] Es ist bevorzugt, daß das sackartige Filterelement (**20**) am oberen Rand auf seiner Außen- oder Innenseite, vorzugsweise auf seiner Außenseite, mit einem Dichtungsband (**5**) ausgestattet ist, das zur Verstärkung des Filterelements (**20**) dient und gleichzeitig die Abdichtung durch den Spannring (**19**) verbessert.

[0024] Für das Dichtungsband (**5**) ist es bevorzugt, flaches Material zu verwenden, das während der Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens im wesentlichen über die gesamte Breite eines zur Befestigung des Filterelements (**20**) innerhalb des Filtergehäuses (**11**) verwendeten Spannringes in Kontakt ist. Bevorzugt ist das Dichtungsband (**5**) aus

Gummi, Silikon oder aus einem gewebten Material aus Polyester oder Nylon. Bevorzugt ist das Dichtungsband (**5**) aus einem gewebten Material.

[0025] Besonders bevorzugt besteht das Dichtungsband (**5**) im wesentlichen, ganz besonders bevorzugt vollständig aus demselben Material, aus dem die Transportgurte (**3**) gefertigt sind. Überraschend lassen sich so in vereinfachter Weise Filterelemente herstellen, die ausreichende mechanische Festigkeit, sehr gute Handhabbarkeit beim Anbringen des Filterelements (**20**) im Filtergehäuse mittels eines Spannringes (**19**) und hohe Dichtigkeit miteinander vereinen.

[0026] Das verwendete Filtergehäuse (**11**) ist an sich bekannt und kommerziell erhältlich. Es besteht aus einem stehenden, zylindrischen, ein oder mehrere Filterelemente aufnehmenden Behälter mit Deckel, in dem im unteren Teil eine flüssigkeitsdurchlässige und als Speichenrad, Rost, Siebboden oder dergleichen ausgebildete Zwischenplatte (**12**) einen Unfiltratraum (**14**) von einem Filtratraum (**13**) abtrennt. Die Zwischenplatte (**12**) sorgt dafür, daß das Filterelement (**20**) einen bestimmten Abstand zur Bodenplatte (**14**) aufrecht erhält, so daß der Durchtritt der Flüssigkeit überhaupt gewährleistet ist. Den Filtratraum schließt nach unten hin eine schüsselförmige Bodenplatte (**14**) mit integriertem Auslaßstutzen (**15**) ab. Der Einlaßstutzen (**16**) führt vorzugsweise mittig durch den Gehäusedeckel (**17**). Zwischen dem zylindrischen Gehäuseoberteil und dem Deckel, sowie zwischen dem Gehäuseoberteil und dem Zwischenboden sowie zwischen letzterem und der Bodenplatte sind im Randbereich axial wirkende Ringdichtungen angeordnet, so daß alle vier Gehäuseteile gegeneinander abgedichtet sind und durch am Umfang angeordnete Spannbolzen gegeneinander verspannbar sind, so daß das Gehäuse auch unter Druck fluiddicht ist.

[0027] In einer bevorzugten Ausführungsform wird zur Verbesserung der Filterleistung zwischen dem sackartigen Filterelement (**20**) und der Zwischenplatte (**12**) ein weiteres Filterelement (**40**) angebracht, beispielsweise eine handelsübliche Filterplatte oder Tiefenfilterschicht, die vorzugsweise aus mit Kieselgur oder Perlit beschichteter Zellulose gefertigt ist, oder ein kreisförmiges Gewebestück aus Filtergewebe, das vorzugsweise aus demselben Material gefertigt ist wie das erfindungsgemäße sackartige Filterelement (**20**).

[0028] Als Adsorbens oder Filterhilfsstoff sind alle gängigen als solche bekannten Adsorbentien, Filterhilfsstoffe und Chromatographiematerialien geeignet, wie beispielsweise Kieselgel, Kieselgur, Aluminiumoxid, Florisil®, mikrokristalline Cellulose, Aktivkohle- oder Koks, Ruß und synthetische poröse Adsorberharze (z. B. Amberlite® XAD) oder für die Umkehrphasenchromatographie geeignete Trägermaterialien (sog. „RP-Gel"). Bevorzugt wird als Adsorbens Kieselgel oder Aluminiumoxid verwendet, besonders bevorzugt Kieselgel. Als Filterhilfsmittel sind weiterhin geeignet Perlit, Holzkohle und Holzmehl.

[0029] Das Adsorbens oder das Filterhilfsmittel sind pulverförmig. Die Korngröße und die Korngrößenverteilung werden so gewählt, daß einerseits eine Oberfläche vorhanden ist, die für den raschen Kontakt zwischen Unfiltrat und Adsorbens oder das Filterhilfsmittel groß genug ist, daß aber andererseits die leichte Filtrierbarkeit erhalten bleibt, d. h., daß sich beim Durchströmen des Pulvers kein zu hoher Druck aufbaut. Der Fachmann kann daher die geeigneten Korngrößen und Korngrößenverteilungen in einfacher Weise aufgrund seines allgemeinen Fachwissens gegebenenfalls unter Zuhilfenahme einiger weniger orientierender Versuche ermitteln.

[0030] Vorzugsweise haben die Adsorptionsmittel eine durch Siebanalyse ermittelte mittlere Korngröße von 50 bis 200 µm, bevorzugt 50 bis 150 µm und insbesondere etwa 80 bis 120 µm. Vorzugsweise ist die maximale Korngröße < 500 µm. Vorzugsweise enthalten die Adsorptionsmittel keinen oder nur einen geringen Feinstanteil mit Korngrößen < 5 µm.

[0031] Vorzugsweise liegt bei dem erfindungsgemäßen Verfahren das Adsorbens oder das Filterhilfsmittel innerhalb des sackartigen Filterelements (**20**) in der Form eines Schüttbetts (**18**) vor, das vom Unfiltrat durchströmt wird.

[0032] Vorzugsweise wird das erfindungsgemäße Verfahren bei Temperaturen zwischen –10 und 60°C, bevorzugt bei 0 bis 40°C und insbesondere bei 15 bis 35°C durchgeführt. Es kann unter normalem Druck oder erhöhtem Druck erfolgen, bevorzugt unter einem Druck von 1 bis 20 bar, besonders bevorzugt von 2 bis 15 bar, ganz besonders bevorzugt von 4 bis 8 bar.

[0033] Ausführungsbeispiele der Erfindung sind nachstehend anhand der Zeichnungen näher erläutert. In den Zeichnungen zeigt:

[0034] Fig. 1 das sackartige Filterelement in perspektivischer Ansicht;

[0035] Fig. 2 einen Vertikalschnitt durch die wichtigsten Bauteile der erfindungsgemäßen Vorrichtung;

[0036] Fig. 3 eine Draufsicht einer bevorzugten Ausführungsform eines Spannringes;

[0037] Fig. 4 eine Innenseitenansicht einer bevorzugten Ausführungsform eines Spannringes;

[0038] Fig. 5 die zum Öffnen und Schließen des Spannringes verwendete Doppelspindel.

[0039] Im Einzelnen zeigt die **Fig.** 1 ein sackartiges Filterelement mit einer röhrenförmigen, von einem kreisförmigen Bodenteil (**1**) in konstantem Radius nach oben verlaufenden Seitenwand (**2**), gekennzeichnet durch zwei von jeweils einer Seite der Seitenwand (**2**) über das Bodenteil (**1**) zur gegenüberliegenden Seite der Sackaußenwand verlaufende und sich in der Mitte des Bodenteils überkreuzende Transportgurte (**3**), deren Enden zu Transportschlaufen (**4**) ausgebildet sind und die zusätzlich mit einem am oberen Rand des Filterelements von einem über den gesamten Rand auf der Außenfläche des Seitenteils verlaufendem Dichtungsband (**5**) verbunden sind. Die Transportschlaufen (**4**) sind dadurch ausgebildet, daß der Transportgurt (**3**) oberhalb des Filterelementrandes nach außen umgefaltet und die beiden so gebildeten Schenkel der Transportschlaufe in Kontakt miteinander befestigt sind.

[0040] Die in **Fig.** 2 dargestellte Vorrichtung besteht aus einem Filtergehäuse (**11**) mit Gehäusedeckel (**17**), einer schüsselförmige Basisplatte (**14**) und einer flüssigkeitsdurchlässigen Zwischenplatte (**12**), die das Filtergehäuse in einen Unfiltratraum (**14**) und einen Filtratraum (**13**) teilt. Das sackartige Filterelement (**20**) ist mittels eines Spannringes (**19**) im Inneren des Filtergehäuses in Höhe des Dichtungsbandes (**5**) dichtend lösbar befestigt und mit seiner Unterseite auf der Zwischenplatte (**12**) gelagert. Im Inneren des sackartigen Filterelementes befindet sich das Adsorbens oder Filterhilfsmittel in Form eines Schüttbettes (**18**). Das Unfiltrat wird dem Filterelement durch den im Gehäusedeckel (**17**) angebrachten Unfiltrateinlaß (**16**) zugeführt und das Filtrat durch den in der Bodenplatte (**14**) angebrachten Filtratauslaß (**15**) abgezogen.

[0041] In einer bevorzugten Ausführungsform befindet sich zwischen dem sackartigen Filterelement (**20**) und der Zwischenplatte (**12**) eine zusätzliche scheibenförmige Filterplatte, vorzugsweise eine Tiefenfilterschicht (**40**).

[0042] Der in **Fig.** 3 dargestellte Spannring besteht aus zwei an ihren Enden miteinander lösbar mit jeweils einer Spannschraube (**32**, **32'**) verschraubten Halbringen (**30**, **30'**), die an ihren Enden zur Aufnahme der Spannschrauben (**32**, **32'**) jeweils in eine mit einer in Umfangrichtung verlaufenden Bohrung versehene Verstärkung (**31**, **31'**) münden. Die Bohrungen sind jeweils mit einem Innengewinde ausgestattet, die in jedem Halbring gleichläufig und zu den Innengewinden im anderen Halbring gegenläufig sind. Die darin befindlichen Spannschrauben (**32**, **32'**) sind als Doppelspindel ausgebildet, deren Enden mit gegenläufigen Gewinden ausgestattet sind und die mit Mehrfachkanten, vorzugsweise Sechskanten versehen sind und so mittels eines Schraubschlüssels verstellbar sind.

[0043] Fig. 4 Zeigt eine Innenseitendetailansicht eines bevorzugten Spannrings, und zwar die eine Spannschraube (**32**) aufnehmenden und jeweils mit einer in Umfangrichtung verlaufenden Bohrung versehenen Verstärkungen (**31**, **31'**) zweier Halbringe.

[0044] Fig. 5 zeigt eine bevorzugte Ausführungsform der als Doppelspindel ausgebildeten Spannschrauben (**32**), deren Enden mit gegenläufigen Gewinden (**33**, **34**) ausgestattet sind und die mit einem Sechskant (**35**) versehen sind und so mittels eines Schraubschlüssels verstellbar sind.

[0045] Weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur filtrierenden Adsorption, zur Adsorptionsfiltration von Flüssigkeiten, zur Anschwemmfiltration oder zur chromatographischen Trennung von Stoffgemischen durch Adsorptionschromatographie sowie ein Verfahren zur Adsorptionsfiltration von Flüssigkeiten.

[0046] Weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur chromatographischen Trennung von Stoffgemischen durch Adsorptionschromatographie, insbesondere zur Aufreinigung von Reaktionsprodukten, bevorzugt im Technikums- oder Produktionsmaßstab.

[0047] Weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Adsorptionsfiltration von Flüssigkeiten, dadurch gekennzeichnet, daß in einer erfindungsgemäßen Vorrichtung ein mit einem Lösungsmittel angeschlemmtes Adsorbens, bevorzugt Kieselgel, in dem Filterelement (**20**) in Form eines Schüttbettes (**18**) vorgelegt wird, anschließend eine Lösung eines Stoffgemisches in einem Lösungsmittel zugeführt und danach ein Eluens unter einem Druck im Bereich von 1 bis 20 bar zugeführt wird, wobei ein oder mehrere Fraktionen des Eluats aus dem Filtratraum (**13**) entnommen werden. In einer alternativen Ausführungsform wird das Adsorbens trocken in Form eines Schüttbetts (**18**) vorgelegt und in der Vorrichtung mit einem Lösungsmittel angeschlämmt oder befeuchtet, vorzugsweise mit dem Unfiltrat selbst.

[0048] Das erfindungsgemäße Verfahren dient vorzugsweise der Aufreinigung von Syntheseprodukten, wobei die in einem Lösungsmittel gelösten Rohprodukte oder in einem anderen Verfahren vorgereinigten Produkte in der erfindungsgemäßen Vorrichtung durch filtrierenden Adsorption, Adsorptionsfiltration, Anschwemmfiltration oder Adsorptionschromatographie, bevorzugt durch filtrierenden Adsorption oder Adsorptionsfiltration von unerwünschten Verunreinigungen oder Nebenprodukten befreit werden.

Verwendungsbeispiel

[0049] Nachfolgend wird die Verwendung der erfindungsgemäßen Vorrichtung gemäß eines erfindungsgemäßen Verfahrens beispielhaft näher erläutert, ohne die Erfindung zu begrenzen.

[0050] Entsprechend dem in DE 10151300 A1 offengelegten Verfahren wird 3,4,5-Trifluorphenol mit 2-(4-Brom-2,6-difluorphenyl)-5,6-dihydro-4H-1,3-dithiin-1-iumtrifluormethansulfonat zu 5-Brom-2-[difluor-(3,4,5-trifluorphenoxy)-methyl]-1,3-difluorbenzol umgesetzt und das nach wäßriger Aufarbeitung erhaltene Rohprodukt (70 kg) in 180 kg n-Heptan aufgenommen. Die in **Fig.** 2 dargestellte erfindungsgemäße Vorrichtung enthaltend ein auf einer Tiefenfilterschicht (BECO® KD3) (**40**) gelagertes Filterelement (**20**) vom Durchmesser 58,5 cm und einer Höhe von 52,5 cm wird mit einem Schüttbett (**18**) aus 125 kg Kieselgel (Korngröße 0,063 mm–0,2 mm, Merck KGaA, Darmstadt) befüllt. Bei geschlossenem Gehäusedeckel (**17**) wird durch den Unfiltrateinlaß (**16**) zunächst 230 kg n-Heptan gepumpt und gleichzeitig am Filtratauslaß (**15**) so abgezogen, daß das Schüttbett (**18**) während des gesamten Vorganges von Lösungsmittel bedeckt ist. Anschließend wird die Lösung des Rohprodukts in entsprechender Weise durch die Apparatur gepumpt und 200 kg Filtrat am Filtratauslaß (**15**) gesammelt. Das Schüttbett wird mit 300 kg n-Heptan nachgewaschen und die vereinigten Filtrate (500 kg) i. Vak. eingeengt und das Produkt zur Endaufreinigung einmal umkristallisiert. Zur Entleerung der erfindungsgemäßen Vorrichtung werden zur Entfernung von Verunreinigungen in der oben beschriebenen Weise 80 kg Isopropanol über das Kieselgel gepumpt und der Entsorgung zugeführt. Anschließend wird das Kieselgel im Stickstoffstrom trockengeblasen, wobei der Stickstoff unter Druck der Vorrichtung durch den Unfiltrateinlaß (**16**) zugeführt und durch den Filtratauslaß (**15**) abgeführt wird. Nach beendeter Trocknung wird der Gehäusedeckel (**17**) geöffnet, der Spannring (**19**) entfernt, das Filterelement (**20**) mit dem darin befindlichen Kieselgel mit den Transportschlaufen (**4**) an einer Kreuztraverse befestigt und an dieser mit einem Hebezeug aus dem Filtergehäuse (**11**) entnommen.

ZITATE ENTHALTEN 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

- DE 3938414 A1 [0022]
- DE 10151300 A1 [0050]

Zitierte Nicht-Patentliteratur

- A. Wüst, Römpp online, Georg Thieme Verlag KG, Stuttgart, 2016 [0003]

Patentansprüche

1. Sackartiges Filterelement aus hochfestem Filtergewebe mit einer röhrenförmigen, von einem kreisförmigen Bodenteil (**1**) in konstantem Radius nach oben verlaufenden Seitenwand (**2**), gekennzeichnet durch zwei bis vier von jeweils einer Seite der Sackaußenwand über das Bodenteil zur gegenüberliegenden Seite der Sackaußenwand verlaufende und sich in der Mitte des Bodenteils überkreuzende Transportgurte (**3**) aus hochfestem Gewebe, deren Enden zu Transportschlaufen (**4**) ausgebildet sind und die zusätzlich mit einem am oberen Rand des Filterelements von einem über den gesamten Rand auf der Außenfläche der Seitenwand (**2**) verlaufendem Dichtungsband (**5**) verbunden sind.

2. Filterelement nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** daß die Transportschlaufen (**4**) dadurch ausgebildet sind, daß der Transportgurt (**3**) oberhalb des Filterelementrandes nach außen oder nach innen umgefaltet und die beiden so gebildeten Schenkel der Transportschlaufe in Kontakt miteinander befestigt sind.

3. Filterelement nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** daß die Transportgurte (**3**) aus Polyester gefertigt sind.

4. Filterelement nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet,** daß das Dichtungsband (**5**) aus demselben Material wie die Transportgurte (**3**) hergestellt ist.

5. Filterelement nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet,** daß das Material des Filtergewebes aus hochfestem Polyester besteht.

6. Filterelement nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet,** daß das Material des Filtergewebes aus Polyethylenterephthalat, (PET), Polybutylenterephthalat (PBT) und Polynaphthylterephthalat (PNT) ausgewählt ist.

7. Filterelement nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet,** daß das Material des Filtergewebes aus PET besteht.

8. Vorrichtung zur Anschwemmfiltration, Adsorptionsfiltration oder Adsorptionschromatographie von Flüssigkeiten mit einem in einem Filtergehäuse (**11**) befindlichen Adsorbens oder Filterhilfsmittel, das mittels einer flüssigkeitsdurchlässigen Zwischenplatte (**12**) in einen Filtratraum (**13**) und einen ein oder mehrere Filterelemente aufnehmenden Unfiltratraum (**14**) unterteilt ist, wobei der Filtratraum (**13**) durch eine parallel zur Zwischenplatte (**12**) angeordnete schüsselförmige Basisplatte (**14**) gebildet ist und einen Filtratauslaß (**15**) aufweist, während der Unfiltrateinlaß (**16**) für das zu filtrierende Medium durch den Gehäusedeckel (**17**) in das Gehäuseoberteil hindurchgeführt ist, **dadurch gekennzeichnet,** daß ein Adsorbens oder Filterhilfsmittel in Form eines Schüttbettes (**18**) in ein im Inneren des Filtergehäuses (**11**) mit einem Spannring (**19**) lösbar befestigtes und mit seiner Unterseite auf der Zwischenplatte (**12**) gelagertes sackartiges Filterelement (**20**) nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7 füllbar ist, und dem die zu filtrierende Flüssigkeit im Unfiltratraum (**14**) zuführbar und von dem das flüssige Filtrat im Filtratraum (**13**) abziehbar ist.

9. Vorrichtung nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet,** daß der Spannring (**19**) aus zwei an ihren Enden miteinander lösbar mit jeweils einer Spannschraube (**32**, **32'**) verschraubten Halbringen (**30**, **30'**) besteht, die an ihren Enden zur Aufnahme der Spannschrauben jeweils in eine mit einer in Umfangrichtung verlaufenden Bohrung versehene Verstärkung (**31**, **31'**) münden, wobei die Bohrungen jeweils mit einem Innengewinde ausgestattet sind, die in jedem Halbring gleichläufig und zu den Innengewinden im anderen Halbring gegenläufig sind, und worin die Spannschrauben als Doppelspindel ausgebildet sind, deren Enden mit gegenläufigen Gewinden (**33**, **34**) sowie einem Mehrfachkant (**35**) versehen und mittels eines Schraubschlüssels verstellbar sind.

10. Vorrichtung nach Anspruch 8 oder 9, **dadurch gekennzeichnet,** daß zwischen sackartigem Filterelement (**20**) und Zwischenplatte (**12**) ein oder mehrere scheibenförmige Filterelemente (**40**) angebracht sind.

11. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 8 bis 10, **dadurch gekennzeichnet,** daß diese ein Adsorbens oder Filterhilfsmittel in Form eines Schüttbettes (**18**) enthält.

12. Verwendung der Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 7 bis 11 zur filtrierenden Adsorption, zur Adsorptionsfiltration von Flüssigkeiten, zur Anschwemmfiltration oder zur chromatographischen Trennung von Stoffgemischen durch Adsorptionschromatographie.

13. Verwendung nach Anspruch 12 zur Aufreinigung von Reaktionsprodukten.

14. Verfahren zur Adsorptionsfiltration von Flüssigkeiten, **dadurch gekennzeichnet,** daß in einer Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 8 bis 11 ein mit einem Lösungsmittel angeschlemmtes Adsorbens in dem Filterelement (**20**) in Form eines Schüttbettes (**18**) vorgelegt wird, anschließend eine Lösung eines Stoffgemisches in einem Lösungsmittel zugeführt und danach ein Eluens unter einem Druck im Bereich von 1 bis 20 bar zugeführt wird, wobei ein

oder mehrere Fraktionen des Eluats aus dem Filtratraum (**13**) entnommen werden.

15. Verfahren nach Anspruch 14, **dadurch gekennzeichnet,** daß als Adsorbens Kieselgel verwendet wird.

Es folgen 5 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

Fig. 1

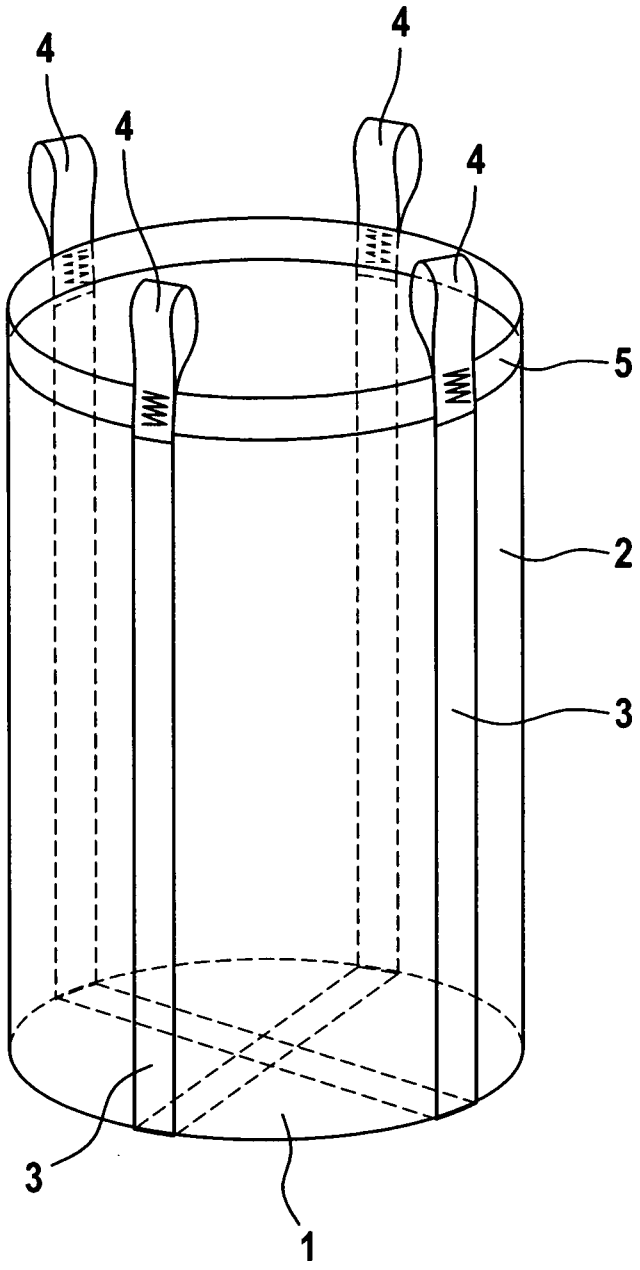


Fig. 2

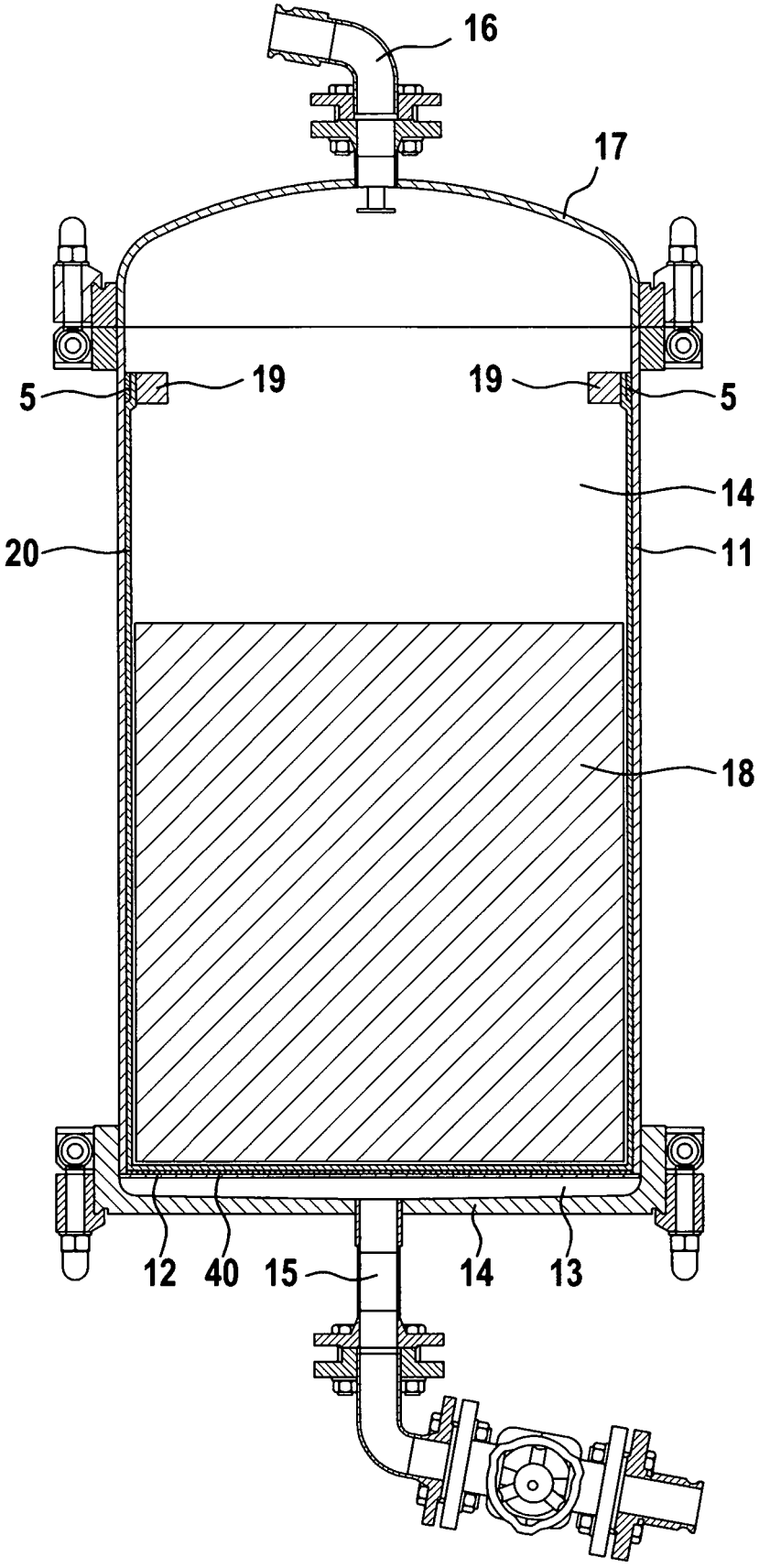


Fig. 3

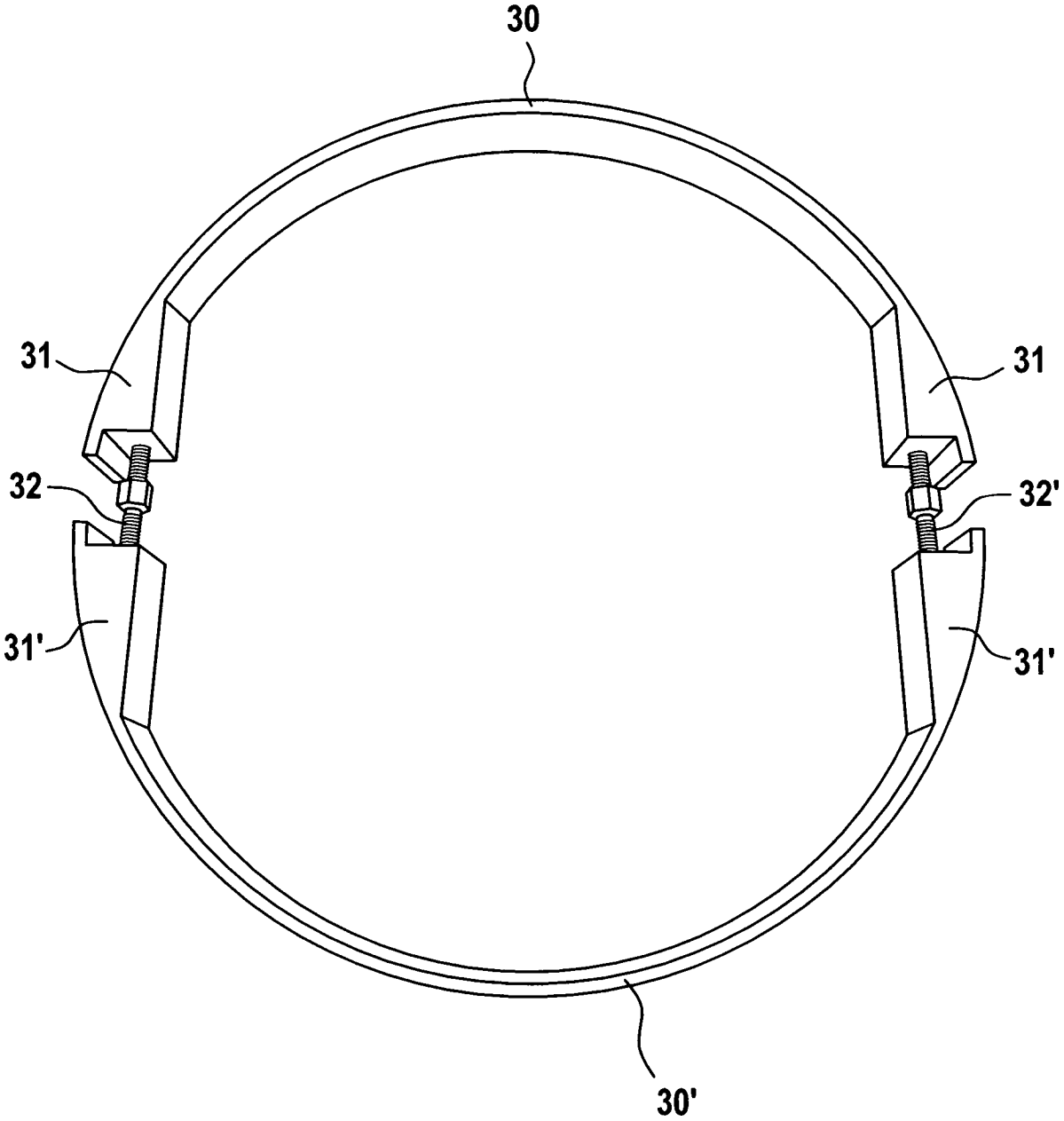


Fig. 4

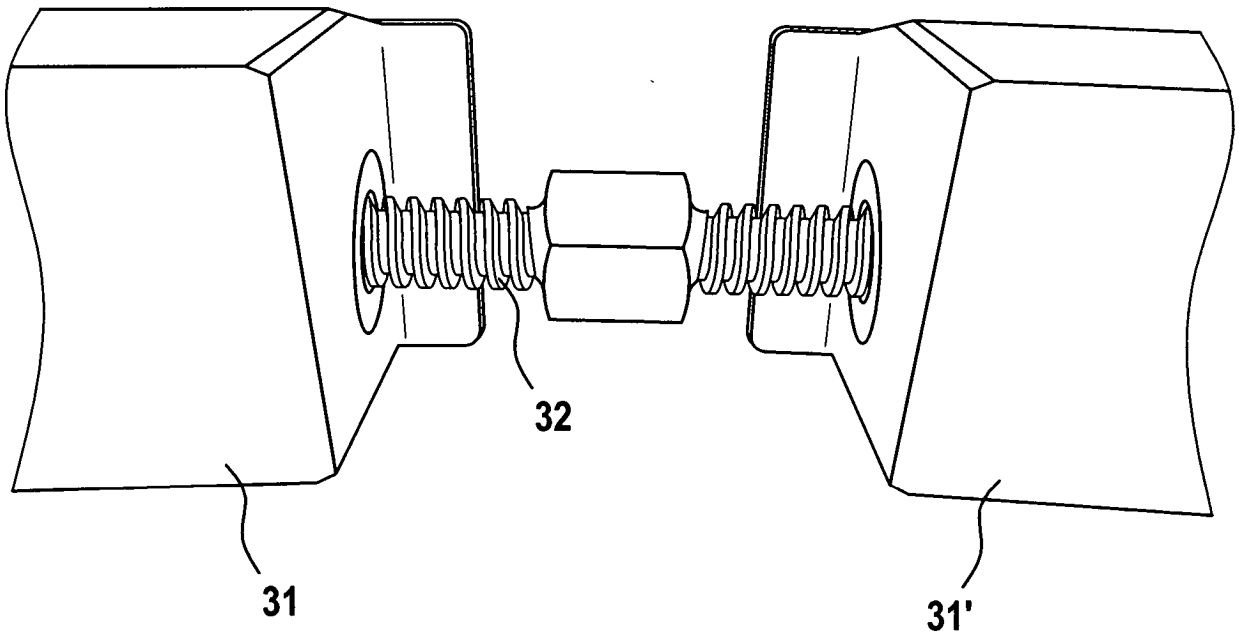


Fig. 5

