

(12) **GEBRAUCHSMUSTERSCHRIFT**

(21) Anmeldenummer: 170/98

(51) Int.Cl.⁶ : **B01D 15/084**
G01N 30/02, 30/60

(22) Anmeldetag: 19. 3.1998

(42) Beginn der Schutzdauer: 15.12.1998

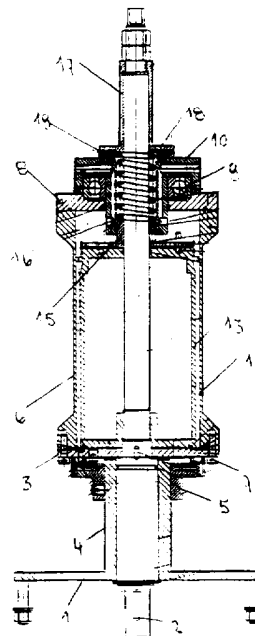
(45) Ausgabetag: 25. 1.1999

(73) Gebrauchsmusterinhaber:

PRIOR ENGINEERING AG
CH-8008 ZÜRICH (CH).

(54) ANNULARCHROMATOGRAPH

(57) Geoffenbart wird ein Annularchromatograph mit gegenüber einer stationären Basis und einem stationären Feederkopf (10) mit durchgehenden Feederleitungen auf einem Drehteller (3) mit Eluatableitungen rotierendem Teilchenbett, das zwischen einem Innenzylinder (13) und einem Zylindermantel (6) ausgebildet ist, dadurch gekennzeichnet, daß am Drehteller (3) eine Zentralsäule (2) vorgesehen ist, die sich nach oben bis durch den Feederkopf (10) hindurch erstreckt und auf der eine Spannvorrichtung (16, 17) zum Andrücken des Feederkopfs (10) an den Zylindermantel (6) angeordnet ist.



Die Erfindung betrifft Annularchromatographen mit gegenüber einer stationären Basis und einem stationären Feederkopf mit durchgehenden Feederleitungen auf einem Drehteller mit Eluatableitungen rotierendem Teilchenbett, das zwischen einem Innenzylinder und einem Zylindermantel ausgebildet ist.

Es bestand die Aufgabe, eine Annularchromatographen-Konstruktion zu schaffen, die auf die zu lösenden Aufgaben nicht nur durch Auswahl des/der geeigneten Teilchenbett-Materials/Materialien abstimmbare ist, sondern auch konstruktiv, insbesondere was die Teilchenbetthöhe, aber auch die Teilchenbettdichte betrifft.

Diese Aufgabe ist erfindungsgemäß durch eine Art Baukastensystem gelöst, bei dem verschiedene, vor allem verschieden hohe, Innenzylinder/Mantelzylinder-Paare gegeneinander verschiebbar und/oder zusammen verwendbar sind. Dazu wird eine Zentralsäule am Drehteller vorgesehen, auf die alle oberhalb des Drehtellers anzuordnenden Bauteile sozusagen aufgefädelt werden.

Ein erfindungsgemäßer Annularchromatograph ist dementsprechend vor allem dadurch gekennzeichnet, daß am Drehteller eine Zentralsäule vorgesehen ist, die sich nach oben bis durch den Feederkopf hindurch erstreckt und auf der eine Spannvorrichtung zum Andrücken des Feederkopfs an den Zylindermantel angeordnet ist.

In bevorzugten Ausführungsformen weist entweder die Spannvorrichtung Distanzhülsen oder aber die Zentralsäule Verlängerungsstücke zur Anpassung an Zylindermäntel verschiedener Länge auf. In beiden Fällen kann der erfindungsgemäße Annularchromatograph problemlos mit unterschiedlich hohen Zylindermänteln ausgerüstet werden.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform sind aufeinandersetzbare Zylindermäntel, vorzugsweise solche mit unterschiedlichen Innendurchmessern und/oder Innenzylinder/Zylindermantel-Paare, die insbesondere als Verbundkörper ausgebildet sind, vor-

gesehen. Dadurch können mehrere Teilchenbetten – übereinander bzw. einander umgebend – gleichzeitig zur chromatographischen Trennung herangezogen werden.

Derartige Verbundkörper enthalten vorzugsweise eine fixierte Teilchenbettfüllung, insbesondere in Form einer durch Durchpolymerisieren von Vorpolymerteilchen in Kontakt mit Innenzylinder und Zylindermantel erhaltenen porösen Matrix. Eine solche vorgefertigte Matrix ist nach Verwendung leicht zu reinigen/spülen und ist anschließend wiederverwendbar, was den Bedarf an Teilchenbettmaterial wie auch den zeitlichen Aufwand für zahlreiche aufeinanderfolgende annularchromatographische Trennungen erheblich senkt, da die Säule nicht nach jeder Trennung erneut gefüllt zu werden braucht, eine große Anzahl von Trennungen nacheinander aber im kontinuierlichen Betrieb durchgeführt werden kann und die Umrüstung des Annularchromatographen auf unterschiedliche Teilchenbettmaterialien äußerst rasch vonstatten gehen kann.

In bevorzugten erfindungsgemäßen Annularchromatographen können zwei oder mehrere konzentrische Zylindermäntel vorgesehen sein, zwischen denen jeweils ein Teilchenbett angeordnet ist, wobei der Drehteller korrespondierende Reihen von Eluatableitungen aufweist. Dadurch können mehrere annularchromatographische Trennungen gleichzeitig in einer einzigen Anlage durchgeführt und weitaus höhere Durchsätze des Annularchromatographen erzielt werden.

Eine besonders bevorzugte Ausführungsform der Annularchromatographen gemäß vorliegender Erfindung weist der Feederkopf Durchgänge für die Feederleitungen auf, in die die Feederleitungen vom Innenraum der Kern-Mantelanordnung her einsetz- und hindurchführbar sind.

Ein erfindungsgemäßer Annularchromatograph kann zusätzlich eine Temperatursteuerung umfassen, z.B. indem Wärmetauscher für Eluenten und/oder Feed vorgesehen sind, die in einer bevorzugten Ausführungsform mit Innenzylinder und/oder Zylindermantel assoziiert vorgesehen sind. Dies ermöglicht, daß das Teilchenbett für die Trenn-

prozesse auf höhere Betriebstemperatur gebracht bzw. die gegebenenfalls durch Ab- oder Desorptionsvorgänge freiwerdende Wärme abgeführt werden kann. Die Wärmetauscher zur Temperaturerhöhung können dabei an sich bekannte Heizeinrichtungen und jene zur Temperatursenkung bekannte nach dem Durchflußprinzip arbeitende Kühler sein.

Es folgt nun eine detailliertere Beschreibung der Erfindung unter Bezugnahme auf die beigelegten Zeichnungen, wobei die Fig. 1 bis 4 jeweils schematische Seitenschnittansichten sind. Davon sind die Fig. 1 und 4 Gesamtansichten und die Fig. 2 und 3 Teilansichten von erfindungsgemäßen Annularchromatographen, wobei sich die Kopfkonstruktion des Annularchromatographen in den Fig. 1 und 2 von jener in den den Fig. 3 und 4 unterscheidet.

In Fig. 1 erkennt man eine Grundplatte 1, die z.B. auf einen Labortisch aufschraubbar ist und in der eine Antriebswelle 2 drehbar gelagert ist. Auf die Antriebswelle 2 ist ein Drehteller 3 aufgekeilt, der entlang eines Kreisumfangs nicht näher bezeichnete durchgehende Eluatabnahmekanäle aufweist, unterhalb denen am einstückig mit der Grundplatte 1 ausgebildeten Lagerstutzen 4 für die Antriebswelle 2 eine nichtdrehbare Eluat- aufnahmetasse 5 vorgesehen ist.

Am Drehteller 3 ist ein Hohlzylinder 6 als Mantelzylinder bei 7 angebolzt, der ein eingezogenes, in Fig. 1 und Fig. 2 parallel zum Drehteller 3 verlaufendes Dach 8 aufweist, das über eine Kugellagerung 9 mit einer Anspeisungshülse 10 verbunden ist, die im Betrieb gegenüber der Grundplatte 1 nicht bewegt und von Zufuhrkanälen zum Innenraum des Hohlzylinders 6 für Feed, Eluate, zum Beschicken mit Teilchenbettmaterial etc. durchsetzt wird, von denen zwei mit 11 und 12 bezeichnet sind.

Im Innenraum des Hohlzylinders 6 ist auf die Antriebswelle 2 ein Innenzylinder 13 aufgesteckt und sitzt am Drehteller 3 auf, wobei zwischen Hohlzylinder 6 und Innenzylinder 13 ein zylindermantelförmiger Teilchenbettraum 14 verbleibt, der bis zur

gewünschten Höhe gleichmäßig mit teilchenförmigem Bettmaterial gefüllt wird. Der Innenzylinder 13 weist an der dem Drehteller 3 abgewandten Oberseite ein Dach mit nach oben gerichtetem Führungsflansch 15 auf, mit dem es auf der Antriebswelle 2 sitzt und an dem eine Spiralfeder 16 angreift, die den Innenzylinder 13 an den Drehteller 3 drückt.

Das Widerlager für die Feder 16 ist eine Spannhülse 17, die gekontert soweit auf die Antriebswelle 2 aufgeschraubt ist, daß ein Drehflansch 18 der Spannhülse 17, der ein Kugellager 19 trägt, mit dessen freiem Lagerring an der Anspeisungshülse 10 kraftschlüssig anliegt. Somit besteht eine Lagerung der Anspeisungshülse 10 sowohl gegenüber dem Dach 8 des Hohlzylinders 6 als auch gegenüber der Spannhülse 17, sodaß die Anspeisungshülse 10 gegenüber den rotierenden Teilen des Annularchromatographen ohne weiteres festgehalten werden kann.

Bei einem Vergleich der Fig. 1 und 2 erkennt man, daß durch Zubehörsätze, die jeweils aufeinander abgestimmte Spannhülse 17, Innenzylinder 13 und Hohlzylinder 6 aufweisen, die Teilchenbettraumhöhe variiert werden kann. Ebenso kann die Teilchenbettraumtiefe durch Abstimmen der Durchmesser von Hohlzylinder 6 und Innenzylinder 13 variiert werden.

Aus den Fig. 1 und 2 ist lediglich zu erkennen, daß die Zufuhrkanäle 11 und 12 an bestimmten Stellen oberhalb des Innenzylinders 13 münden; in Fig. 3, die auch eine andere Kopfkonstruktion betrifft, ist beispielhaft gezeigt, daß Zufuhrrohre 20 durch die Zufuhrkanäle hindurchgeführt werden, und zwar vom Innenraum des Annularchromatographen nach außen. Dazu ist an die Anspeisungshülse 10 ein Verteilerblock 21 angeschraubt, der mit den Zufuhrkanälen korrespondierende Bohrungen aufweist, die Schultern zur Anlage eines am Ende des Zufuhrrohrs 20 angeordneten Ringflanschs aufweisen. Das Zufuhrrohr 20 wird vor dem Zusammenbau des Chromatographen in den Verteilerkopf nach oben eingeschoben, bis es mit seinem Ringflansch an der Schulter der Bohrung im Verteilerkopf 21 anliegt; dann wird ein Dichtnippel 22 einge-

schraubt, an dem über eine Rändelmutter 23 ein Verteilerrohr 24 befestigt wird, das in den Ringspalt 14 zwischen Hohlzylinder 6 und Innenzylinder 13 hineinragt und oberhalb des nicht gezeigten Teilchenbetts endet. Im Betrieb dreht sich also das Teilchenbett gegenüber dem Verteilerrohr 24. An der Stelle, wo das Zufuhrrohr 20 aus der Anspeisungshülse 10 austritt, ist ein geteilter Stopfen 25 eingesetzt, der nur den Sinn hat, das Zufuhrrohr 20 zu zentrieren. Mit 26 ist eine Schraube zum Entlüften des Innenraums des Annularchromatographen bezeichnet.

Bei der in Fig. 3 dargestellten Konstruktion wird sowohl der Innenzylinder 13 als auch der Hohlzylinder 6 von unterhalb des Drehtellers an diesem angeschraubt.

Weiters zeigt Fig. 4 eine ähnliche Annularchromatographen-Konstruktion zu jener in Fig. 3, allerdings ist die Antriebswelle in dieser Ausführungsform zweiteilig ausgeführt, wobei der obere Wellenteil 2' mit geringerem Durchmesser in den unteren Teil 2 eingeschoben und im Überlappungsbereich 27, z.B. über eine Schraub- oder Rastsicherung, an diesem fixiert ist. Der obere Wellenteil 2' ist über einen Teil der Gesamtlänge der Welle in den unteren einschiebbar, um so die Länge der Welle an verschiedene Höhen der Mantelzylinder/Innenzylinder-Paare 6, 13 und damit an unterschiedliche Teilchenbetthöhen anpassen zu können.

Zusätzlich ist in Fig. 4 der Strömungsweg eines in dieser Ausführungsform vorgesehenen Durchfluß-Temperiersystems eingezeichnet. Dabei tritt Temperierflüssigkeit (d.h. Heiz- oder Kühlflüssigkeit) an Einlaßstutzen 28 in den unteren Teil der Antriebswelle 2 ein (Pfeil A), wird innerhalb der Welle zum Stutzen 29 geführt, wo sie aus der Welle aus- und in den Innenraum des Innenzylinders 13 eintritt (Pfeil B), um dort für die Temperierung (Heizung bzw. Kühlung) des Teilchenbetts zu sorgen. Der weitere Strömungsweg erfolgt über Auslaß 30 aus dem Zylinderinnenraum heraus und erneut in die Welle – in diesem Fall in deren oberen Teil 2' – hinein (Pfeil C), bis die Temperierflüssigkeit schließlich am Auslaßstutzen 31 den Annularchromatographen verläßt (Pfeil D).

Vorzugsweise wird die Temperierflüssigkeit in einem geschlossenen Kreislauf geführt, indem diese nach ihrem Austritt an 31 einen (nicht dargestellten) Wärmetauscher passiert und – entsprechend temperiert – an 28 wieder in den Chromatographen eintritt.

Obwohl die Erfindung anhand von konkreten Ausführungsformen beschrieben wurde, versteht sich von selbst, daß daran von Fachleuten zahlreiche Variationen und Modifikationen vorgenommen werden können, die auch allesamt im durch die zugehörigen Ansprüche definierten Schutzzumfang der Erfindung liegen.

Ansprüche:

1. Annularchromatograph mit gegenüber einer stationären Basis und einem stationären Feederkopf mit durch^{ch}gehenden Feederleitungen auf einem Drehteller mit Eluatableitungen rotierendem Teilchenbett, das zwischen einem Innenzylinder und einem Zylindermantel ausgebildet ist, dadurch gekennzeichnet, daß am Drehteller (3) eine Zentralsäule (2) vorgesehen ist, die sich nach oben bis durch den Feederkopf (10) hindurch erstreckt und auf der eine Spannvorrichtung (16, 17) zum Andrücken des Feederkopfs (10) an den Zylindermantel (6) angeordnet ist.
2. Annularchromatograph nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Spannvorrichtung (16, 17) Distanzhülsen (17) zur Anpassung an Zylindermäntel (6) verschiedener Länge aufweist.
3. Annularchromatograph nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Zentralsäule (2) Verlängerungsstücke (2') zur Anpassung an Zylindermäntel (6) verschiedener Länge aufweist.
4. Annularchromatograph nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß aufeinandersetzbare Zylindermäntel (6) vorgesehen sind.
5. Annularchromatograph nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Zylindermäntel (6) unterschiedliche Innendurchmesser aufweisen.
6. Annularchromatograph nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß Innenzylinder/Zylindermantelpaare (13, 6) vorgesehen sind.

7. Annularchromatograph nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Innenzylinder/Zylindermantelpaare (13, 6) als Verbundkörper vorgesehen sind.
8. Annularchromatograph nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Verbundkörper eine fixierte Teilchenbettfüllung enthalten.
9. Annularchromatograph nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die fixierte Teilchenbettfüllung eine durch Durchpolymerisieren von Vorpolymerteilchen in Kontakt mit Innenzylinder (13) und Zylindermantel (6) erhaltene poröse Matrix ist.
10. Annularchromatograph nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß zwei oder mehrere konzentrische Zylindermäntel (6) vorgesehen sind, zwischen denen jeweils ein Teilchenbett angeordnet ist sowie der Drehteller (3) korrespondierende Reihen von Eluatableitungen aufweist.
11. Annularchromatograph nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß der Feederkopf (10) Durchgänge (11, 12) für die Feederleitungen (20) aufweist, in die die Feederleitungen (20) vom Innenraum der Kern-Mantelanordnung her einsetzen und hindurchführbar sind.
12. Annularchromatograph nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß eine Temperatursteuerung vorgesehen ist.
13. Annularchromatograph nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß Wärmetauscher für Eluenten und/oder Feed vorgesehen sind.
14. Annularchromatograph nach Anspruch 12 oder 13, dadurch gekennzeichnet, daß Wärmetauscher assoziiert mit Innenzylinder und/oder Zylindermantel vorgesehen sind.

15. Annularchromatograph nach Anspruch 13 oder 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Wärmetauscher zur Temperaturerhöhung an sich bekannte Heizeinrichtungen und jene zur Temperatursenkung bekannte Durchflußkühler sind.

Fig. 2

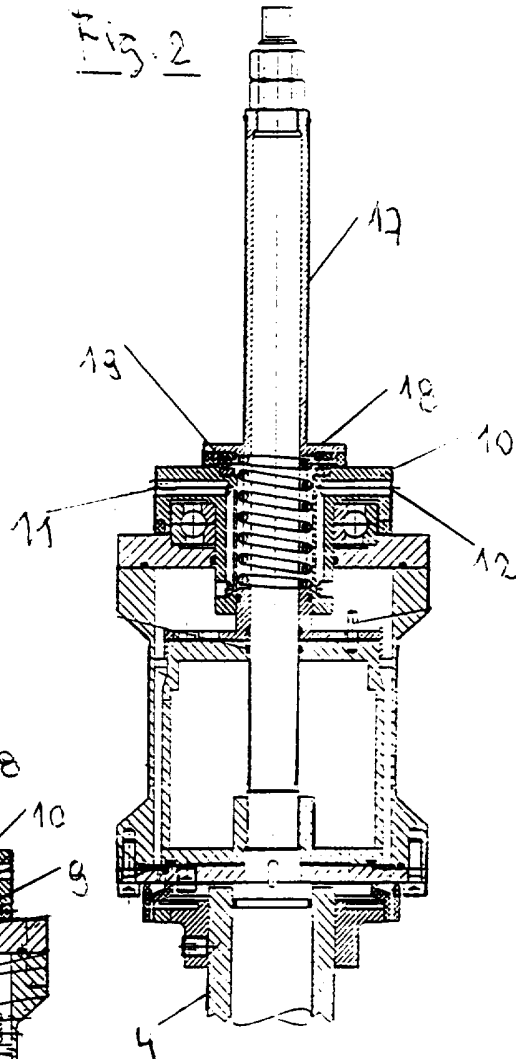


Fig. 1

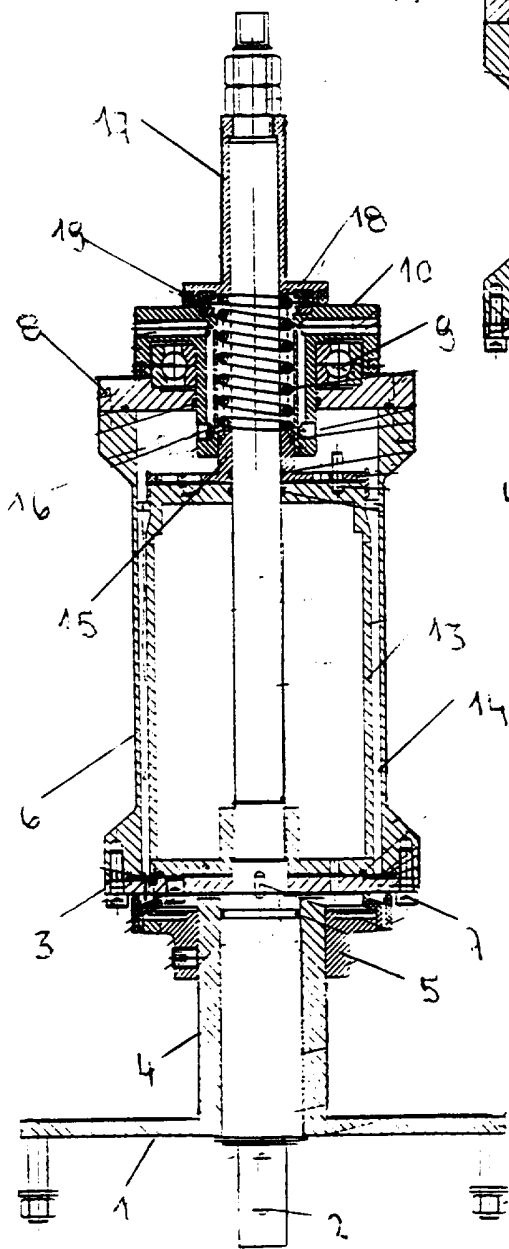
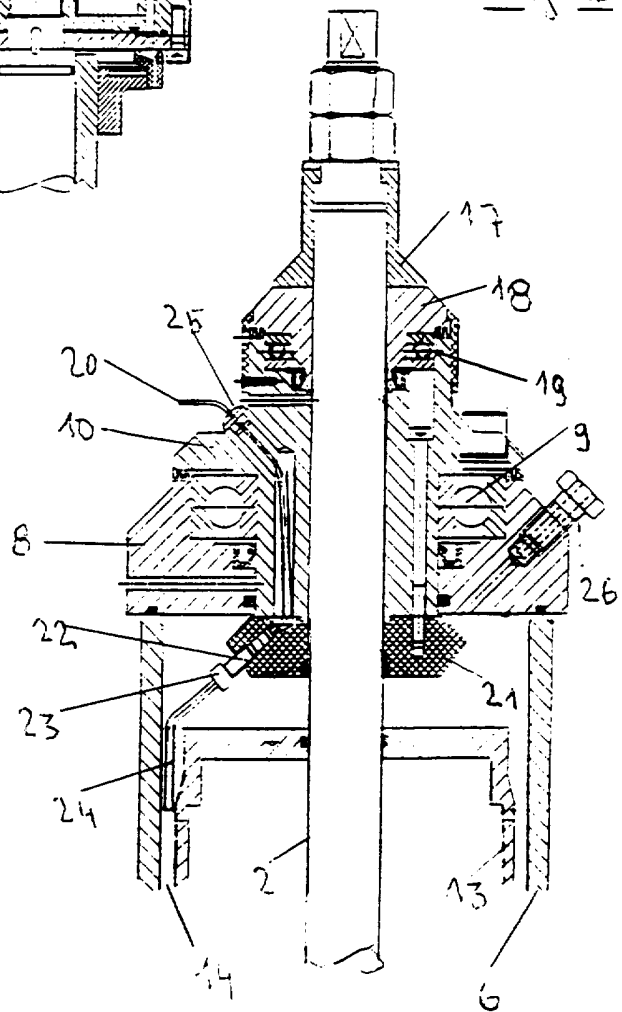
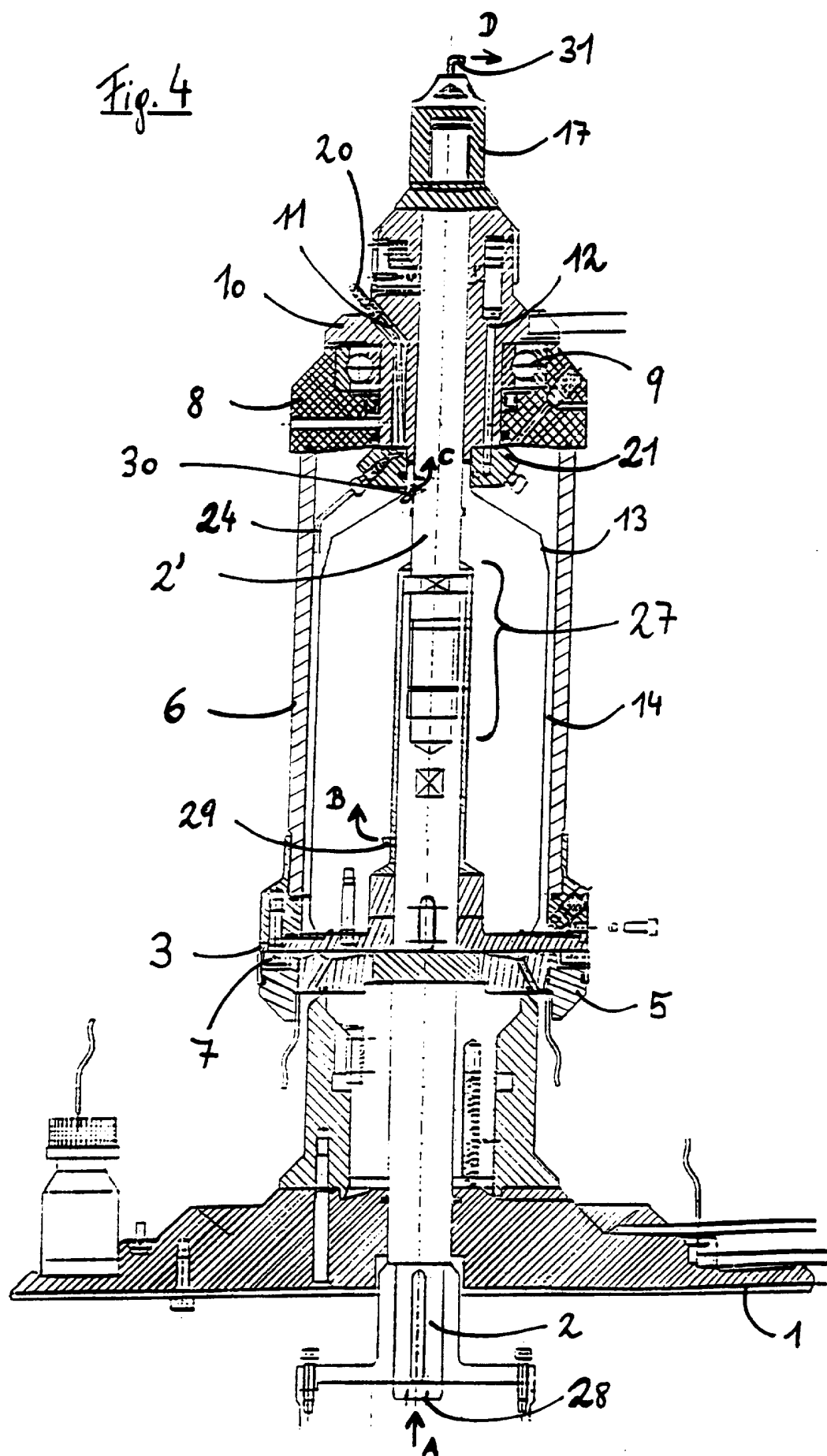


Fig. 3







RECHERCHENBERICHT

zu 16 GM 170/98

Ihr Zeichen: 111097

Klassifikation des Antragsgegenstandes gemäß IPC⁶: B01D 15/084, G01N 30/02, G01N 30/60

Recherchierter Prüfstoff (Klassifikation): B 01 D, G 01 N

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	EP 0 328 146 A2 (THE PERKIN ELMER CORPORATION) 16. August 1989 (16.08.89), Gesamte Druckschrift	1
A	US 5 217 608 A (CONWAY) 8. April 1993 (08.04.93), Patentansprüche	1

☒ 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: 2. Juli 1998

Prüfer: Dipl. Ing. Becker



1 Folgeblatt zu GM 170/98

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung (Ländercode, Veröffentlichungsnummer, Dokumentart (Anmelder), Veröffentlichungsdatum, Textstelle oder Figur (soweit erforderlich))	Betreffend Anspruch
A	US 5 149 436 A (TANIGUCHI) 22. September 1992 (22.09.92), Gesamte Druckschrift	1
A	JP 6 204 048 A (MITSUBISHI HEAVY IND) 24. Feber 1987 (24.02.87), Zusammenfassung	1

☐ 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