

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 881276 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **881276**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
B01J 2/06

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **17.03.1988**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **17.03.1988**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **03.10.1988**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **12.06.2019**

(32) (33) (31) Etu oikeus - Prioritet - Priority

02.04.1987 DE 3711169

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Messer Griesheim GmbH, Hanauer Landstrasse 330, 6000 Frankfurt/Main, SAKSA, (DE)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Buchmüller, Jürgen, BRD, SAKSA, (DE)

2 • Weyermanns, Günther, BRD, SAKSA, (DE)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Laite sitkasjuoksuisten nesteiden ohjatuksi jäädyttämiseksi.

Anordning för kontrollerad infrysning av trögflytande vätskor.

Laite sitkasjuoksuisten nesteiden ohjatuksi jäähdyttämiseksi

Keksintö kohdistuu patenttivaatimuksen 1 mukaiseen
5 laitteeseen sitkasjuoksuisten nesteiden jäähdyttämiseksi.

Nesteitä voidaan säilöä siten, että ne jäähdytetään muovimateriaalia oleviin pusseihin tai pulloihin ja mahdollisesti tyhjökuivataan. Jos kysymyksessä ovat herkäät nesteet, joissa on orgaanisia komponentteja, jää-
10 tymisen täytyy tapahtua mahdollisimman nopeasti ja yhdenmukaisesti, siis ohjatusti, jotta vältettäisiin kylmävahinkoja. Tämä pätee erityisesti silloin, kun kysymyksessä ovat orgaanisten komponenttien yhteydessä elävät solut, esimerkiksi bakteerisuspensiot. Kontrolloimattoman jäähdyttämisen yhteydessä tällöin voivat soluseinä
15 ja solukudot rikkoutua voimakkaan jääkiteen muodostuksen takia.

Tällainen bakteerisuspensio muodostuu esim. 95 % vedestä ja 5 % elävistä bakteereista. Jos jäähdytetään
20 valvomattomasti näiden solujen eloonjäämisaste voi laskea edustamattoman vähäiseen määrään. Mutta myös nesteet, joissa on muita orgaanisia komponentteja, esimerkiksi valkuaisaineliuoksia, vitamiiniliuoksia ja rokotuseerumeja, voivat vahingoittua valvomattoman jäätyksen
25 vuoksi. Käytännössä koeteltu menetelmä tällaisten nesteiden säilömiseksi muodostuu siitä, että suoritetaan jäähdyttämisen matalalla kiehuvan nesteytetyn kaasun avulla, yleensä typen avulla. Nestemäisellä typellä jäähdytysaineena voidaan esimerkiksi pusseissa tai ampulleissa
30 oleva neste jäähdyttää hyvin nopeasti haluttuun jäädytyslämpötilaan, niin että esim. ei jää lainkaan aikaa runsaaseen jääkiteen muodostukseen. Mutta vaatii kuitenkin jonkin verran aikaa jäädyttää tällainen nestekappale ulkoa sisäänpäin, minkä johdosta esiintyy vähäisessä määrin väistämättä kylmävaurioita ja aineosien keskittymistä nestesydämeen.
35

- Julkaisusta GB-PS 1 376 972 on tunnettu laite, joka mahdollistaa tällaisen nesteen nimittäin nestemunan, hyvin hellävaraisen jäädyttämisen. Tällä laitteella muodostetaan nestemunasta pisaroita, jotka johdetaan matalalla kiehuvaista nesteytetystä kaasusta muodostuvaan kylpyyn ja otetaan tästä pois jäätyneiden pellettien muodossa. Pisaroiden pienen tilavuuden johdosta neste voidaan kauttaaltaan nopeasti jäädyttää läpeensä pyrittyyn lämpötilaan. Tätä tuetaan vielä suoralla lämmönvaihdolla nesteen ja jäähdytysaineen välillä, koska jäähdytysaineen ja jäädytettävän nesteen väliset erottavat väliseinät jäävät pois. Lisäksi esiintyy pisaroiden pallomuodon johdosta yhdenmukaiselle jäätymiselle optimaalinen suhde nesteen pinnan ja tilavuuden välillä.
- 15 Pisarat tuotetaan peristalttisella pumpulla, siten että jäädytettävällä nesteellä täytettyjä letkuja puristetaan jaksottaisesti kokoon. Täten nestepisaroita työnnetään ulos letkuista ja johdetaan suuttimien kautta kylmäkylpyyn.
- 20 Pisaroiden tuottamisen tämä tapa on kallis. Peristalttinen pumppu on suhteellisen mutkikas ja häiriöaltis kone, joka vaatii jatkuvaa valvontaa. Koska se on sovitettu jäähdytyskylvyn välittömään läheisyyteen, on olemassa vaara, että suuttimet jäätyvät. Jos asetetaan korkeita vaatimuksia määrätyn pelletin halkaisijan pitämisen suhteen, esiintyy samoin vaikeuksia, koska tunnetulla laitteella on valmistettavissa ainoastaan sellaisia pellettejä, joilla on jokseenkin yhtä suuret halkaisijat. Herkempien nesteiden ohjatuksi jäädyttimeksi ovat kuitenkin kooltaan yhdenmukaiset pisarat ja pelletit edellytys, koska ainoastaan sellaisten yhdenmukaisten kokojen yhteydessä on toteutettavissa identtiset ja siten ohjatut jäädytysedellytykset. Tunnettu laite tarjoaa nimittäin myös ainoastaan rajoitettuja mahdollisuuksia
- 35 vaihdella pisarasuuruutta panoksen aikana. Kun tulee jäädyttää eri sitkeyden omaavia erilaisia nesteitä pelle-

teiksi, on kuitenkin usein tietyn pellettisuuruuden so-
vittaminen määrättyyn nesteeseen toivottavaa.

Keksintö perustuu tehtävään luoda laite sitkas-
juoksuisten nesteiden ohjatuksi jäädyttämiseksi jäädy-
5 tetyiksi pelleteiksi, joka laite sallii pellettien val-
mistamisen likimain yhtä suurin halkaisijoin ja pelletti-
suuruuden muuttamisen ja joka on yksinkertainen, luja ja
laajalti huoltovapaa.

Lähtien patenttivaatimuksen 1 johdanto-osassa
10 huomioon otetusta tekniikan tasosta tämä tehtävä on kek-
sinnön mukaan ratkaistu patenttivaatimuksen 1 tunnus-
merkkiosassa esitetyillä tunnusmerkeillä.

Keksinnön edulliset edelleenkehitykset on esitet-
ty patenttivaatimuksissa.

15 Edellytys, että jäädytettävän nesteen tulee olla
sitkasjuoksuinen, tarkoitetaan ainoastaan, että nestees-
tä voidaan valmistaa määrätyn kokoisia pisaroita. On siis
nesteitä, joilla on hyvin suuri sitkeysalue ja jotka ovat
sopivat keksinnön mukaiselle laitteelle, ainoastaan hy-
20 vin helppojuoksuiset nesteet eivät ole sopivia. Tärkeää
on, että pisaroilla jäähdytysainekylpyyn putoamisen
yhteydessä on riittävästi aikaa ottaa pallomuoto. Toi-
saalta pisarat eivät saa tunkeutua myöskään liian suurel-
la nopeudella esimerkiksi nestemäisestä tyypestä muodos-
25 tuvaan kylpyyn, koska silloin pisaroiden pallomuotoon
vaikutettaisiin haitallisesti. Pisaroiden suuruuden ohel-
la on sen vuoksi niiden putoamistie nestemäisestä types-
tä muodostuvaan kylpyyn, siis tippumiskorkeus, ratkaiseva
nesteen optimaaliselle jäätymiselle. Kulloinkin optimaa-
30 linen tippumiskorkeus voidaan määrätä helposti yksinker-
taisilla kokeilla jokaiselle nesteelle.

Toinen tärkeä kriteeri optimaaliselle ohjatulle
jäähdytysmenetelmälle on viipymisaika nestemäisestä jääh-
dytysaineesta muodostuvassa kylvyssä. Viipymisaika voidaan
35 yksinkertaisella tavalla säätää sinänsä tunnetulla kylvyn
läpi kulkevalla kuljetushihnalla, jossa on sopiva tartuin

pelleteiksi jäädytettyjen nestepisaroiden kuljettamiseksi.

Piirustukset havainnollistavat keksinnön sovellutusesimerkkiä.

5 Piirustuksissa esittää

kuvio 1 koko laitosta jäädyttämistä varten ja siihen liittyvää tyhjökuivaamista varten,

kuvio 2 kuvion 1 jäädytys- ja pisarointilaitetta suurennetussa kuvauksessa,

10 kuvio 3 osaa kuviosta 2,

kuvio 4 pisarointilaitteen yksityiskohtaa.

Kuviossa 1 kuvatun laitoksen olennaiset osat muodostuvat pisarointilaitteesta 1, jäädytyslaitteesta 2, täyttölaitteesta 3, jäädytyspenkistä 4 ja tyhjökuivauslaitteesta 5. Pisarointilaitteessa 1 sijaitsee jäädytettävä neste. Se tippuu jäädytyslaitteessa sijaitsevaan nestemäisestä tyypestä muodostuvaan kylpyyn 6. Kylvyn 6 kautta kulkee kuljetinhihna 7, jolla on säädettävä kiertonopeus. Johdon 8 kautta nestemäistä tyypeä pääsee jäädytyslaitteeseen 2 höyrystyneen tyyden korvaamiseksi. Höyrystynyt tyyppi vedetään pois jäädytyslaitteesta 2 putken 9 kautta puhaltimen 10 välityksellä, ja se toimii jäädytyspenkin 4, joka toimii välivarastona, pitämiseksi esimerkiksi -60°C sopivassa lämpötilassa. Virtaussuunnat ja liikkumistapahtumat on merkitty viitenumeroilla varustamattomilla nuolilla.

Keksinnön mukaisesta pisarointilaitteesta 1 nestemäisestä tyypestä muodostuvaan kylpyyn 6 tippuva neste jäätyy siellä pelleteiksi ja kuljetetaan ulos kuljetushihnalla 7 kylvystä 6 edeltä käsin määrätyn viipymisaian jälkeen. Pelletit putoavat suppiloiden 11 ja 12 kautta täyttölaitteeseen, jossa ne täytetään maljoihin. Pelleteillä täytetyt maljat pääsevät välivarastoon jäädytyspenkkiin 4. Sieltä ne pääsevät tyhjökuivauslaitteeseen 5, josta valmis tuote voidaan ottaa ulos.

On itsestään selvää, että on mahdollista täyttää suppilosta 12 putoavat pelletit suoraan pussiin ja säilyttää jäähdytysvarastossa esimerkiksi -40°C :ssa.

Kuvio 2 esittää jäähdytyslaitetta 2 jonkin verran suurennetussa kuvauksessa. Koko jäähdytyslaite 2 on ympäröity eristeellä 13 kylmähäviöiden pitämiseksi vähäisinä. Myös pisarointilaitteessa 1 on eriste 14, jotta voitaisiin pitää jäädytettävä neste mahdollisimman vakiona pysyvässä lämpötilassa. Pistekatkoviivalla merkityllä ympyrällä 15 merkitty yksityiskohta on kuviossa 3 esitetty suurennetussa perspektiivisessä kuvauksessa.

Kuvio 3 esittää osaa ammeesta 16, jossa sijaitsee nestemäisestä tyydestä muodostuva kylpy 6. Kylvyn 6 läpi liukuu kuljetinhihna 17, joka on varustettu tarttuimilla 18. Nestemäisen tyyden pinta 19 on korkeammalla kuin tarttuimet 18. Tarttuinten 18 välillä sijaitsevat jäädytettävät pelletit 20, jotka jäädytetään -40°C sydänlämpötilaan.

Nestemäisestä tyydestä muodostuvan kylvyn 6 yläpuolella sijaitsee pisarointilaitte 1. Tämä muodostuu olennaisesti yhdestä säiliöstä 21, jossa sijaitsee jäädytettävä neste 22. Säiliön 21 pohja muodostuu pisaralevyistä 23 ja 24. Pisaralevyt 23 ja 24 on varustettu porauksilla 25, jotka voidaan siirtämällä toista pisaralevyä, edullisesti alempaa pisaralevyä 23, saattaa enemmän tai vähemmän kohdakkain. Täten muodostetaan muutettavia kuristuskohтия, jotka säätävät jäädytettävän nesteen 22 virtausnopeutta niin, että pisarajono määrätään. Edullisesti pisaralevyt 23, 24 ovat vaihdettavat, jotta voidaan käyttää eri suurilla porauksilla 25 varustettuja pisaralevyjä, kulloinkin jäädytettävän nesteen 22 sitkeyden ja halutun pisarasuuruuden mukaan.

Kuvio 4 esittää suurennetussa kuvauksessa perspektiivikuvana porauksella 25 varustettujen pisaralevyjen 23 ja 24 osia. Porauksen 25 kylvyn puoleinen alemman pisaralevyn 23 reuna on muodostettu katkaisureunana. Tämä

katkaisureuna 27 on rengaspinta, joka muodostetaan jyrsimällä syvennys porauksen 25 ympärille. Kulloinkin jäädytettävän nesteen sitkeyden mukaan pidetään rengaspinta suurempana tai pienempänä.

5 Kuviossa 3 on kuvattu vielä muita laitteita, jotka varmistavat, että pisaroilla 26 on yhtä suurena pysyvä koko. Niinpä lähestymiskytkin 28 pitää nesteen 22 tason vakiokorkeudella ja ohjaa nesteen syöttöä johdon 29 kautta vastaavasti. Tämän johdosta saavutetaan se, että
 10 nesteen 22 paine porauksen 25 edessä on vakio. Lähestymiskytkimen 28 sijasta voidaan käyttää myös muita tätä varten käyttökelpoisia välineitä. Säiliö 21 on lisäksi kuumennusnauhan 30 ympäröimä. Kuumennusnauhalla 30 pidetään nesteen 22 lämpötila vakiona. Tämä on tärkeää, koska
 15 nesteen sitkeys on voimakkaasti lämpötilasta riippuvainen ja sitkeys puolestaan on ratkaisevaa pisaroiden 28 sitkeydelle. Samalla vältetään täten porausten 25 jäätyminen.

Keksinnön mukaisella laitteella voidaan tämän mukaan edeltä käsin määrätystä nesteestä muodostaa pisaroita, joilla on vakiona pysyvä ja toistettavissa oleva suuruus. Ohjattua jäädyttämistä varten on sitten ainoastaan vielä tarpeellista, että pisarat tunkeutuvat pallomuodossa typpikylpyyn ja että viipymisaika typpikylvyssä voidaan
 25 määrittää tarkasti. Viipymisaika määrätään yksinomaan kuljetinhihnan 17 kiertonopeudella. Tarttuimet 18 huolehtivat siitä, että kaikki pisarat 26 välittömästi nestemäisen typen sisään sukeltamisen jälkeen liikutetaan kylvyn 6 läpi edeltä käsin määrätyn ajan kuluessa. Tällöin
 30 ne jäätyvät halutun ydinlämpötilan omaaviksi pelleteiksi. Jotta saavutettaisiin haluttu pallomuoto, joka mahdollistaa erittäin tasaisen jäätymisen, pisaroiden 26 putoamiskorkeus täytyy sovittaa vastaavasti kulloiseenkin nesteseen. Hyvin sitkeäjuoksuiset nesteet tarvitsevat pitemmän
 35 putoamistien, koska ne ottavat pallomuodon hitaammin. Suotuisin putoamiskorkeus voidaan löytää nopeasti muutamil-

la kokeilla, koska pellettien muoto antaa heti kuvan siitä, onko putoamiskorkeus optimaalinen.

- Keksinnön mukainen laite on sopiva kaikille nesteille, joiden sitkeys sallii ohjatun ja toistettavissa
- 5 olevan pisaranmuodostuksen. Niinpä jäädytettiin menestyksellisesti bakteerisuspensioita, joiden kiintoainesuudet olivat 8...16 paino-%:n välillä. Näillä bakteerisuspensioilla oli viskositeetti 0,001 ja 12,5 Ns/m² välillä ja pintajännitykset 0,5 ja 0,08 Ns/m välillä.
- 10 Kulloinkin jäädytettävien bakteerisuspensioiden sitkeyden mukaan käytettiin eri suurilla porauksilla varustettuja pisaralevyjä. Pienin porauksen halkaisija oli 0,7 mm, suurin porauksen halkaisija 2 mm. Tietty vaikutus muodostettujen pisaroiden suuruuteen on myös typpikylvyn puoleisin pisaralevyn paksuudella. Olennaisesti
- 15 suurempi vaikutus on kuitenkin kulloisellakin pisarakorkeudella, siis alemman pisaralevyn etäisyydellä typpikylvyn pinnasta. Niin määriteltiin kulloisellekin yksittäistapaukselle 50 ja 120 mm välillä oleva optimaalinen
- 20 pisarakorkeus. Tällä tavalla saatujen pallomaisten pellettien halkaisija oli 2 ja 5 mm välillä. Itsestään selvää on, että tällöin järjestettiin tietylle bakteerisuspensiolle kulloinkin tietty porauksen halkaisija, tietty pisarakorkeus ja tietyn pallon halkaisija.

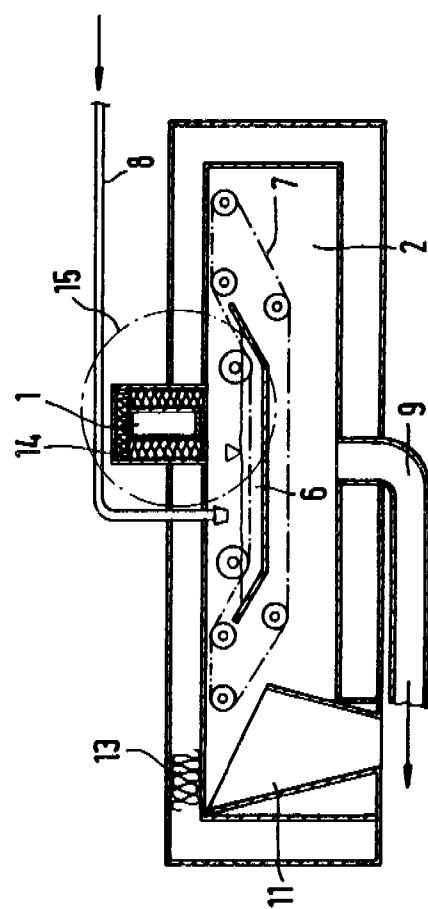
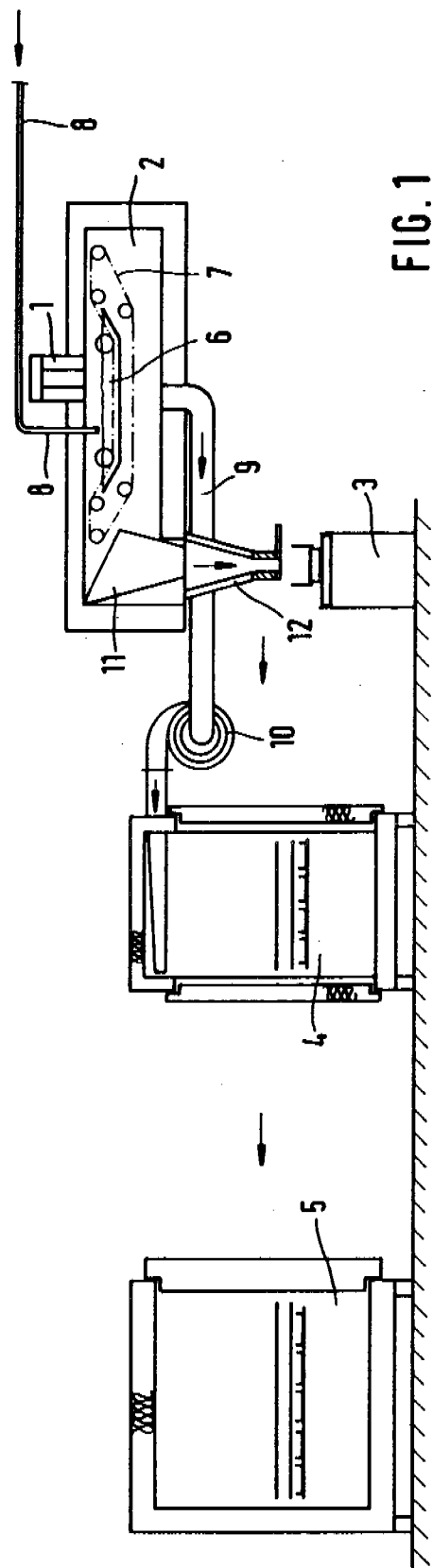
Patenttivaatimukset:

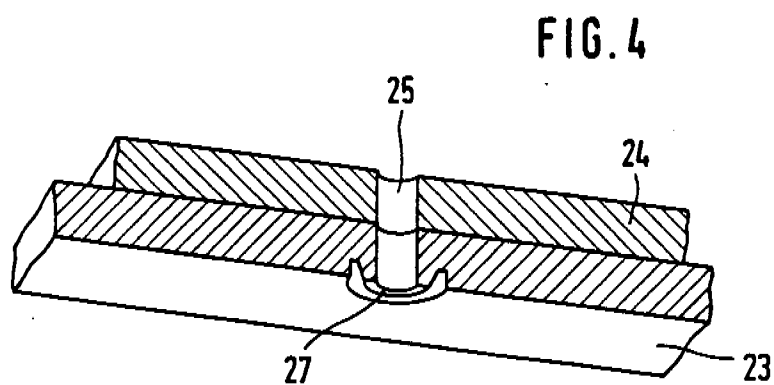
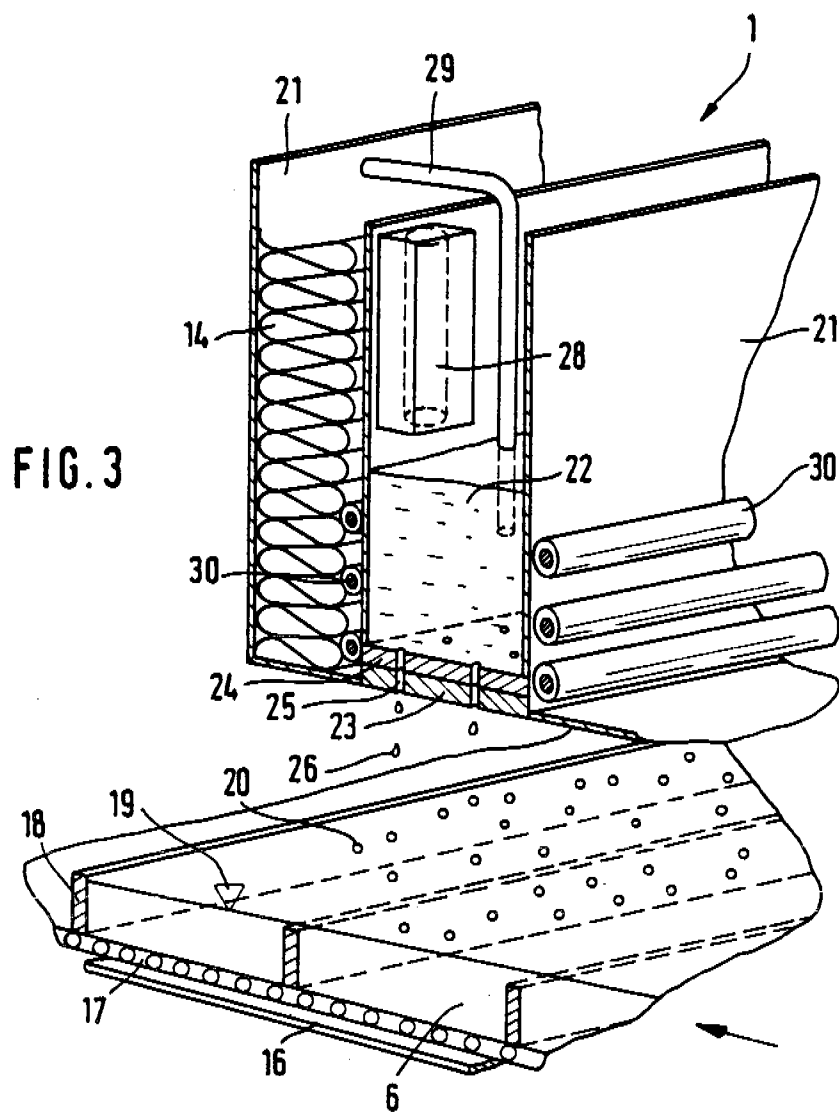
1. Laite sitkasjuoksuisten nesteiden (22) ohjauksi jäädyttämiseksi matalalla kiehuvan nesteytetyn kaa-
5 sun avulla, jolla laitteella nesteestä muodostetaan pisaroita (26) ja pisarat jäädytetään nestemäisestä tyydestä muodostuvassa kylvyssä pelleteiksi, t u n n e t t u kylvyn yläpuolelle jäädytettävän nesteen (22) vastaanottamiseksi sovitetusta säiliöstä (21), jonka pohja
10 muodostuu kahdesta porauksilla (25) varustetusta toistensa suhteen siirrettävästä pisaralevystä (23, 24).

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että kylvyn pinnan puoleiset alemman pisaralevyn porauksien reunat on muodostettu katkaisureunoina (27).

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen laite, t u n n e t t u välineistä nesteen korkeuden säiliössä pitämiseksi vakiona.

4. Jonkin patenttivaatimuksista 1-3 mukainen laite, t u n n e t t u säilötä ympäröivästä kuumennusnauhasta (30) nesteen lämpötilan pitämiseksi vakiona.





TUTKIMUSRAPORTTI

PATENTTIHAK.NRO 881276	LUOKKA B 01 J 2/06	TUTKIJA PRH	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <th colspan="4" style="text-align: left; padding: 2px;">TUTKIMUSTUL. SAATU</th> </tr> <tr> <td style="padding: 2px;">DE</td> <td style="padding: 2px;">EP</td> <td style="padding: 2px;">NO</td> <td style="padding: 2px;">US</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center; padding: 2px;">x</td> <td style="text-align: center; padding: 2px;">x</td> <td style="text-align: center; padding: 2px;">x</td> <td style="text-align: center; padding: 2px;">x</td> </tr> </table>	TUTKIMUSTUL. SAATU				DE	EP	NO	US	x	x	x	x																																																																																																																																																																																																																																												
TUTKIMUSTUL. SAATU																																																																																																																																																																																																																																																											
DE	EP	NO	US																																																																																																																																																																																																																																																								
x	x	x	x																																																																																																																																																																																																																																																								
TUTKITUT LUOKAT	TUTKITUT MAAT FI SE NO DK CH DE WO EP GB US			TUTK. KESK. *)																																																																																																																																																																																																																																																							
B 01 J 2/00-06 F25D 3/10,11;25/00	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 5%; text-align: center; padding: 2px;">X</td> <td style="width: 5%;"></td> <td style="width: 5%;"></td> <td style="width: 5%;"></td> <td style="width: 5%;"></td> <td style="width: 5%;"></td> <td style="width: 5%;"></td> <td style="width: 5%;"></td> <td style="width: 5%;"></td> <td style="width: 5%;"></td> <td style="width: 5%;"></td> <td style="width: 5%;"></td> <td style="width: 5%;"></td> </tr> <tr> <td style="text-align: center; padding: 2px;">X</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> </table>			X													X																																																																																																																																																																																																																																										
X																																																																																																																																																																																																																																																											
X																																																																																																																																																																																																																																																											
PATENTTIVIRASTOJEN JULKAISUT	LUOKKA	HUOM!																																																																																																																																																																																																																																																									
1) DE A 3116914 2) US A 3777988 3) 4) 5) 6) 7) 8) 9)	B 01 J 2/06 B 05 b 1/14																																																																																																																																																																																																																																																										
*) TUTKIMUS KESKEYTETTY ESTEEN LÖYTYMISEN TAKIA KÄÄNNÄ!																																																																																																																																																																																																																																																											

[illegible]