

12 **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: **89102398.8**

51 Int. Cl.4: **F26B 5/06**

22 Anmeldetag: **11.02.89**

30 Priorität: **27.02.88 DE 3806299**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
06.09.89 Patentblatt 89/36

84 Benannte Vertragsstaaten:
CH DE FR GB IT LI

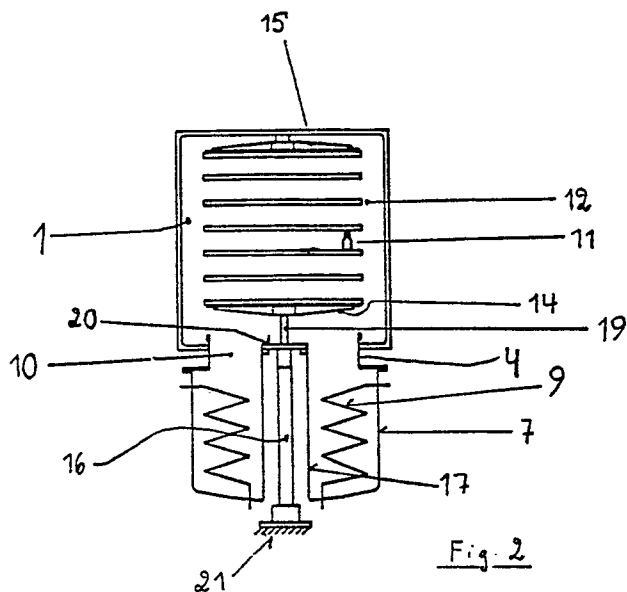
71 Anmelder: **MARTIN CHRIST**
GEFRIERTROCKNUNGSANLAGEN GMBH
An der unteren Söse
D-3360 Osterode(DE)

72 Erfinder: **Christ, Martin**
Im Strange 79
D-3360 Osterode(DE)

74 Vertreter: **Sobisch, Peter, Dipl.-Ing. et al**
Patentanwälte Dipl.-Inge. Röse, Kosel &
Sobisch Odastrasse 4a Postfach 129
D-3353 Bad Gandersheim 1(DE)

54 **Anlage zur Sublimationstrocknung von Stoffen.**

57 Bei einer bekannten Anlage zur Sublimations-
trocknung von Stoffen steht eine Kondensatorkam-
mer über eine ein Ventil enthaltende Verbindungslei-
tung mit einer Trocknungskammer in Verbindung.
Innerhalb der Trocknungskammer befindet sich ein
Verschiebemechanismus zum vakuumdichten Ver-
schließen von die Trocknungssubstanz enthaltenden
Gefäßen nach vollendeter Trocknung. Von Nachteil
bei dieser bekannten Anlage ist neben einem großen
Bauvolumen die Tatsache, daß für das Ventil einer-
seits und den Verschiebemechanismus andererseits
getrennte Antriebe erforderlich sind. Bei einer erfin-
dungsgemäßen Anlage sind die Antriebe für den
Verschiebemechanismus und das Ventil konstruktiv
zusammengefaßt und die sich hierbei ergebende
Antriebseinrichtung baulich in die Kondensatorkam-
mer integriert. Neben einer raumsparenden Bauwei-
se ergibt sich aufgrund der erwähnten Zusammen-
fassung eine einfachere Konstruktionsform.



EP 0 330 890 A2

Anlage zur Sublimationstrocknung von Stoffen

Die Erfindung bezieht sich auf eine Anlage entsprechend dem Oberbegriff des Anspruchs 1.

Bei der Sublimationstrocknung, die bei temperaturempfindlichen Substanzen, beispielsweise in der pharmazeutischen, biochemischen und Nahrungsmittelindustrie Anwendung findet, liegt die durch den Trocknungsvorgang abzutrennende Komponente eines Stoffes im festen bzw. gefrorenen Zustand vor und wird unmittelbar in den Dampfzustand überführt. Bei einer Reihe von praktisch eingesetzten Ausführungsbeispielen derartiger Anlagen steht eine der Trocknungssubstanz beschickte Trocknungskammer über eine ein Ventil enthaltende Verbindungsleitung mit einer Kondensatorkammer in Verbindung, die ihrerseits mit einem an eine Kältemaschine angeschlossenen Eiskondensator sowie einem Vakuumherzeuger in Verbindung steht.

Die durch das Ventil gegebene Trennmöglichkeit von Trocknungs- und Kondensatorkammer dient der Verhinderung des Eintretens von Dämpfen in die Trocknungskammer während eines Abtauvorganges sowie der Feststellung des Trocknungsendes über den Verlauf des Druckanstiegs. Bei geschlossenem Ventil steigt der Druck in der Trocknungskammer so lange an, wie noch Wasserdampf anfällt. Nachteilig bei dieser bekannten Anlage ist, daß die das Ventil enthaltende Verbindungsleitung eine erhebliche Verengung des für die Abführung der sublimierten Dämpfe zur Verfügung stehenden Strömungsquerschnitts bildet. Der hierdurch bedingte Druckverlust beeinflusst einerseits die für das Erreichen eines bestimmten Trocknungsgrades erforderliche Trocknungszeit und begrenzt andererseits das in der Trocknungskammer erzielbare Vakuum. Ferner kann die vollständige Sublimation einer Lösung nur bei Temperaturen unterhalb deren jeweiliger eutektischer Temperatur nämlich der Temperatur einer maximalen Gefrierpunktniedrigung bzw. dem dieser entsprechenden hohen Vakuum durchgeführt werden.

Die Trocknungssubstanz befindet sich üblicherweise innerhalb der Trocknungskammer in Gefäßen bzw. Fläschchen, auf die ein sogenannter Vakuumstopfen aufgesetzt ist. Letzterer ermöglicht im lose aufgesetzten Zustand in der Trocknungsphase das Entweichen von Dämpfen und im fest eingedrückten Zustand ein vakuumdichtes Verschließen der Fläschchen. Durch einen entsprechenden, in der Trocknungskammer angeordneten Verschiebemechanismus können diese Fläschchen oder sonstige Gefäße somit innerhalb der Trocknungskammer nach Vollendung des Trocknungsvorgangs vakuumdicht verschlossen werden. Ein derartiger Verschiebemechanismus kann beispielsweise derart

beschaffen sein, daß mehrere übereinander angeordnete Stellplatten durch einen besonderen Antrieb betätigt werden, und zwar dahingehend, daß die auf den Stellplatten befindlichen Fläschchen durch Betätigen des Antriebs nach Vollendung des Trocknungsvorganges in dem beschriebenen Sinne verschlossen werden. Von Nachteil bei dieser bekannten Ausführungsform ist ferner, daß zwei Antriebssysteme insgesamt erforderlich sind, nämlich einerseits für den genannten Verschiebemechanismus und andererseits für das Ventil. Aufgrund der Anordnung der Kondensatorkammer ist letztere darüber hinaus sowohl für Reinigungs- als auch für Inspektionszwecke schlecht zugänglich. Schließlich ergibt sich aus der Gesamtanordnung der Vorrichtung auch ein verhältnismäßig großes Bauvolumen.

Es ist die Aufgabe der Erfindung, eine Anlage der eingangs bezeichneten Gattung unter Vermeidung der dem einschlägigen Stand der Technik anhaftenden Nachteile dahingehend auszugestalten, daß deren betriebliche Handhabbarkeit sowie deren Gesamtwirkungsgrad verbessert werden. Gelöst ist diese Aufgabe bei einer gattungsgemäßen Anlage durch die Merkmale des Kennzeichnungs- teils des Anspruchs 1.

Erfindungswesentlich ist, daß der Verschiebemechanismus funktionell und konstruktiv mit dem die Kondensatorkammer von der Trocknungskammer absperrenden Ventil zusammengefaßt ist. Es wird somit lediglich ein Antrieb benötigt, der gleichzeitig der Betätigung des Ventils sowie des genannten Verschiebemechanismus dient. Praktisch konstruktiv kann dies beispielsweise in einfacher Weise dadurch erreicht werden, daß eine Druckplatte, die ansonsten der Verschiebung der Stellplatten zwecks vakuumdichter Verschließung der die Trocknungssubstanz enthaltenden Gefäße bzw. Fläschchen dient, gleichzeitig die Funktion eines "Ventiltellers" übernimmt. Die genannte Begrenzungswandung enthält eine den Abtransport der Dämpfe ermöglichende Verbindungsöffnung, welche im Rahmen der Größe der Fläche der Stellplatten praktisch beliebig groß gemacht werden kann. Hieraus folgt eine erhebliche Verringerung des Druckverlustes der in die Kondensatorkammer gelangenden Dämpfe. Dieses wesentlich geringere Druckgefälle zwischen den genannten Kammern bringt unter anderem den Vorteil mit sich, daß auch solche Trocknungssubstanzen in der erfindungsgemäßen Anlage behandelt werden können, welche die Einstellung eines hohen Vakuums erforderlich machen. Es ist die Trocknungskammer mit einer Öffnung zur Einbringung der Trocknungssubstanz versehen, woraus sich bei gegebener Größe der genannten Verbindungsöffnung darüber hinaus der

Vorteil einer guten Zugänglichkeit der Kondensatorkammer für Reinigungs- und Beobachtungszwecke ergibt. Ein weiterer Vorteil liegt in dem verbesserten Wirkungsgrad des Kondensators und damit der Möglichkeit der Verwendung einer kleineren Kältemaschine. Schließlich bringt diese weitgehende räumliche Zusammenfassung von Kondensator- und Trocknungskammer auch eine kompakte raumsparende Bauweise mit sich.

Die Merkmale der Ansprüche 2 bis 5 sind auf weitere vorteilhafte, im wesentlichen ein geringes Bauvolumen bezweckende Konstruktionsvarianten gerichtet.

Die Erfindung wird im folgenden unter Bezugnahme auf die in den Zeichnungen dargestellten Ausführungsbeispiele näher erläutert werden. Es zeigen:

Fig. 1 eine Schnittdarstellung einer ersten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Anlage;

Fig. 2 und 3 Konstruktionsvarianten, betreffend die Abstützung der der erfindungsgemäßen Anlage zugeordneten Antriebseinrichtung;

Fig. 4 ein Ausführungsbeispiel mit im oberen Bereich der Anlage befestigter Antriebseinrichtung;

Fig. 5, 6 Konstruktionsvarianten von erfindungsgemäßen Anlagen mit einheitlichem Gehäuse, die zwecks Bildung von Kondensator- und Trocknungskammern räumlich unterteilt sind.

Mit 1 ist in Fig. 1 eine Trocknungskammer bezeichnet, in deren Bodenbereich 2 eine Öffnung 3 angeordnet ist. Die Trocknungskammer 1 ist für einen diskontinuierlichen Betrieb eingerichtet und mit einer zeichnerisch nicht dargestellten verschließbaren Öffnung zum Einbringen der Trocknungssubstanz bzw. zur Entnahme der getrockneten Substanz versehen.

In die Öffnung 3 hinein ragt das Ende eines zylindrischen Bauteils 4, das auf seinem einen, der Trocknungskammer abgekehrten Ende einen Flansch 5 trägt und dessen anderes Ende mit einer umlaufenden Dichtung 6 ausgerüstet ist, deren Bedeutung im folgenden noch zu erläutern sein wird.

An dem Flansch 5 ist eine Kondensatorkammer 7, die an ihrem oberen Ende einen Flansch 8 trägt, beispielsweise durch Schweißung befestigt. Die Kondensatorkammer 7 kann beispielsweise als rotationssymmetrisches Gefäß ausgebildet sein und steht mit einem zeichnerisch nicht dargestellten Vakuumerzeuger in Verbindung.

Mit 9 sind Wärmetauscher bezeichnet, die im Rahmen der Erfindung als Eiskondensatoren fungieren, so daß innerhalb dieser ein Kältemittel strömt. Die Eiskondensatoren 9 stehen mit einer zeichnerisch ebenfalls nicht dargestellten Kältemaschine in Verbindung. Man erkennt aus der vorangegangenen Darstellung, daß durch das zylindrische Bauteil 4 ein Verbindungskanal 10 zwischen

der Kondensatorkammer 7 einerseits und der Trocknungskammer andererseits gebildet wird.

Die Trocknungssubstanz ist in dem gezeigten Ausführungsbeispiel in Fläschchen 11 aufgenommen, die oberseitig durch einen an sich bekannten Gefriertrocknungs- oder Vakuumstopfen verschlossen sind. Diese Stopfen haben die Eigenschaft, daß im lose aufgesetzten Zustand ein Entweichen von Dampf aus der Trocknungssubstanz ermöglicht wird, daß hingegen im eingedrückten Zustand des Stopfens die Fläschchen 11 vakuumdicht verschlossen werden.

Innerhalb der Trocknungskammer 1 befinden sich eine Reihe von übereinander angeordneten, untereinander im wesentlichen gleichartig beschaffenen Stellplatten 12, die in eine, in der Zeichnung nicht näher dargestellte Führungs- bzw. Verschiebeeinrichtung eingesetzt sind und in dieser in Richtung der Pfeile 13 verschiebbar sind. Die Stellplatten 12, die in an sich bekannter Weise temperiert ausgestaltet bzw. angeordnet sind fungieren - mit Ausnahme der obersten - als Aufstandflächen für die Fläschchen 11. Man erkennt, daß der Verbindungskanal 10 hinsichtlich seiner Querschnittsabmessungen die Breite bzw. die entsprechenden Abmessungen der Stellplatten 12 erreichen kann.

Mit 14, 15 sind jeweils eine gegenüber der Trocknungskammer bewegliche und eine an der oberen Wandung innenseitig fest angebrachte Druckplatte bezeichnet. Beide Druckplatten haben in etwa gleiche Abmessungen.

Die bewegliche Druckplatte 14 dient zum Verschieben der Stellplatten 12 in Richtung der Pfeile 13 und wirkt demzufolge mit einer besonderen Antriebseinrichtungen 16 zusammen. Die Antriebseinrichtungen 16, die beispielsweise aus einer beidseitig mit einem Druckmittel beaufschlagbaren Kolben-Zylinder-Einheit bestehen kann, ist in einem, sich coaxial zu der Kondensatorkammer 7 innerhalb dieser erstreckenden Aufnahmerohr 17 angeordnet. Das an seinem unteren Ende 18 offene Aufnahmerohr wird an seinem oberen Ende - von einer dichtenden Durchführung für eine Schubstange 19 abgesehen - durch eine Abschlußplatte 20 verschlossen. Die Schubstange 19 ist an der Unterseite der beweglichen Druckplatte 14 befestigt, so daß durch Betätigung der Antriebseinrichtung 16 die Druckplatte 14 in Richtung der Pfeile 13 bewegbar ist.

In der Zeichnung ist die Druckplatte 14 in einer ausgefahrenen Position und in einer Position 14' gezeichnet, in welcher durch die Druckplatte 14 in Verbindung mit der umlaufenden Dichtung 6 der Verbindungskanal 10 geschlossen ist. Falls die Stellplatten 12 keine Fläschchen 11 tragen, kann dementsprechend die Druckplatte 14 so weit ausgefahren werden, bis sämtliche Stellplatten 12 - einander berührend - an der oberen fest angeord-

neten Druckplatte 15 anliegen.

Im praktischen Betrieb der erfindungsgemäßen Anlage werden die, die zu trocknende Substanz in fester Form enthaltenden Fläschchen 11 mit lose aufgesetzten Vakuumstopfen auf die Stellplatten 12 gesetzt, die zu diesem Zweck in eine entsprechende Abstandsposition zueinander überführt worden sind. Die zu trocknende Substanz besteht in dieser Betriebsphase üblicherweise aus einem Gemenge fester Stoffe, deren eine Komponente die zu sublimierende Substanz darstellt. Bei dieser Komponente kann es sich beispielsweise um Wasser im gefrorenen Zustand handeln. Mittels des nicht dargestellten Vakuumerzeugers wird an schließend das der Sublimationsdruckkurve entsprechende Vakuum in dem Gesamtsystem, bestehend aus Trocknungskammer 1 und Kondensatorkessel 7 eingestellt, woraufhin die genannte feste Substanz aus dem Fläschchen 11 heraus verdampft und über den Verbindungskanal 10 in die Kondensatorkammer 7 gelangt. In dieser findet eine Kondensation des Dampfes an den entsprechenden Niederschlagsflächen des Eiskondensators 9 statt, dessen Kältemittel entsprechend diesem Kondensationsvorgang gewählt und konditioniert ist. Durch eine Messung des Druckverlaufs in der Trocknungskammer 1 nach Schließung des Verbindungskanals 10 mittels der beweglichen Druckplatte 14 kann in an sich bekannter Weise das Trocknungsende bestimmt werden. Aus Gründen der zeichnerischen Übersichtlichkeit ist jedoch auf eine Darstellung entsprechender, an sich bekannter Druckmeßeinrichtungen verzichtet worden.

Nach vollendetem Trocknungsvorgang kann mittels der Antriebseinrichtung 16 durch Zusammenschieben der Stellplatten 12 ein Eindringen der Vakuumstopfen in die Fläschchen 11 und damit ein vakuumdichtes Verschließen letzterer erreicht werden.

Man erkennt aus der vorangegangenen Darstellung, daß bei der erfindungsgemäßen Anlage aufgrund der räumlichen Zusammenfassung bzw. Anordnung von Kondensatorkammer 7 und Trocknungskammer 1 ein großer Durchströmquerschnitt in dem Verbindungskanal 10 zur Verfügung steht. Hierdurch kann ein niedriges Druckgefälle für eine Strömung von der Trocknungskammer 1 in den Kondensatorkessel 10 erreicht werden, so daß die erfindungsgemäße Vorrichtung insbesondere zur Durchführung von Gefriertrocknungen bei hohem Vakuum bzw. niedrigen Temperaturen geeignet ist. Die mögliche großzügige Querschnittsbemessung des Verbindungskanals 10 bringt ferner den Vorteil einer guten Zugänglichkeit der Kondensatorkammer zu Reinigungs- und Inspektionszwecken mit sich. Außerdem ergeben sich gute Beobachtungsmöglichkeiten des Kondensatorkessels und zwar sowohl während des Trocknungsvorganges als

auch während des sich anschließenden Abtauvorganges.

Anhand der Fig. 1 sind die wesentlichen Baugruppen der Anlage, so weit sie eine erfindungsspezifische Ausgestaltung erfahren haben, erläutert worden. Deren jeweilige konstruktive Realisierung kann unter Wahrung des grundsätzlichen Konstruktionsprinzips jedoch in praktisch mannigfacher Weise variiert werden.

Anhand der Fig. 2 bis 6, in denen Funktionselemente, die mit denjenigen der Fig. 1 übereinstimmen, auch übereinstimmend beziffert sind, werden im folgenden lediglich beispielhaft einige derartiger Varianten beschrieben werden.

Bei der zeichnerischen Darstellung gemäß Fig. 2 ist die Antriebseinrichtung 16 ihrerseits an einem Fundament 21 abgestützt, auf welches die während ihrer Betätigung entwickelten Hubkräfte übertragen werden. Als Fundament 21 kann praktisch auch jeder Maschinenrahmen fungieren.

Bei dem in Fig. 3 gezeigten Ausführungsbeispiel ist die Kondensatorkammer 7 als unterseitig im wesentlichen geschlossenes Gefäß ausgebildet, wobei die Antriebseinrichtung 16 an ihrem, der Druckplatte 14 abgekehrten Ende nunmehr unmittelbar am Boden 22 der Kondensatorkammer 7 abgestützt ist.

Das Ausführungsbeispiel gemäß Fig. 4 ist dadurch charakterisiert, daß die Antriebseinrichtung 16 nunmehr auf der Oberseite der Trocknungskammer 1 angebracht ist und mit einem System von Stellplatten 12 zusammenwirkt, die ihrerseits mit einem Führungsgestänge 23 untereinander in Verbindung stehen. Den unteren Abschluß des genannten Systems bildet eine Druckplatte 24, der in Verbindung mit der an der genannten oberen Berandung des Kondensatorkessels 7 angebrachten umlaufenden Dichtung 6 eine Ventalfunktion zukommt. Die der unteren Druckplatte 24 am oberseitigen Ende gegenüberliegende Druckplatte 25 ist unmittelbar an der Zugstange 19' der Antriebseinrichtung 16 befestigt. Mittels der Antriebseinrichtung 16 besteht hierbei die Möglichkeit, das ganze System in Richtung der Pfeile 13 senkrecht zu bewegen, wobei in der untersten Stellung die Druckplatte 24 auf der Dichtung 6 aufliegt und so die Verbindung zwischen der Trocknungskammer 1 und der Kondensatorkammer 7 sperrt. Durch Absenken der Druckplatten 24, 25 sowie der Stellplatten 12 können letztere gegeneinander bewegt werden, um - wie oben bereits dargestellt - die Vakuumstopfen der einzelnen Fläschchen 11 in diese einzudrücken.

Auch in diesem Ausführungsbeispiel ist die Kondensatorkammer als im wesentlichen geschlossenes Gefäß ausgebildet, dessen oberes, offenes Ende den Verbindungskanal 10 bildet.

Die vorstehend beschriebenen Ausführungsbei-

spiele sind dadurch gekennzeichnet, daß die Trocknungskammer 1 und die Kondensatorkammer 7 als räumlich voneinander getrennte bzw. trennbare Bauteile ausgestaltet sind.

Gemeinsam ist den Ausführungsbeispielen entsprechend den Fig. 5 und 6, daß jeweils eine Trocknungskammer 26 und eine Kondensatorkammer 27 innerhalb eines gemeinsamen, hier zylindrischen Gefäßes 28 untergebracht sind. Hierbei erfolgt eine Abgrenzung zwischen der Trocknungskammer und der Kondensatorkammer durch eine Trennwand 29, die in das Gefäß 28 eingesetzt ist und in ihrem mittleren Bereich eine Öffnung 30 aufweist. Gemäß Fig. 5 ist die Antriebseinrichtung 16 im unteren Bereich des Gefäßes 28 befestigt, so daß deren Schubstangen 19 die Kondensatorkammer 27 durchdringt. Innerhalb der Trocknungskammer 26 befindet sich ein den Ausführungsbeispielen der Fig. 1 bis 3 entsprechendes System von Stellplatten 12, dessen untere Druckplatte 14 an der Schubstange 19 befestigt ist und in Verbindung mit der Öffnung 30 sowie der diese umgebenden Dichtung 31 eine Ventilfunktion erfüllt. Es ist demzufolge die der Druckplatte 14 an oberen Ende des Systems gegenüberliegende Druckplatte 15 fest an der Innenwandung des Gefäßes 28 angebracht. Die Wirkungsweise und der Gebrauch dieser Anlage gemäß Fig. 5 entspricht im übrigen den Ausführungsbeispielen der Fig. 1 bis 3, so daß auf eine wiederholte Beschreibung verzichtet wird.

Gemäß Fig. 6 ist die Antriebseinrichtung 16 am oberen Bereich des Gefäßes 28 angeordnet, so daß ein Gestänge 23 entsprechend dem Ausführungsbeispiel der Fig. 4 vorgesehen ist, in welchem die Stellplatten 12 geführt sind. Die Verknüpfung zwischen dem System der Stellplatten 12 einerseits und der Antriebseinrichtung 16 andererseits erfolgt über eine obere Druckplatte 25, die an der Zugstange 19' der Antriebseinrichtung 16 befestigt ist. Entsprechend dem Ausführungsbeispiel gemäß Fig. 4 übernimmt eine untere Druckplatte 24, welche auf die Öffnung 30 in der Trennwand 29 absenkbar ist, eine Ventilfunktion. Im übrigen entspricht die Wirkungsweise und der Gebrauch dieser Anlage gemäß Fig. 6 derjenigen gemäß Fig. 4.

Ansprüche

Anlage zur Sublimationstrocknung, bestehend zumindest aus einer Trocknungskammer (1,26), die über eine sperrbare Verbindungsöffnung (10,30) mit einer Kondensatorkammer (7,27) zusammenwirkt, wobei die Kondensator- und die Trocknungskammer (7,27;1,26) eine gemeinsame Begrenzungswandung aufweisen, innerhalb welcher die sperrbare Verbindungsöffnung (10,30) angeordnet ist, wobei innerhalb der Trocknungskammer (1,26)

zumindest eine verschiebbar angeordnete Druckplatte (14,24) vorgesehen ist, der ein System von zueinander parallelen, horizontal verlaufenden Stellplatten (12) zugeordnet ist, die jeweils der Aufnahme von durch Vakuumstopfen verschließbare, die zu trocknende Substanz enthaltenden Fläschchen (11) dienen und durch Verschiebung der Druckplatte (14,25) zum gasdichten Verschließen der Fläschchen (11) aufeinander zu bzw. voneinander fort bewegbar sind und wobei für die Druckplatte (14,24) eine Antriebseinrichtung (16) vorgesehen ist, dadurch gekennzeichnet, daß die Verbindungsöffnung (10,30) mittels der Druckplatte (14,24) verschließbar ist.

2. Anlage nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Antriebseinrichtung (16) im wesentlichen innerhalb der Kondensatorkammer (7,27) angeordnet ist.

3. Anlage nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Antriebseinrichtung (16) im wesentlichen innerhalb eines sich in der Kondensatorkammer (7,27) erstreckenden Aufnahmerohres (17) angeordnet ist.

4. Anlage nach einem der vorangegangenen Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Antriebseinrichtung (16) an einer Wandung der Kondensator- oder der Trocknungskammer (7,27;1,26) abgestützt ist.

5. Anlage nach einem der vorangegangenen Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Antriebseinrichtung (16) außerhalb der Kondensator- oder der Trocknungskammer (7,27;1,26) abgestützt ist.

