(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) EP 0 777 092 B1

(12) # EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
09.12.1998 Patentblatt 1998/50

(51) Int Cl.[6]: **F26B 5/06**

(21) Anmeldenummer: **96118095.7**

(22) Anmeldetag: **12.11.1996**

(54) **Gefriertrocknungsanlage**

Freeze-drying apparatus

Installation de lyophilisation

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE DK ES FI FR GB IE IT LI NL SE

(30) Priorität: **28.11.1995 DE 19544283**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
04.06.1997 Patentblatt 1997/23

(73) Patentinhaber: **Hof, Hans-Georg**
35075 Gladenbach-Rüchenbach (DE)

(72) Erfinder: **Hof, Hans-Georg**
35075 Gladenbach-Rüchenbach (DE)

(74) Vertreter: **WALTHER, WALTHER & HINZ**
Patentanwälte
Postfach 41 01 45
34063 Kassel (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
GB-A- 2 121 152
US-A- 3 241 250
US-A- 3 280 471
US-A- 3 537 233
US-A- 4 961 273
US-A- 4 993 171

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

EP 0 777 092 B1

Printed by Jouve, 75001 PARIS (FR)

Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Gefriertrocknungsanlage mit einer Druckkammer in der mindestens eine vertikal verfahrbare Platte zur Aufnahme von das Produkt beinhaltenden Gefäßen angeordnet ist, und mit einer an einer Außenwand der Druckkammer gehaltenen, mit den Platten in Wirkverbindung stehenden Verstellvorrichtung zum vertikalen Verfahren der Platten.

Derartige Gefriertrocknungsanlagen werden zum Gefriertrocknen von Lebens- und/oder Arzneimitteln eingesetzt. Diese zu trocknenden Produkte sind zumeist in Gefäße, insbesondere in Flaschen, abgefüllt und werden durch eine Beschickungsöffnung in der Vorderwand der Gefriertrocknungsanlage hindurch auf eine vertikal verfahrbare Platte innerhalb der Druckkammer gestellt. Sobald eine Platte vollständig bestückt ist, wird sie nach oben verfahren und die nächste Platte kann bestückt werden. Nachdem alle Platten beladen sind, wird die Druckkammer gekühlt und dannach wird ein Hochvakuum angelegt. Durch Energiezufuhr wird das Lösungsmittel des Produktes (Wasser, Benzol, Eisessig usw.) in gefrorenem Zustand verdampft.

Das Lösungsmittel und die übrigen Stoffe des Produktes gefrieren bei unterschiedlichen Temperaturen, so daß bei einem gewöhnlichen Gefriertrocknungsprozeß eine Entmischung der einzelnen Materialien stattfindet. Um diese Entmischung zu verhindern, ist bereits vorgeschlagen worden, das Produkt beziehungsweise das das Produkt aufnehmende Gefäß während des Gefriertrocknens in Schwingungen beziehungsweise Vibrationen zu versetzen.

Aus der DE-OS 21 03 526 ist eine kontinuierlich arbeitende, stufenförmig aufgebaute Gefriertrocknungsanlage bekannt, deren tellerförmig ausgebildete Trocknungsfläche vibrierende Bewegungen ausführt, um das zu trocknende Gut durch die Vorrichtung zu transportieren.

Aus der US 3,667,135 ist ebenfalls eine kontinuierlich arbeitende Gefriertrocknungsanlage bekannt, bei der mehrere Tische übereinander hängend auf Rollen gelagert sind. An den Tischen greift eine Vibrationsanlage an, die jeden der Tische in Vibration versetzt. Hier wird das zu trocknende Gut über einen Einfüllstutzen auf den obersten Tisch geleitet und durch die Vibration bis zum Ende des Tisches transportiert, wo es auf den darunterliegenden Tisch fällt usw.

Bei beiden vorgenannten Gefriertrocknungsanlagen handelt es sich um kontinuierlich arbeitende Anlagen, bei denen es nicht möglich ist, in Behältern abgepackte Stoffe gefrierzutrocknen. Auch dient die Vibration der Tische dieser Anlage dem Weitertransport des zu trocknenden Gutes, was bei Behältern mit dem Gefriertrocknungsgut unerwünscht ist.

Davon ausgehend liegt der vorliegenden Erfindung die Aufgabe zugrunde, eine Gefriertrocknungsanlage zu schaffen, bei der es möglich ist, das in einem Gefäß befindliche Produkt in Schwingungen oder Vibrationen zu versetzen.

Als technische Lösung dieser Aufgabe wird erfindungsgmäß vorgeschlagen, eine Gefriertrocknungsanlage der eingangs genannten Art dahingehend weiterzubilden, daß die Verstellvorrichtung und die Platten gegenüber der Druckkammer vibrierbar gelagert sind, und daß an der Verstellvorrichtung ein Vibrator angebracht ist, durch den die Platten in Vibration versetzbar ist, während die Druckkammer in Ruhe verbleibt, wobei die Verstellvorrichtung auf mehreren Schwingmetallen oder Federn an der Außenwand der Druckkammer gehalten ist.

Eine nach dieser technischen Lehre ausgeführte Gefriertrocknungsanlage hat den Vorteil, daß nicht die gesamte, schwere Druckkammer, sondern lediglich die Platte beziehungsweise die Platten und die Verstellvorrichtung in Schwingungen, beziehungsweise in Vibrationen versetzt werden. Hierdurch ist die zu vibrierende Masse sehr viel geringer, so daß der einzusetzende Vibrator mit sehr viel weniger Leistung auskommt. Dabei ist die Platte eine kühlbare Stellfläche zur Aufnahme des zu bearbeitenden Produktes.

Durch die Anbringung der Verstellvorrichtung auf mehreren Schwingmetallen, Federn oder dergleichen wird es möglich, die Verstellvorrichtung relativ zur Druckkammer zu bewegen, so daß die Verstellvorrichtung und somit auch die Platten unabhängig von der Druckkammer schwingen beziehungsweise vibrieren können.

In einer, bevorzugten Ausführungsform wird die Verstellvorrichtung durch Führungsstifte in einer vorbestimmten Position gehalten. Nachdem die Verstellvorrichtung beweglich gegenüber der Druckkammer gelagert ist, wird durch die Führungsstifte die Bewegungsfreiheit der Verstellvorrichtung begrenzt. Diese Führungsstifte erlauben eine Bewegung der Verstellvorrichtung in Verstellrichtung und begrenzen die Bewegungsfreiheit der Verstellvorrichtung in den anderen Richtungen.

Damit die Verstellvorrichtung sich nicht beliebig weit von der Druckkammer entfernen kann, und damit ein definiertes Verstellen der Platten möglich bleibt weisen die Führungsstifte Wegbegrenzer auf, die die Bewegungsfreiheit der Verstellvorrichtung in Verstellrichtung begrenzen.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform ist zwischen der Verstellvorrichtung und den Führungsstiften ein für die Vibration ausreichendes Spiel vorgesehen. Dieses Spiel, beziehungsweise dieser Freiraum, zwischen der Verstellvorrichtung und den Führungsstiften erlaubt es der Verstellvorrichtung, in begrenztem Maße Schwingungen oder Vibrationen auszuüben, und diese auf die Platten zu übertragen. Dabei hängt die Stärke der Schwingungen beziehungsweise Vibrationen von der Größe des Abstandes beziehungsweise des Spieles ab.

In einer anderen, besonders bevorzugten Ausführungsform versetzt der Vibrator die Platten in hoch- oder

niederfrequente Vibrationen.

In einer noch anderen Ausführungsform ist die Frequenz des Vibrators stufenlos einstellbar.

Je nach Beschaffenheit des zu bearbeitenden Produktes kann es notwendig sein, unterschiedliche Frequenzen zur Vibration einzusetzen. Folglich ist es vorteilhaft, die Frequenz der Schwingungen je nach Anwendungsfall individuell einstellen zu können.

In einer ganz besonders bevorzugten Ausführungsform weist die Verstellvorrichtung ein Weg-Meß-System auf. Hierdurch ist es möglich, die Postition der einzelnen Platten und den Abstand der Platten voneinander zu bestimmen. Dies ist dann vorteilhaft, wenn die einzelnen, sich auf den Platten befindlichen Flaschen nach Abschluß des Gefriertrocknungsprozesses verschlossen werden sollen.

Das Verschließen der Flaschen erfolgt dadurch, daß durch vertikales Verstellen der Platten der Abstand zweier benachbarter Platten verkleinert wird. Befinden sich nun die Flaschen noch auf den Platten, so werden die auf den Flaschen befindlichen Deckel oder Stopfen durch die darüberliegende Platte ein die Flasche hineingedrückt, so daß diese dadurch verschlossen wird. Beim anschließenden Auseinanderziehen der Platten kann es aufgrund der Saugwirkung passieren, daß einige Flaschen mit ihren Stopfen an der darüberliegenden Platte haften bleiben.

Durch das Weg-Meß-System ist es nunmehr möglich, zwei benachbarte Platten nach dem Verschließen der Flaschen um etwa 10 mm auseinanderzuziehen, und durch Vibrieren der oberen Platte dafür zu sorgen, daß die anhaftenden Flaschen sich lösen und auf die darunterliegende Platte fallen. Hierdurch wird das Entleeren der Platten nach abgeschlossenem Gefriertrocknungsprozeß deutlich erleichtert.

Weitere Vorteile der erfindungsgemäßen Vorrichtung ergeben sich aus der Beschreibung der Ausführungsform und der beigefügten Zeichnung. Ebenso können die vorstehend genannten und die noch weiter aufgeführten Merkmale jeweils einzeln oder in beliebigen Kombinationen miteinander verwirklicht werden. Die erwähnte Ausführungsform hat lediglich beispielhaften Charakter und begrenzt den Rahmen der Erfindung nicht. Die bevorzugte Ausführungsform ist in der Zeichnung dargestellt und wird im folgenden näher erläutert.

Figur 1 zeigt eine geschnittene Seitenansicht einer Aufführungsform einer erfindungsgemäßen Gefriertrocknungsanlage.

Die Figur der Zeichnung zeigt den erfindungsgemäßen Gegenstand teilweise stark schematisiert und ist nicht maßstäblich zu verstehen. Dabei sind die Gegenstände der Figur teilweise stark überproportional vergrößert dargestellt, damit ihr Aufbau besser gezeigt werden kann.

Die in der Figur dargestellte Gefriertrocknungsanlage umfaßt eine Druckkammer **2** aus Edelstahl, in der ein Hochvakuum erzeugbar ist. In dieser Druckkammer **2** ist eine Vielzahl von Platten **4** angeordnet, die vertikal verfahrbar sind. Damit beim Be- und Entladen der Druckkammer **2** keine unnötige Kälte verlorengeht, ist in einer nicht dargestellten Vorderwand der Druckkammer **2** eine schmale, längliche Beschickungsöffnung vorgesehen, die mit einer nicht dargestellten Tür verschließbar ist. Um zu erreichen, daß sich die jeweils zu beladende Platte **4** in Höhe der Beschickungsöffnung befindet, sich die Platten **4** vertikal verstellbar. Dabei befindet sich die oberste Platte **4** genau in Höhe der Beschickungsöffnung, wenn sämtliche Platten **4** zusammengeschoben sind. Sobald die oberste Platte **4** vollständig bestückt ist, wird diese durch eine außerhalb der Druckkammer **2** angebrachte Verstellvorrichtung **6** solange nach oben gezogen, bis sich die darunterliegende Platte **4** in Höhe der Beschickungsöffnung befindet und so fort.

Die einzelnen Platten **4** sind mit dem jeweils darüberliegenden Platte **4** durch eine Bolzenschraube **8** verbunden, die nur an den jeweiligen Platte **4** fest montiert ist und an den anderen Platten **4** verschiebbar montiert ist. Der Übersichtlichkeit wegen ist in der Zeichnung nur derjenige Schraubenbolzen **8** dargestellt, der die obersten Platte **4** mit einem darüberliegenden Drucktisch **10** verbindet.

Der Drucktisch **10** ist mit einer Hydraulikstange **12** verbunden, welche durch eine Außenwand **14** der Druckkammer **2** hindurch bis in einen Hydraulikzylinder **16** reicht.

Dieser Hydraulikzylinder **16** ist auf einer Trägerplatte **18** festgeschweißt, welche auf vier Schraubenfedern **20** beweglich an der Außenwand **14** der Druckkammer **2** gelagert ist.

Damit die Verstellvorrichtung **6** mit ihrer Trägerplatte **18**, ihrem Hydraulikzylinder **16** und der Hydraulikstange **12** nicht unkontrolliert umherschwingen kann, ist die Trägerplatte **18** in vier Führungsstiften **22** geführt, welche an der Außenwand **14** der Druckkammer **2** festgeschweißt sind. Dabei ist zwischen der Trägerplatte **18** und dem jeweiligen Führungsstift **22** ein gewisses Spiel **24** ausgebildet, so daß die Verstellvorrichtung **6** im Rahmen dieses Spiels **24** frei vibrieren beziehungsweise umherschwingen kann. Gleiches gilt für eine Öffnung **26** in der Außenwand **14** der Druckkammer **2**, durch die die Hydraulikstange **12** hindurchreicht.

An der Außenseite des Hydraulikzylinders **16** ist ein Vibrator **28** montiert, der elektrisch oder pneumatisch betrieben wird und dessen Frequenz stufenlos einstellbar ist.

Damit durch die Öffnung **26** kein Schmutz in die Druckkammer **2** gelangen kann, und damit die Druckkammer **2** trotz der Öffnung **26** vakuumdicht ist, ist die Hydraulikstange **12** und die Öffnung **26** mit einem Edelstahlmembranfaltenbalg **30** umgeben, der für eine entsprechende Abdichtung sorgt.

In einer nicht dargestellten Ausführungsform können anstelle der vier Federn **20** auch vier Schwingmetalle eingesetzt werden.

Während des Gefriertrocknungsprozesses hängt

der Hydraulikzylinder **16** aufgrund des Gewichts der Platten **14** und der Gefäße **32** frei auf den Federn **20**. Nach dem Aktivieren des Vibrators **28** werden die erzeugten Schwingungen vom Hydraulikzylinder **16** frei über die Hydraulikstange **12** auf den Drucktisch **10** und über die Schraubenbolzen **8** auf die Platten **4** übertragen. Die Frequenz des Vibrators **28** ist dabei frei einstellbar, und es können sowohl hohe, als auch niedrige Frequenzen damit realisiert werden.

Zum Verschließen der einzelnen Gefäße **32** drückt der Hydraulikzylinder **16** über den Drucktisch **10** die einzelnen Platten **4** zusammen, bis jeweils benachbarte Platten **4** an den jeweils dazwischen liegenden Gefäßen **32** anliegen. Sobald dieser Zustand erreicht ist, wird die Verstellvorrichtung **6** entgegen der Kraft der Federn **20** nach oben bewegt, bis die Trägerplatte **18** an einem Wegbegrenzer **34** anliegt. Durch weitere Druckerhöhung im Hydraulikzylinder **16** kann nun eine Verschließkraft auf die einzelnen Gefäße **32** ausgeübt werden.

Nachdem die Gefäße **32** verschlossen sind, wird der Drucktisch **10** um etwa 10 mm angehoben. Durch ein nicht dargestelltes Weg-Meß-System innerhalb der Verstellvorrichtung **6** kann die Position des Drucktisches **10** und der anderen Platten **4** präzise bestimmt werden. Nachdem also der Drucktisch **10** um etwa 10 mm angehoben wurde, wird der Vibrator **28** kurzzeitig eingeschaltet, um eventuell an den Platten **10** haftende Gefäße **32** zu lösen. Dieses Verfahren wird so oft wiederholt, bis sämtliche Gefäße **32** auf sämtlichen Platten **4** frei stehen und problemlos durch die Beschickungsöffnung entnommen werden können.

Bezugszeichenliste

2 Druckkammer
4 Platten
6 Verstellvorrichtung
8 Schraubenbolzen
10 Drucktisch
12 Hydraulikstange
14 Außenwand
16 Hydraulikzylinder
18 Trägerplatte
20 Feder
22 Führungsstift
24 Spiel
26 Öffnung
28 Vibrator
30 Edelstahlmembranfaltenbalg
32 Gefäß
34 Wegbegrenzer

Patentansprüche

1. Gefriertrocknungsanlage mit einer Druckkammer (2), in der mindestens eine vertikal verfahrbare Platte (4) zur Aufnahme von das Produkt beinhaltenden Gefäßen (32) angeordnet ist, und mit einer an einer Außenwand (14) der Druckkammer (2) gehaltenen, mit den Platten (4) in Wirkverbindung stehenden Verstellvorrichtung (6) zum vertikalen Verfahren der Platten (4),
dadurch gekennzeichnet, daß
die Verstellvorrichtung (6) und die Platten (4) gegenüber der Druckkammer (2) vibrierbar gelagert sind, und daß an der Verstellvorrichtung (6) ein Vibrator (28) angebracht ist, durch den die mindestens eine Platte (4) in Vibration versetzbar ist, während die Druckkammer (2) in Ruhe verbleibt, wobei die Verstellvorrichtung (6) auf mehreren Schwingmetallen oder Federn (20) an der Außenwand (14) der Druckkammer (2) gehalten ist.

2. Gefriertrocknungsanlage nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, daß
die Verstellvorrichtung (6) durch Führungsstifte (22) in einer vorbestimmten Position gehalten ist.

3. Gefriertrocknungsanlage nach Anspruch 2,
dadurch gekennzeichnet, daß
die Führungsstifte (22) Wegbegrenzer (34) aufweisen.

4. Gefriertrocknungsanlage nach wenigstens einem der Ansprüche 2 bis 3,
dadurch gekennzeichnet, daß
zwischen der Verstellvorrichtung (6) und den Führungsstiften (22) ein für die Vibrationen ausreichendes Spiel (24) vorgesehen ist.

5. Gefriertrocknungsanlage nach wenigstens einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, daß
der Vibrator (28) die Platte (4) in hoch- und/oder niederfrequente Vibrationen versetzt.

6. Gefriertrocknungsanlage nach wenigstens einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, daß
die Frequenz, mit der der Vibrator (28) die Platten (4) in Vibrationen versetzt, einstellbar ist.

7. Gefriertrocknungsanlage nach wenigstens einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, daß
die Verstellvorrichtung (6) ein Weg-Meß-System aufweist.

Claims

1. Freeze-drying plant with a pressure chamber (2) having at least one vertically travelling plate (4) to receive the containers (32) filled with the product

and with an adjusting device (6) used for the vertical travelling of the plates (4) which is fastened on an outer wall (14) of the pressure chamber (2) and which is in active relationship with the plates (4),
characterized in that the adjusting device (6) and the plates (4) are arranged in such a way that they may vibrate relative to the pressure chamber (2) and that a vibrator (28) is provided at the adjusting device (6) which may set at least one plate (4) vibrating while the pressure chamber (2) remains still, whereas the adjusting device (6) is mounted on several swing-metal connections or on springs (20) on the outer wall (14) of the pressure chamber (2).

2. Freeze-drying plant according to claim 1,
characterized in that the adjusting device (6) is held in a predetermined position by means of guide pins (22).

3. Freeze-drying plant according to claim 2,
characterized in that the guide pins (22) are provided with path limiters (34).

4. Freeze-drying plant according to at least one of the claims 2 to 3,
characterized in that enough play (24) is provided for the vibrations to take place between the adjusting device (6) and the guide pins (22).

5. Freeze-drying plant according to at least one of the previous claims,
characterized in that the vibrator (28) is setting the plate (4) into high-frequency and/or low-frequency vibrations.

6. Freeze-drying plant according to at least one of the previous claims,
characterized in that the frequency used by the vibrator (28) to set the plates (4) into vibrations is adjustable.

7. Freeze-drying plant according to at least one of the previous claims,
characterized in that the adjusting device (6) is provided with a path-measuring system.

Revendications

1. Installation de lyophilisation avec une chambre sous pression (2) dans laquelle se trouve au moins une plaque (4) mobile en verticale destinée à recevoir les récipients (32) contenant le produit et avec un variateur maintenu à l'une des parois extérieures (14) de la chambre sous pression (2) et se trouvant en liaison active avec les plaques (4), ce qui permet de les bouger verticalement,
caractérisée en ce que le variateur (6) et les plaques (4) sont placés par rapport à la chambre sous pression de façon à pouvoir vibrer, et en ce que le variateur (6) est pourvu d'un vibrateur (28) permettant de faire vibrer la ou les plaques (4) alors que la chambre sous pression (2) reste immobile, le variateur (6) étant maintenu sur plusieurs connexions oscillantes en métal ou sur des ressorts (20) placés sur la paroi (14) de la chambre sous pression (2).

2. Installation de lyophilisation selon la revendication 1,
caractérisée en ce que le variateur (6) est maintenu dans une position prédéterminée par des tenons-guide (22).

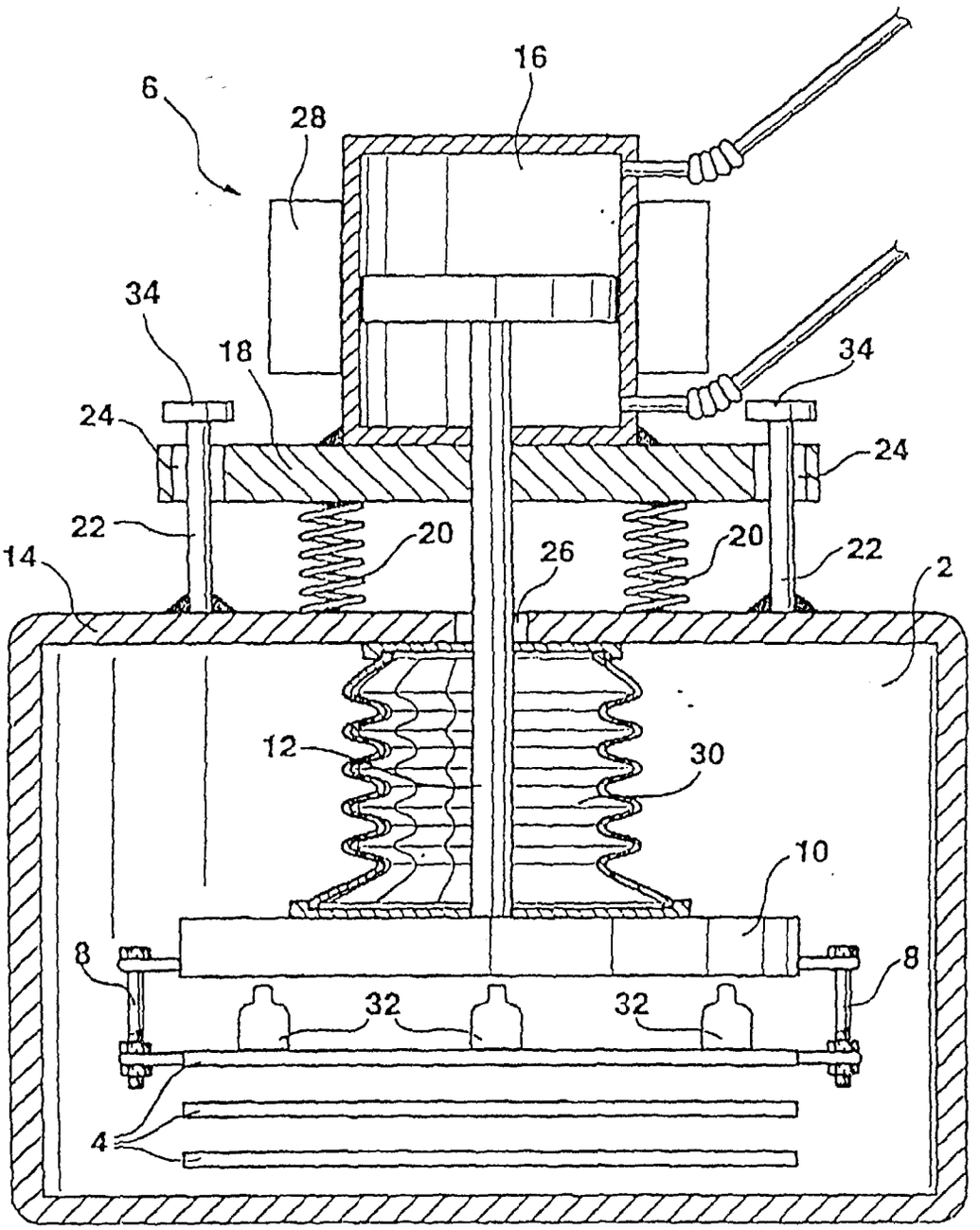
3. Installation de lyophilisation selon la revendication 2,
caractérisée en ce que les tenons-guide (22) sont pourvus de limiteurs de chemin (34).

4. Installation de lyophilisation selon au moins une des revendications 2 à 3,
caractérisée en ce que suffisamment de jeu soit prévu entre le variateur (6) et les tenons-guide (22) pour permettre les vibrations.

5. Installation de lyophilisation selon au moins une des revendications précédentes,
caractérisée en ce que le vibrateur (28) fait entrer la plaque (4) dans des vibrations à haute ou à basse fréquence.

6. Installation de lyophilisation selon au moins une des revendications précédentes,
caractérisée en ce que la fréquence avec laquelle le vibrateur (28) fait vibrer les plaques (4) peut être réglée.

7. Installation de lyophilisation selon au moins une des revendications précédentes,
caractérisée en ce que le variateur (6) est pourvu d'un système de mesurage de chemin.


6
16
28
34
18
34
24
24
22
20
26
20
22
14
2
12
30
10
8
8
32
32
4