

12 **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: 80101637.9

51 Int. Cl.³: **F 17 C 5/00**
F 17 C 11/00, C 10 L 3/04

22 Anmeldetag: 27.03.80

30 Priorität: 30.03.79 DE 2912784

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
15.10.80 Patentblatt 80/21

84 Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE FR NL

71 Anmelder: **Linde Aktiengesellschaft**
Abraham-Lincoln-Strasse 21
D-6200 Wiesbaden(DE)

72 Erfinder: **Meinass, Helmut**
Wacholderstrasse 5A
D-8190 Wolfratshausen(DE)

72 Erfinder: **Sontag, Hans-Jürgen**
Hebelstrasse 13
D-8261 Töging/Inn(DE)

74 Vertreter: **Schaefer, Gerhard, Dr.**
Linde Aktiengesellschaft Zentrale Patentabteilung
D-8023 Hölriegelskreuth(DE)

54 **Verfahren und Vorrichtung zum Füllen einer Druckgasflasche mit einem Lösungsmittel für das zu speichernde Gas und deren Anwendung.**

57 Bei der Entleerung einer Druckgasflasche entweicht mit dem Gas stets auch Lösungsmittel. Zum Nachfüllen wird das Lösungsmittel über ein im Kopfbereich der Druckgasflasche angeordnetes Ventil, das beim Verbrauch als Entnahmeventil für das gespeicherte Gas dient, unter Druck in die Flasche eingebracht. Gerade bei frisch mit Lösungsmittel gefüllten Flaschen kann während der nachfolgenden Entleerung ein erheblicher Teil des Lösungsmittels in flüssiger Form erneut ausgetragen werden. Um diese Gefahr zu vermeiden und eine sichere Gasentnahme zu gewährleisten wird erfindungsgemäß vorgeschlagen, das Lösungsmittel an einer von der Gasentnahmestelle verschiedenen Stelle in die Gasflasche einzubringen.

EP 0 017 173 A1

1

BEZEICHNUNG GEÄNDERT.
siehe Titelseite

5

10

Verfahren und Vorrichtung zum Befüllen einer Druckgas-
flasche mit einem Lösungsmittel für das zu speichernde
Gas

- 15 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Befüllen einer mit einer porösen Masse gefüllten Druckgasflasche mit Lösungsmittel für das zu speichernde Gas, wobei das Lösungsmittel unter Druck in die Flasche eingebracht wird.
- 20 Bei einer Entleerung einer Druckgasflasche, beispielsweise einer mit Aceton als Lösungsmittel gefüllten Acetylenflasche, entweicht mit dem Gas stets eine durch den bei gegebener Temperatur herrschenden Dampfdruck bestimmte Menge an dampfförmigem Lösungsmittel. Gegebenenfalls kann Lösungsmittel so-
- 25 gar in Form von Tropfen die Flasche verlassen. Daher müssen Druckgasflaschen, die nach einer oder mehreren Entleerungen einen nicht mehr tolerierbaren Lösungsmittelverlust aufweisen, in bestimmten Zeitabständen auf Lösungsmittelverluste hin untersucht, d.h. die Fehlmengen durch Wägung ermittelt
- 30 werden. Das Nachfüllen, aber auch das erstmalige Befüllen von mit porösen Massen gefüllten Druckgasflaschen mit Lösungsmittel erfolgt nach bekannten Verfahren so, daß das Lösungsmittel über ein im Kopfbereich der Druckgasflasche angeordnetes Ventil, das beim Verbrauch als Entnahmeventil
- 35 für das gespeicherte Gas dient, unter Druck in die Flasche

1 eingebracht wird. Anschließend verteilt sich das Lösungsmittel im Porenvolumen der porösen Masse. Es wurde festgestellt, daß gerade für frisch mit Lösungsmittel gefüllten Flaschen die Gefahr besteht, daß während der nachfolgenden Entleerung
5 der Flaschen bei sehr hohen Gasentnahmegeschwindigkeiten ein erheblicher Teil des Lösungsmittels in flüssiger Form erneut ausgetragen wird.

Dies kann neben der Notwendigkeit, frühzeitig Lösungsmittel nachfüllen zu müssen, zu einer Beschädigung der Verbraucheranlage durch ein chemisch aggressives Lösungsmittel wie z.B. Dimethylformamid, oder zu einer Gefährdung der Gesundheit des Verbrauchers durch austretendes Lösungsmittel führen.

15 Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum Befüllen einer mit einer porösen Masse gefüllten Druckgasflasche mit Lösungsmittel für das zu speichernde Gas zu entwickeln, aufgrund dessen eine sichere Gasentnahme aus dieser Druckgasflasche gewährleistet ist.

20 Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß das Lösungsmittel an einer von der Gasentnahmestelle verschiedenen Stelle in die Gasflasche eingebracht wird.

25 Es ist festgestellt worden, daß sich die Entnahme von Gasen aus derart mit Lösungsmittel befüllten Druckgasflaschen wesentlich sicherer gestaltet, als bei Flaschen, die über die Gasentnahmestelle mit Lösungsmittel gefüllt worden sind. Bei den nach dem vorgeschlagenen Verfahren befüllten Flaschen
30 tritt nämlich kein oder zumindest deutlich weniger flüssiges Lösungsmittel als bei nach herkömmlichen Verfahren befüllten Flaschen aus. Dadurch gestaltet sich die Handhabung der Flaschen sowohl für den Verbraucher, der sich nicht mehr mit großen Mengen an ausgetretenem, flüssigem Lösungsmittel be-
35 fassen muß, als auch für den Gashersteller, der die Flaschen

1 nunmehr nur noch in größeren Zeitabständen mit Lösungsmittel
befüllen muß, einfacher als bisher.

Der Effekt, daß weniger flüssiges Lösungsmittel aus Flaschen
5 austritt, in die das Lösungsmittel an einer von der Gasent-
nahmestelle verschiedenen Stelle eingebracht worden ist,
kann so erklärt werden: Beim erstmaligen Befüllen oder Nach-
füllen von Lösungsmittel über die Gasentnahmestelle einer
Druckgasflasche, die mit einer porösen Masse gefüllt ist,
10 verteilt sich dieses zunächst in dem der Gasentnahmestelle
benachbarten Teil der porösen Masse. Somit ist der Kopfbe-
reich einer frisch mit Lösungsmittel gefüllten Druckgas-
flasche, in dem sich üblicherweise die Gasentnahmestelle be-
findet, mit Lösungsmittel überladen. Das Lösungsmittel ver-
15 teilt sich erst allmählich über den gesamten Flaschenraum.
Wird nun die mit Druckgas gefüllte Flasche wieder entleert,
kann bei hohen Entnahmegeschwindigkeiten leichter flüssi-
ges Lösungsmittel vom austretenden Gasstrom mitgerissen wer-
den, als z.B. bei Flaschen mit homogener Lösungsmittelver-
20 teilung. Erfindungsgemäß wird die Überladung an Lösungsmit-
tel vom Bereich der Gasentnahmestelle an eine davon ver-
schiedene und möglichst weit entfernte Stelle verlagert. Da
sich das Lösungsmittel nur langsam in der gesamten porösen
Masse des Flaschenraums verteilt, ist beim vorgeschlagenen
25 Verfahren die Neigung, daß bei hohen Entnahmegeschwindigkei-
ten flüssiges Lösungsmittel ausgetragen wird, geringer als
bei herkömmlichen Verfahren. Der Grund dafür ist, daß das
freie Porenvolumen in der porösen Masse in der Nähe der
Entnahmestelle immer größer oder nach längerer Zeit höch-
30 stens gleich dem freien Porenvolumen in der Nähe der Stelle
ist, an der das flüssige Lösungsmittel eingebracht worden
ist. Für das gespeicherte Gas steht daher an der Entnahme-
stelle immer ein großer, freier Strömungsquerschnitt zur
Verfügung, wodurch bei einer bestimmten pro Zeiteinheit
35 entnommenen Gasmenge eine geringere Strömungsgeschwindigkeit

1 und damit eine niedrige Impulsdichte des Gasstroms gegeben
ist.

5 Aus diesem Grund wird nach einer vorteilhaften Ausgestaltung
des Erfindungsgedankens das Lösungsmittel an dem der Gas-
entnahmestelle gegenüberliegenden Ende der Gasflasche ein-
gebracht.

10 Grundsätzlich ist es möglich, das Lösungsmittel in dampf-
förmigem Zustand in die Druckgasflasche einzubringen. Da
die meisten Lösungsmittel bei Umgebungsdruck und -tempera-
tur jedoch in flüssiger Form vorliegen, ist es besonders
einfach, das Lösungsmittel in flüssiger Form in die Gasfla-
schen einzufüllen.

15 In einer zur Durchführung des Verfahrens geeigneten Vor-
richtung besitzt eine mit einer porösen Masse gefüllte
Druckgasflasche in ihrem Kopfbereich eine Entnahmestelle
für Druckgas. An dem der Entnahmestelle gegenüberliegen-
20 den Ende der Druckgasflasche, dem Fußbereich, mündet ein
Anschluß für das Einfüllen von Lösungsmittel in die Flasche.

In einer vorteilhaften Ausgestaltung des Erfindungsgedankens
erstreckt sich ein Kanal von der Anschlußstelle axial in
25 das Flascheninnere. Der Kanal ist mit einer porösen Masse
hoher Durchlässigkeit für das Lösungsmittel gefüllt, so
daß sich das Lösungsmittel im Kanal wesentlich schneller als
in der porösen Masse des Flaschenraumes ausbreiten kann.

30 Das erfindungsgemäße Verfahren läßt sich mit großem Vorteil
bei Druckgasflaschen, z.B. Acetylenflaschen, die mit einer
monolithischen Masse gefüllt sind und in die Aceton oder
Dimethylformamid eingebracht werden soll, anwenden. Diese
porösen, monolithischen Massen besitzen einen hohen Strö-
35 mungswiderstand, weshalb die Verteilung von Lösungsmittel
sehr langsam voranschreitet.

1 Anhand eines schematisch dargestellten Ausführungsbeispiels
soll eine erfindungsgemäße Vorrichtung beschrieben und das
vorgeschlagene Verfahren erläutert werden:

5 Im Kopfbereich 2 einer Acetylenflasche 3 befindet sich ein
Ventil 1, das zur Entnahme von Acetylen dient. Im Fußbe-
reich der Flasche 3 ist ein Ventil 7 für das Einfüllen von
Lösungsmittel angeordnet und mit einer Kappe gesichert. Das
10 Innere der Flasche 3 ist bis auf einen sich axial von dem
zum Einfüllen von Lösungsmittel dienenden Ventil 7 ins
Flascheninnere erstreckenden Kanal 6 mit einer monolithi-
schen Masse 4 ausgefüllt. Zum erstmaligen Befüllen oder
zum Nachfüllen von Lösungsmittel in eine weitgehend von Ace-
tylen geleerte Flasche 3 wird die Kappe über dem Ventil 7
15 abgeschraubt und ein Lösungsmittelfüllschlauch angeschlos-
sen. Mit einer nichtdargestellten Pumpe wird die durch Wä-
gung bestimmte, fehlende Lösungsmittelmenge in die Bohrung
6 eingepreßt, von der sich das Lösungsmittel im Fußbereich
5 der Flasche verteilt. Danach wird das Ventil 7 geschlossen
20 und die Kappe aufgeschraubt. Das Lösungsmittel ist zunächst
hauptsächlich in dem dem Kanal 6 benachbarten Bereich kon-
zentriert und verteilt sich langsam in Richtung des Kopfbe-
reiches 2 der Flasche. Nach Beendigung des Füllvorganges
kann die Flasche, wie üblich, einzeln oder in Bündeln durch
25 das obere Ventil 1 mit Acetylen gefüllt werden. Bei der nach-
folgenden Entnahme von Acetylen über Ventil 1 tritt prak-
tisch kein Lösungsmittel in flüssiger Form aus der Flasche
3 aus.

30

35

1

5

10

Patentansprüche

- 15 1. Verfahren zum Befüllen einer mit einer porösen Masse gefüllten Druckgasflasche mit Lösungsmittel für das zu speichernde Gas, wobei das Lösungsmittel unter Druck in die Flasche eingebracht wird, dadurch gekennzeichnet, daß das Lösungsmittel an einer von der Gasentnahmestelle
20 verschiedenen Stelle in die Gasflasche eingebracht wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Lösungsmittel an dem der Gasentnahmestelle gegenüberliegenden Ende der Gasflasche eingebracht wird.
- 25 3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Lösungsmittel in flüssiger Form eingebracht wird.
- 30 4. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 3, mit einer Druckgasflasche, die mit einer porösen Masse gefüllt ist und im Kopfbereich eine Entnahmestelle besitzt, dadurch gekennzeichnet, daß an dem der Entnahmestelle (1) gegenüberliegenden Ende der
35 Druckgasflasche ein Anschluß (7) für das Einfüllen von Lösungsmittel in die Flasche (3) mündet.

1 5. Vorrichtung nach Anspruch 4, gekennzeichnet durch einen
sich von der Anschlußstelle (7) axial in das Flaschen-
innere erstreckenden Kanal (6), der mit einer porösen
5 Masse hoher Durchlässigkeit für das Lösungsmittel ge-
füllt ist.

6. Anwendung des Verfahrens und der Vorrichtung auf das Be-
füllen von Druckgasflaschen, die mit porösen monolithi-
schen Massen gefüllt sind, mit Aceton oder Dimethylforma-
10 mid.

15

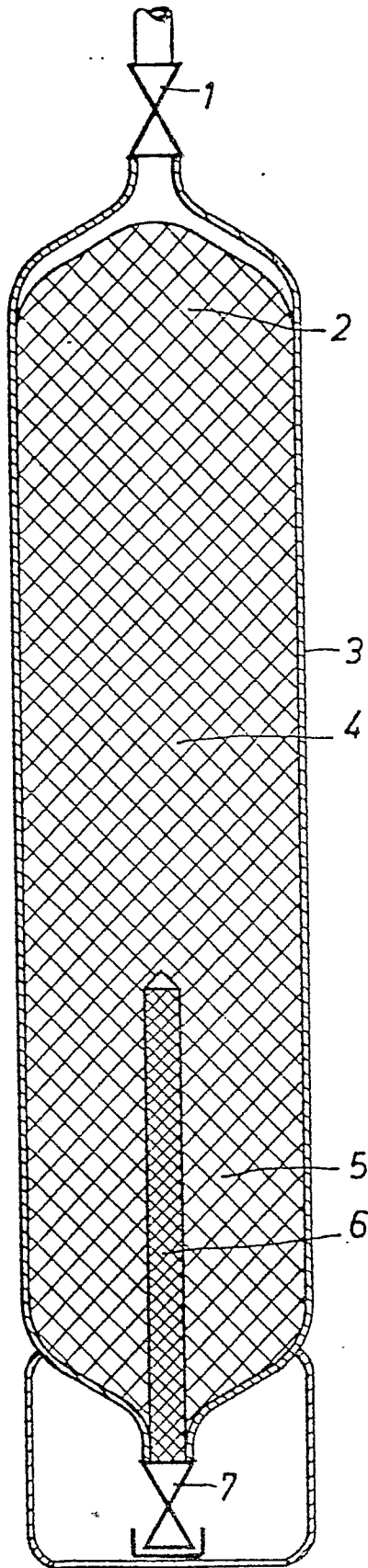
20

25

30

35

1/1





EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 3)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
	<u>FR - A - 2 336 628 (INDUSTRIEGAS)</u> * Seite 1, Zeilen 1-5; Seite 3, Zeile 14 - Seite 4, Zeile 36; Seite 5, Zeile 33 - Seite 7, Zeile 2; Abbildung 1 * --	1,3,5,6	F 17 C 5/00 11/00 C 10 L 3/04
	<u>US - A - 4 023 701 (D.J. DOCKERY)</u> * Zusammenfassung; Abbildungen 1-3; Spalte 2, Zeile 52 - Spalte 3, Zeile 63 * --	1,2,4	
	<u>US - A - 3 831 147 (J.J. KLEINE)</u> * Abbildung 5 * ----		F 17 C 5/00 5/02 5/06 11/00 C 10 L 3/04
A			
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 3)
			KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE
			X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: kollidierende Anmeldung D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument &: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument
X	Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.		
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	08-07-1980	SIEM	