11 Veröffentlichungsnummer:

0 031 438 A2

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 80107118.4

(f) Int. Cl.³: **B 01 L 3/00**, B 01 L 3/02,

B 65 D 85/84

2 Anmeldetag: 17.11.80

30 Priorität: 21.12.79 DE 2951667

Anmelder: Merck Patent Gesellschaft mit beschränkter Haftung, Frankfurter Strasse 250, D-6100 Darmstadt (DE)

Weröffentlichungstag der Anmeldung: 08.07.81 Patentblatt 81/27

Benannte Vertragsstaaten: DE FR GB IT NL SE

Ærfinder: Büttner, Werner, Im Erlich 6, D-6100 Darmstadt-Arheilgen (DE)

Transport- und Entnahmevorrichtung.

Die Erfindung betrifft eine Transport- und Entnahmevorrichtung für hochreine, flüssige, mit Bestandteilen der Luft reagierende Chemikalien, bestehend aus einem Behälter, der mit Anschlußrohren zur Befüllung und Entnahme versehen ist, wobei der Behälter zweigeteilt ist und aus einem Unterteil und einem die Anschlußrohre enthaltenden Oberteil besteht, die mit Hilfe eines mit einer Dichtung versehenen Flansches verbunden sind.

EP 0 031 438 A2

Merck Patent Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Transport- und Entnahmevorrichtung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Transport und zur Entnahme hochreiner, flüssiger, mit Bestandteilen der Luft reagierender Chemikalien.

Für viele Anwendungszwecke werden Chemikalien höchster Reinheit benötigt. Falls diese Chemikalien mit Bestandteilen der Luft, wie z. B. Sauerstoff oder Luftfeuchtigkeit reagieren können, muß dafür gesorgt werden, daß sowohl bei Transport und Lagerung, als auch bei der Entnahme diese Chemikalien nicht mit Luft in Kontakt 10 kommen können. So werden z. B. für die Herstellung von Lichtleitfasern flüssige Chemikalien wie z. B. Siliziumtetrachlorid, Phosphoroxidchlorid, Bortribromid, Germaniumtetrachlorid in hoher Reinheit benötigt. Insbesondere ist die Anwesenheit der Übergangselemente der 4. Periode 15 (Vanadin bis Kupfer) unerwünscht. Gerade bei den üblicherweise für diese Chemikalien verwendeten Edelstahlbehältern ist jedoch eine Kontamination mit Schwermetallen wie Eisen, Chrom und Nickel praktisch nicht zu vermeiden, da durch kaum zu verhindernde Hydrolyse bei Befüllung und 20 Entnahme Halogenwasserstoffsäuren entstehen, die den Edelstahlbehälter angreifen.

5

10

15

20

Diese Chemikalien werden daher auch in abgeschmolzenen Glasampullen geliefert. Dies hat jedoch den Nachteil, daß nur relativ geringe Mengen in einem Gebinde abgefüllt werden können, und daß die Entnahme nur unter sehr aufwendigen Vorkehrungen zur Fernhaltung von Luft erfolgen kann. Ein ebenfalls für diesen Zweck bekannter Quarzbehälter mit eingeschmolzenen Anschlußrohren ist zum einen extrem teuer und deshalb nur für relativ kleine Rauminhalte realisierbar und zum anderen ist die vor dem Wiederbefüllen notwendige Reinigung sehr schwierig, da keine ausreichend große Öffnung zur Verfügung steht.

Es bestand deshalb die Aufgabe, einen Behälter für hochreine Chemikalien zu schaffen, der preiswert herzustellen ist, dabei eine einfache Befüllung und Entnahme unter Inertgasatmosphäre gestattet und bei Wiederverwendung leicht zu reinigen ist.

Diese Aufgabe wurde durch die vorliegende Erfindung gelöst.

Gegenstand der Erfindung ist daher eine Transport- und Entnahmevorrichtung für hochreine, flüssige, mit Bestandteilen der Luft reagierende Chemikalien bestehend aus einem Behälter, der mit Anschlußrohren zur Befüllung und zur Entnahme versehen ist, dadurch gekennzeichnet, daß der Behälter zweigeteilt ist und aus einem Unterteil (1) und einem die Anschlußrohre (5, 6) enthaltenden 25 oberteil (2) besteht, die mit Hilfe eines mit einer

Dichtung (4) versehenen Flansches (3) verbunden sind.

Die Erfindung wird anhand der Zeichnungen, in denen einige bevorzugte Ausführungsformen dargestellt sind, näher erläutert.

Figur I zeigt einen Schnitt durch die Transport- und Entnahmevorrichtung.

Figur II zeigt einen Schnitt durch das Oberteil der Vorrichtung mit der Verbindung zum Unterteil.

Figur III zeigt eine Aufsicht auf das Oberteil der Vorrichtung.

Figur IV zeigt einen Schnitt durch ein Entnahmerohr mit einem zur Entnahme aufgesetzten Eckventil.

Figur V zeigt einen Schnitt durch eine andere Form eines Entnahmerohres mit Schraubanschlüssen.

In Figur VI ist ein Fließschema dargestellt, das andeutet, wie die Transport- und Entnahmevorrichtung in
eine stationäre Anlage integriert werden kann.

20

25

Mit 1 ist das Unterteil und mit 2 das Oberteil des Behälters bezeichnet, die mit Hilfe des Flansches 3 und der Dichtung 4 verbunden sind. Mit 5 und 6 sind die Entnahmerohre und mit 7 die darin angebrachten Trümmerventile bezeichnet. 8 sind die Füllrohre, die im zugeschmolzenen Zustand gezeichnet sind. Mit 9 sind auf die Entnahmerohre aufgesetzte Kappen, mit 10 ein seitlicher Ansatz einer bevorzugten Ausführungsform der Entnahmerohre bezeichnet. 11 ist ein auf eine andere Ausführungsform eines Entnahmerohres aufgesetztes Eckventil und 13 dessen seitlicher Ansatz. Mit 12 ist eine Schutzhaube bezeichnet, die am Flansch 3 befestigt ist.

Im Fließschema in Figur VI ist 14 die Stickstoffversorgung, 15 ist ein Trockenturm und 16 ein Feinfilter. Mit 17 sind Strömungsmesser bezeichnet und 18 ist die erfindungsgemäße Transport- und Entnahmevorrichtung. 19 ist ein Vorratsbehälter und 20 der Ausgang zum Verbraucher.

5

10

15

20

25

30

Der Hauptvorteil der erfindungsgemäßen Vorrichtung, die vorzugsweise aus Glas, insbesondere aus Borosilikatglas der I. hydrolytischen Klasse wie z. B. Duran-Glas oder Pyrex-Glas gefertigt ist, ist die leichte Handhabbarkeit beim Reinigen, Befüllen und Entleeren. Durch die Zweiteilung des die Chemikalie enthaltenden Behälters in ein Ober (2)- und Unterteil (1) ist es möglich, die Vorrichtung vor dem Befüllen ohne großen Aufwand sehr gründlich zu reinigen. Darüberhinaus ist es durch Verwendung einer einheitlichen Größe des Flansches (3) möglich, das Oberteil (2) nach Anpassung der Länge des Entnahmerohres (6) für jede beliebige Größe des Unterteils (1) zu verwenden. Das Fassungsvermögen der erfindungsgemäßen Vorrichtung kann daher durch Bereithalten verschiedener Größen des Unterteils (1) auf einfache . Weise den Verbraucherwünschen angepaßt werden.

Nach sorgfältiger Reinigung von Ober- und Unterteil (1, 2) werden diese mit Hilfe des Flansches (3) und einer Dichtung (4) aus inertem Material, vorzugsweise Teflon, zusammengebaut und die mit Trümmerventilen (7) verschlossenen Entnahmerohre (5, 6) mit Kappen (9), die aufgeschraubt oder aufgesteckt werden, verschlossen. Durch die noch offenen Füllrohre (8) kann dann unter Inertgasspülung die Befüllung mit der Chemikalie erfolgen. Danach werden die beiden Füllrohre (8) abgeschmolzen. Die Chemikalie ist damit vollständig gegen Umwelteinflüsse abgeschlossen und bereit zum Transport. Zum Schutz gegen Beschädigungen der Füll- und Entnahmerohre (5, 6, 8) kann das Oberteil (2) mit einer Schutzhaube (12) abgedeckt werden.

5

30

Zur Entnahme der Chemikalie unter inerten Bedingungen kann die Vorrichtung in eine stationäre Anlage entsprechend dem Fließschema in Figur VI eingebaut werden. Dazu werden die Verschlußkappen (9) von den Entnahmerohren (5, 6) abgenommen und die Entnahmerohre (5, 6), gegebenenfalls nach Aufsetzen eines Eckventils (11), über den seitlichen Ansatz (10) oder den seitlichen Ansatz (13) des Eckventils (11) mit der Inertgasversorgung und dem Verbraucher verbunden.

10 Nach gründlicher Spülung des Raumes über den Trümmerventilen (7) werden diese, z. B. durch Einführen eines gereinigten Glasstabes, zerstört und die Entnahmerohre (5, 6) entweder, nach Entfernen dieses Glasstabes, mit dem Oberteil des Eckventils (11) oder einer durchbohrten 15 Kappe (9) verschlossen, wobei in disem Fall der schon beim Spülen mit der Kappe (9) locker aufgesetzte Glasstab in dem Ansatz (5, 6) verbleibt. Durch Aufdrücken von Inertgas durch das Entnahmerohr (5) kann dann der Inhalt der Vorrichtung durch das Entnahmerohr (6) einem 20 Vorratsgefäß des Verbrauchers zugeführt werden. Alternativ dazu kann jedoch die erfindungsgemäße Vorrichtung selbst als Vorratgefäß (sogenanner Bubbler) verwendet. werden, wobei lediglich die Inertgaszufuhr über das Enthahmerohr (6) erfolgt. Nach Entleerung, Erneuerung 25 der Trümmerventile (7) und entsprechender Reinigung kann die Vorrichtung erneut befüllt und wieder verwendet werden.

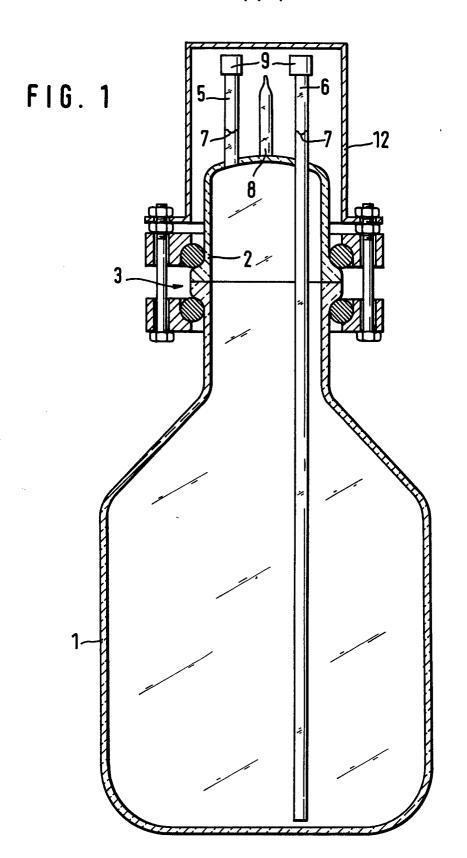
Durch die vorliegende Erfindung steht somit eine Transport- und Entnahmevorrichtung zur Verfügung, die nicht nur sehr vielseitig unter größtmöglicher Sicherheit einsetzbar ist, sondern dabei sehr einfach zu handhaben und insbesondere auch preiswert herstellbar ist. Merck Patent Gesellschaft mit beschränkter Haftung

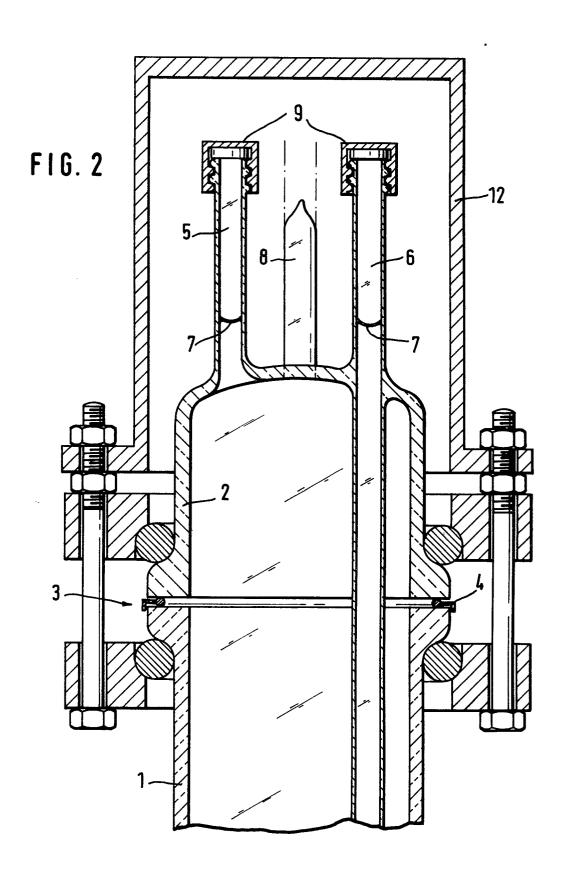
Patentansprüche

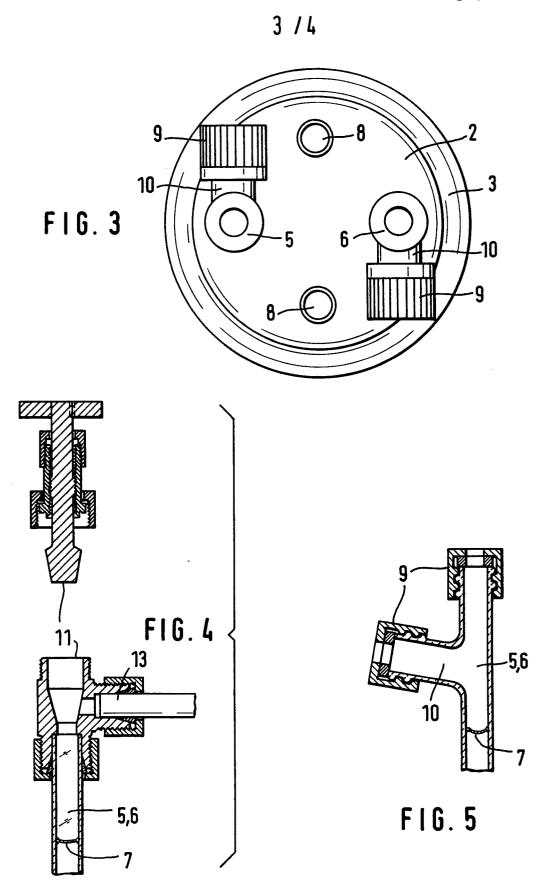
- 1. Transport- und Entnahmevorrichtung für hochreine, flüssige, mit Bestandteilen der Luft reagierende Chemikalien, bestehend aus einem Behälter, der mit Anschlußrohren zur Befüllung und Entnahme versehen ist, dadurch gekennzeichnet, daß der Behälter zweigeteilt ist und aus einem Unterteil (1) und einem die Anschlußrohre (5, 6) enthaltenden Oberteil (2) besteht, die mit Hilfe eines mit einer Dichtung (4) versehenen Flansches (3) verbunden sind.
 - Transport- und Entnahmevorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Oberteil (2) mit jeweils 2 Anschlußrohren für Befüllung und Entnahme versehen ist.
- 3. Transport- und Entnahmevorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß eines der Entnahmerohre (6) bis zum Boden des Unterteils (1) reicht.

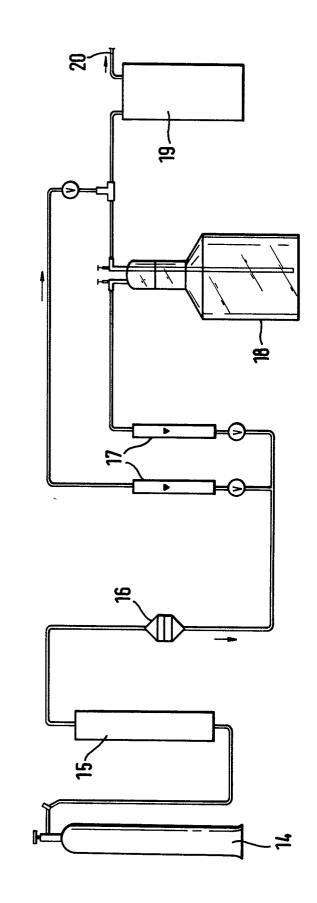
- 4. Transport- und Entnahmevorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Entnahmerohre (5, 6) mit Trümmerventilen (7) verschlossen sind.
- 5 5. Transport- und Entnahmevorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Entnahmerohre (5, 6) oberhalb der Trümmerventile (7) einen seitlichen Anschluß (10) besitzen.











9 .0 .