

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 84116275.3

(51) Int. Cl.⁴: **F 17 C 9/00**
//B65B31/00

(22) Anmeldetag: 24.12.84

(30) Priorität: 24.01.84 DE 3402292

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
31.07.85 Patentblatt 85/31

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH FR GB IT LI NL SE

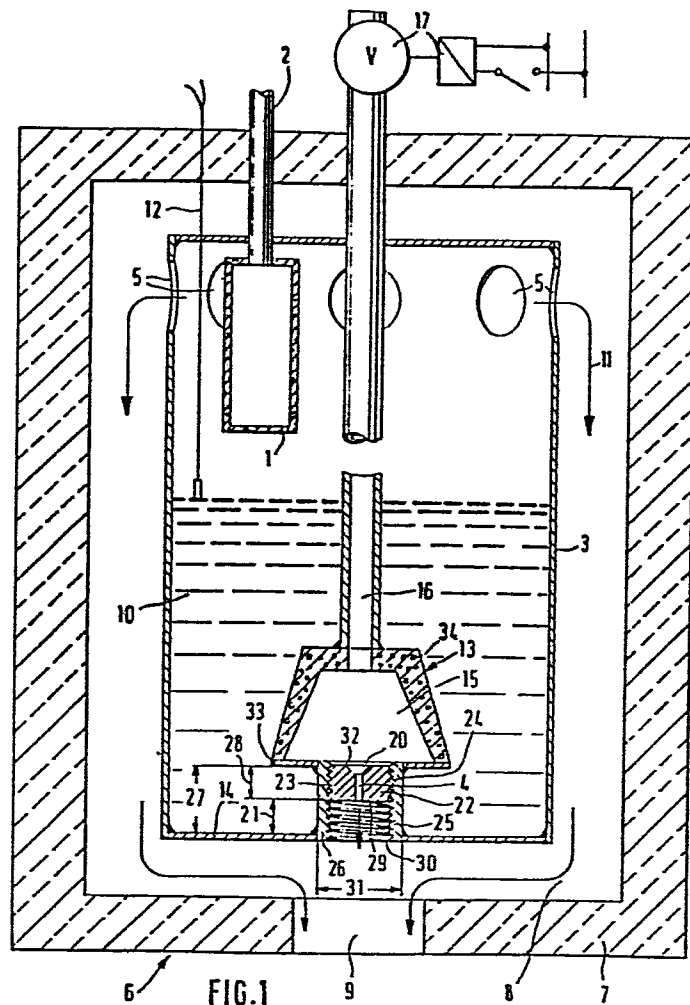
(71) Anmelder: **MESSER GRIESHEIM GMBH**
Hanauer Landstrasse 330
D-6000 Frankfurt/Main 1(DE)

(72) Erfinder: **Büschkens, Guido**
Egelsberg 58 a,
D-4150 Krefeld-Traar(DE)

(72) Erfinder: **Nobis, Peter**
Donaustrasse 40
D-4040 Neuss 21(DE)

(54) **Verfahren und Vorrichtung zum Dosieren kleiner Mengen eines tiefsiedenden, verflüssigten Gases.**

(57) Um ein störungsfreies Dosieren kleiner Mengen eines tiefsiedenden, verflüssigten Gases in einfachster Art und Weise zu ermöglichen, wird die Auslauföffnung (4) des Behälters (3) durch eine Gasblase verschlossen.



MESSER GRIESHEIM GMBH

MG 1449

Kennwort: LN₂-Absperrvorrichtung

EM 1123

Erfinder: Büschkens
Nobis

Ordner: A

Verfahren und Vorrichtung zum Dosieren kleiner Mengen eines
tiefsiedenden, verflüssigten Gases

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Dosieren kleiner
5 Mengen eines tiefsiedenden, verflüssigten Gases nach dem
Oberbegriff des Anspruchs 1 und eine Vorrichtung zur Durch-
führung des Verfahrens nach dem Oberbegriff des Anspruchs 6.

Beim Dosieren kleiner Mengen eines tiefsiedenden, ver-
10 flüssigten Gases, speziell mit einem LN₂-Dosiergerät,
muß ein gleichmäßiger, störungsfreier und jederzeit ab-
sperrbarer Durchsatz des flüssigen Gases, der bei Bedarf
auch taktweise geschaltet werden kann, erreicht werden.

15 Aus der DE-OS 27 32 318 ist eine Einrichtung zum Dosieren
des flüssigen Stickstoffes bekannt, bei der eine um eine
vertikale Achse drehbare Scheibe unter der Auslauföffnung
des Stickstoffes entlang bewegt wird. Je nach Form der

Scheibe wird dabei die Auslauföffnung mehr oder weniger verschlossen. Mit einer solchen mechanischen Einrichtung ist jedoch nur eine taktweise Dosierung des flüssigen Stickstoffs möglich.

5

Weiterhin ist aus der DE-OS 31 41 465 bekannt, die Dosierung des tiefsiedenden, verflüssigten Gases durch ein die Auslauföffnung bildendes Nadelventil zu regeln. Hierbei wird der Ventilschaft des Nadelventils von einem Solenoid nach oben gezogen, so daß flüssiger Stickstoff aus dem Behälterkörper der Dosiervorrichtung austreten kann.

10

Dabei ist es allerdings nötig, nach langen Stillstandszeiten mit leerwerdendem Behälter und nachfolgender Neubefüllung den angefrorenen Ventilsitz bzw. den nach dem Öffnen nicht mehr dicht schließenden Ventilsitz mittels einer Heizeinrichtung betriebsbereit zu machen. Auch führen während des Betriebes durch Luftfeuchtigkeit hervorgerufene Eiskristalle an dem Ventilsitz zu einem ungleichmäßigen Fluß des flüssigen Gases.

20

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein störungsfreies Dosieren kleiner Mengen eines tiefsiedenden, verflüssigten Gases in einfachster Art und Weise zu ermöglichen.

25

Diese Aufgabe wird bei einem gattungsgemäßen Verfahren durch die kennzeichnenden Merkmale des Anspruchs 1 und bei einer gattungsgemäßen Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens durch die kennzeichnenden Merkmale des Anspruchs 6 gelöst.

30

Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung sind in den Unteransprüchen angegeben.

Die mit der Erfindung erzielten Vorteile bestehen insbesondere darin, daß ein störungsfreies An- und Abstellen eines aus einer Auslauföffnung austretenden tiefsiedenden, verflüssigten Gasstrahles in einfachster Art und Weise sichergestellt wird. Dabei kann vor der Befüllung des Systems mit der Flüssigkeit insbesondere die Auslauf-
5 Öffnung und die Kammer, ggf. aber auch das Gesamtsystem (Behälter, Leitung) mit trockenem Gas gespült werden.

10 Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung ist in der Zeichnung dargestellt und wird im folgenden näher beschrieben.

Es zeigen:

15 Fig. 1 einen Längsschnitt durch eine Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach der Erfindung;

20 Fig. 2 zwei Ausbildungen der Absperrvorrichtung nach der Erfindung;

 Fig. 3 zwei Ausbildungen der Absperrvorrichtung bei einem rohrförmigen Behälter.

25 Die in Fig. 1 dargestellte Vorrichtung besteht aus einem Sintermetallkörper 1, der sich am Ende der Leitung 2 befindet, die der Zufuhr des verflüssigten Gases dient. Der Sintermetallkörper 1 ist in einem Behälter 3 angeordnet, welcher in einer Behälterwand 14, eine mit Abstand 21
30 innerhalb des Behälters 3 angeordnete Auslauföffnung 4 für verflüssigtes Gas und in seinem oberen Teil mehrere Abzugsöffnungen 5 für verdampftes Gas enthält.

35 Die Auslauföffnung 4 ist in einem vorzugsweise zylindrischen Körper 22 angeordnet, der an seinem Umfang 23 ein Gewinde 24

aufweist. Mit dem Außengewinde 24 ist der Körper 22 in einem, mit einem Innengewinde 25 versehenen Rohrstutzen 26 eingeschraubt, dessen in den Behälter 3 hineinragende Länge 27 größer ist, als die Breite 28 des Körpers 22.

5

Der Rohrstutzen 26 ist mit der der Auslaufseite 29 der Auslauföffnung 4 zugewandten Stirnseite 30 in einer seinem Außendurchmesser 31 entsprechenden Öffnung der Behälterwand 14 angeordnet und mit der Behälterwand 14 verschweißt.

10

Vor der Einlaufseite 32 der Auslauföffnung 4 ist ein topfförmiger, poröser Sintermetallkörper 13 auf einer mit dem Rohrstutzen 26 fest verbundenen Scheibe 33 eingebaut, der mit der den Boden bildenden Scheibe 33 eine von dem Behälter 3 abgetrennte Kammer 15 bildet. An die Kammer 15 ist eine Leitung 16 angeschlossen, welche mittels eines Magnetventils 17 gesperrt wird. Der Behälter 3 ist seinerseits von einem mit einer Isolierung versehenen zweiten Behälter 6 umgeben. Zwischen den Behältern 3 und 6 wird ein Zwischenraum 8 gebildet. Der Behälter 6 und die Isolierung 7 besitzen eine Gasaustrittsöffnung 9, die unterhalb der Auslaßöffnung 4 für verflüssigtes Gas im Behälter 3 angeordnet ist.

25 Die Wirkungsweise der Vorrichtung nach der Erfindung ist folgende: Das unter Druck stehende und mit Gas vermischte verflüssigte Gas, z. B. Stickstoff, gelangt durch die Leitung 2 in den Sintermetallkörper 1, dessen Querschnitt größer als der der Zuleitung ist. Der Sintermetallkörper 1 ist für gasförmiges und verflüssigtes Gas durchlässig. 30 Der entspannte, nun unter atmosphärischem Druck stehende und bei -196° Celsius siedende flüssige Stickstoff 10 sammelt sich am Boden des Behälters 3. Der ebenfalls -196° Celsius kalte gasförmige Stickstoff tritt durch die 35 Abzugsöffnungen 5 in den Zwischenraum 8 zwischen den

Behältern 3 und 6 ein. Die Gasströmung ist durch Pfeile 11 bezeichnet. Das kalte Gas strömt nun langsam zu der großen Gasaustrittsöffnung 9 und kühlt dabei die gesamte Vorrichtung so tief ab, daß dem in dem Behälter 3 befindlichen flüssigen Stickstoff möglichst wenig Wärme von außen zugeführt wird. Wegen der geringen Geschwindigkeit des gasförmigen Stickstoffs 11 wird der durch die Auslauföffnung 4 austretende Strahl flüssigen Stickstoffs durch die Gasströmung nicht gestört. Da die Auslauföffnung 4 aus einem auswechselbaren Körper 22 besteht, kann die Stärke des austretenden Flüssigkeitsstrahls je nach Bedarf pro Zeiteinheit verändert werden. Außer vom Querschnitt der Auslauföffnung 4 wird die kontinuierlich austretende Menge an flüssigem Stickstoff pro Zeiteinheit noch durch die Höhe des Flüssigkeitsspiegels des flüssigen Stickstoffs 10 bestimmt. Der Flüssigkeitsspiegel wird deshalb mittels einer in ihrer Höhe verstellbaren Meßsonde 12 konstant gehalten, die je nach Bedarf ein in der Leitung 2 angeordnetes, nicht näher dargestelltes Magnetventil öffnet oder schließt. Der durch die Auslauföffnung 4 kontinuierlich austretende dosierte Flüssigkeitsstrahl wird durch die kontinuierliche Zufuhr eines Verschlusgases in die Kammer 15 sicher gesperrt. Dabei wird durch die Anordnung des die Auslauföffnung 4 beinhaltenden Körpers 22 mit Abstand 21 innerhalb des Behälters 3, die Auslauföffnung 4 über die gesamte Breite 28 mit flüssigem Stickstoff 10 umspült, so daß eine Kühlung der Auslauföffnung 4 während der gesamten Zeitdauer der Sperrung des Flüssigkeitsstrahles stattfindet. Zusätzlich wird durch das Aufsteigen des durch den flüssigen Stickstoff 10 perlenden Verschlusgases in den Zwischenraum 8 auch während der Sperrung des Flüssigkeitsstrahles eine Kühlung der Vorrichtung erzielt. Hierbei wird mit einem Absperrrdruck von insbesondere 0,1 bis 0,4 bar über dem Druck des flüssigen Stickstoffes bei geringstem Gasverbrauch ein ausreichender Verschlusdruck erreicht, der die Kammer 15

von der Flüssigkeit befreit und die Auslauföffnung 4 trocken hält, ohne daß es zu einer Vermischung des trockenen Verschlußgases mit der Flüssigkeit kommt. Dabei wird der geringe Absperrrdruck durch die Anordnung des Sintermetallkörpers 13 vor der Auslauföffnung 4 erreicht, wobei einerseits der hydrostatische Druck des flüssigen Stickstoffes 10 auf die Kammer 15 verringert wird und andererseits zusätzliche Fremdpartikel, wie beispielsweise Metallspäne, von der Auslauföffnung 4 ferngehalten werden. Das, in die Kammer 15 mit einem vorzugsweise kleinen Kammervolumen von ca. 10 cm³ mit diesem Druck geförderte Verschlußgas entweicht einerseits durch die bei diesem Kammervolumen einen Durchmesser von ca. 2 mm aufweisende Auslauföffnung 4 und andererseits durch die unregelmäßig geformten Öffnungen 34 des Sintermetallkörpers 13. Bei einer Unterbrechung der Gaszufuhr über das in der Leitung 16 angeordnete Magnetventil 17 tritt sofort wieder flüssiger Stickstoff an der Auslauföffnung 4 aus, ohne daß eine meßbare Zeitdifferenz zwischen der Unterbrechung der Gaszufuhr und dem Austritt des Flüssigkeitsstrahles feststellbar ist. Selbstverständlich sind auch andere kältebeständige Filter, wie beispielsweise Siebe, verwendbar. Dabei müssen die Gesamtöffnungen 34 des Sintermetallkörpers 13 größer sein, als die Auslauföffnung 4, um Verzögerungen im Flüssigkeitsdurchsatz durch die Auslauföffnungen 4 zu vermeiden.

Als besonders vorteilhaft hat sich die Verwendung der eigenen tiefkalten siedenden Gase der Dosiervorrichtung als Verschluß- bzw. Trocknungsgase erwiesen. Selbstverständlich ist es auch möglich, andere trockene Verschlußgase, deren Siedetemperatur unter der der flüssigen Gase liegt, wie z. b. Heliumgas für N₂-flüssig bzw. N₂-Gas für Argon flüssig, zu verwenden.

Fig. 2 zeigt eine weitere Ausbildung der Absperrvorrichtung

- nach der Erfindung, wobei in Fig. 2a eine vertikale Anordnung der Kammer 15 und in Fig. 2b eine horizontale Anordnung der Kammer 15 schematisch dargestellt ist. Die Kammer 15 wird hierbei von einem vor der Behälterwand 14 ausgebildeten Vorraum 18 des Behälters 3 gebildet, dessen Durchlaßöffnung 20 für den flüssigen Stickstoff mit einem plattenförmigen Sintermetallkörper 13 verschlossen wird. In dem Vorraum 18 ist die durch das Verfahren nach der Erfindung besonders einfach und billig herstellbare Auslauföffnung 4 angeordnet. In die Kammer 15 mündet die Leitung 16 zur Zufuhr des Verschlusgases, welche in horizontaler oder vertikaler Lage (strichlinierte Darstellung) an die Kammer 15 angeschlossen werden kann.
- 15 In Fig. 3a ist ein in horizontaler Lage angeordneter rohrförmiger Behälter 3 schematisch dargestellt, in dessen stirnseitiger Behälterwand 14 die Auslauföffnung 4 angeordnet ist. Die Kammer 15 des rohrförmigen Behälters 3 wird durch den Einbau eines plattenförmigen Sintermetallkörpers 13 vor der Auslauföffnung 4 erzeugt. An die Kammer 20 15 ist die Leitung 16 zur Zufuhr des Verschlusgases angeschlossen.
- 25 Ist der rohrförmige Behälter 3 zur Auslauföffnung 4 unter einem horizontal ansteigenden Winkel 19 von vorzugsweise größer 15 Grad angeordnet, oder weist der nicht näher dargestellte Behälter 3 eine auf den Kopf gestellte, L-förmige Außenkontur auf, in deren oberem abgewinkelten Teil die Auslauföffnung 4 angeordnet ist, arbeitet die Absperrvorrichtung ohne einen Sintermetallkörper 13. Die Kammer 15 wird 30 hierbei durch die innerhalb des rohrförmigen Behälters 3 erhaltene Gasblase gebildet.

Ansprüche

1. Verfahren zum Dosieren kleiner Mengen eines tief-
siedenden, verflüssigten Gases, welches aus einer
5 Auslauföffnung eines kälteisolierten Behälters fließt,
dadurch gekennzeichnet,
daß die Auslauföffnung (4) des Behälters (3) durch
eine Gasblase verschlossen wird.
- 10 2. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet,
daß die Gasblase mit einem Absperrdruck von 0,1 bis 5 bar
über dem Druck des verflüssigten Gases aufrechtgehalten
wird.
- 15 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2,
dadurch gekennzeichnet,
daß die Gasblase mit einem Absperrdruck von 0,1 bis 0,4 bar
über dem Druck des verflüssigten Gases aufrechtgehalten
20 wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3,
dadurch gekennzeichnet,
daß der Behälter (3) zur Auslauföffnung (4) unter einem
25 horizontal ansteigenden Winkel (19) angeordnet wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4,
dadurch gekennzeichnet,
daß der Behälter (3) zur Auslauföffnung (4) unter
30 einem horizontal ansteigenden Winkel von größer 15 Grad
angeordnet wird.
6. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach An-
spruch 1 mit einem Behälter, welcher eine Auslauföffnung
35 für verflüssigtes Gas und einer dieser zugeordneten

Absperrvorrichtung enthält, wobei die Absperrvorrichtung in einer separaten Kammer angeordnet ist, die Öffnungen für den Zulauf des verflüssigten Gases aufweist, dadurch gekennzeichnet,

- 5 daß die Kammer (15) die Absperrvorrichtung ist und an die Kammer (15) eine Leitung (16) zur Zufuhr eines Verschlusgases angeschlossen ist.

7. Vorrichtung nach Anspruch 6
10 dadurch gekennzeichnet,
daß die Kammer (15) und der die Auslauföffnung (4) beinhaltende Körper (22) mit Abstand (21) innerhalb des Behälters (3) angeordnet und von dem verflüssigten Gas umgeben sind.

- 15 8. Vorrichtung nach Anspruch 6 oder 7,
dadurch gekennzeichnet,
daß mindestens eine Öffnung (20) der Kammer (15) als poröser Körper (13) ausgebildet ist.

- 20 9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 8,
dadurch gekennzeichnet,
daß die Gesamtöffnungen (34) des porösen Körpers (13) größer sind als die Auslauföffnung (4).

- 25 10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 9,
dadurch gekennzeichnet,
daß der poröse Körper (13) ein topfförmiger Sinterkörper ist.

30

Gr/Ha

EM 1123

35

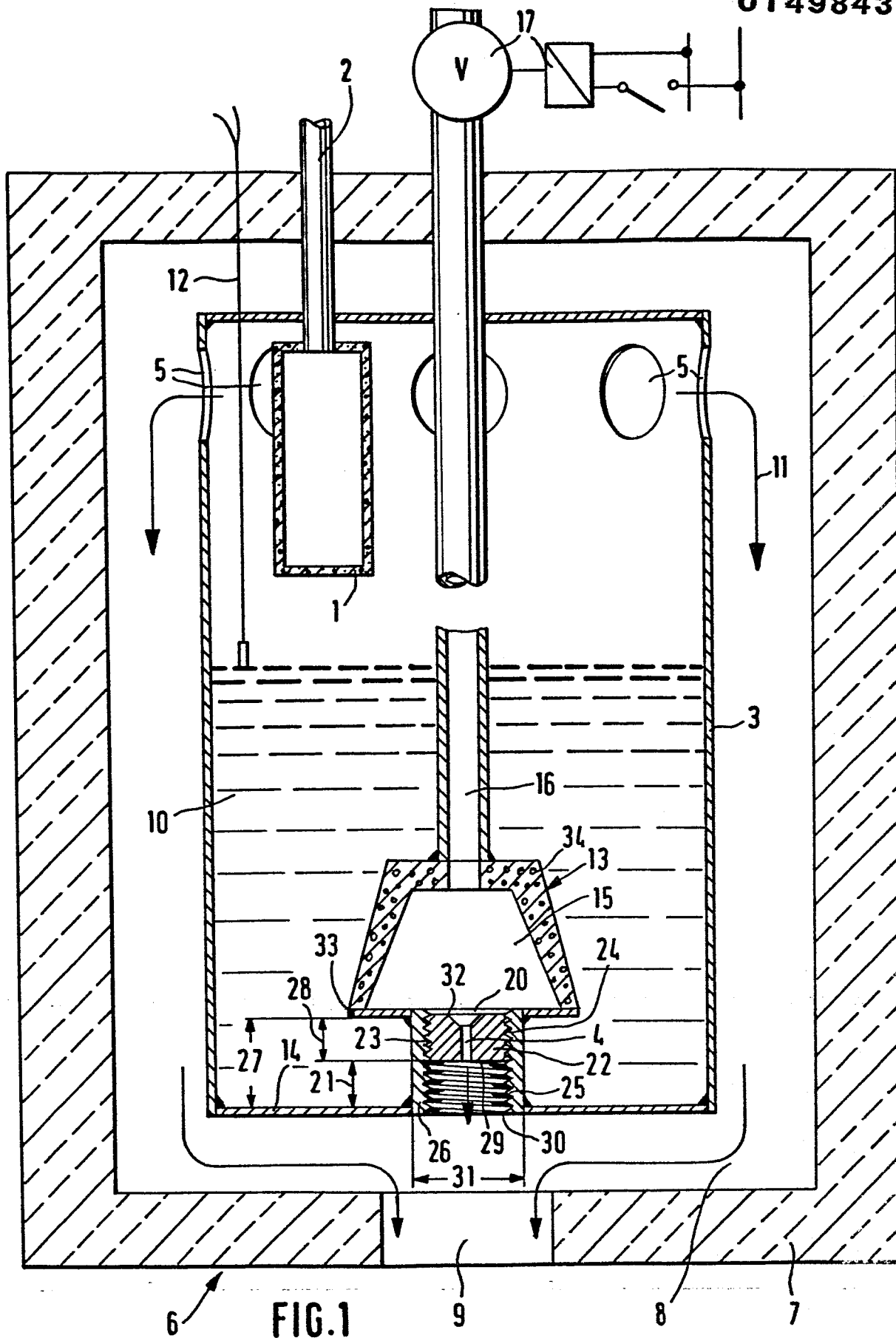


FIG. 1

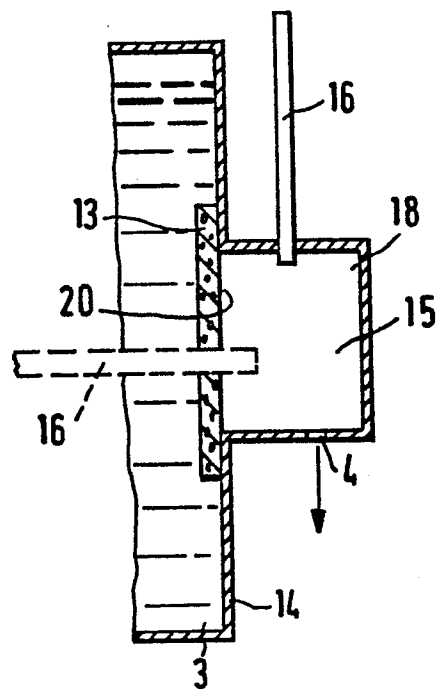
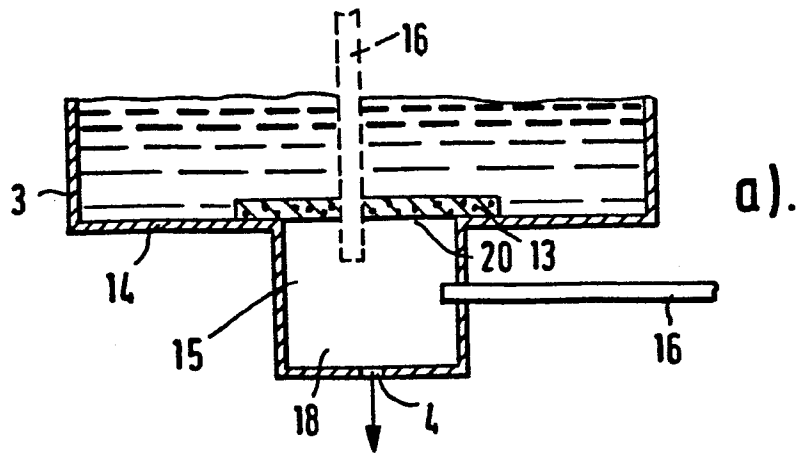


FIG. 2

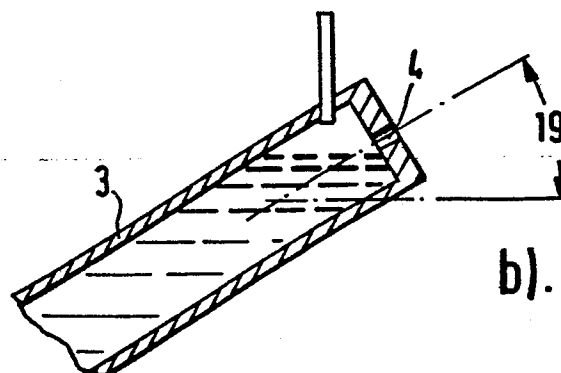
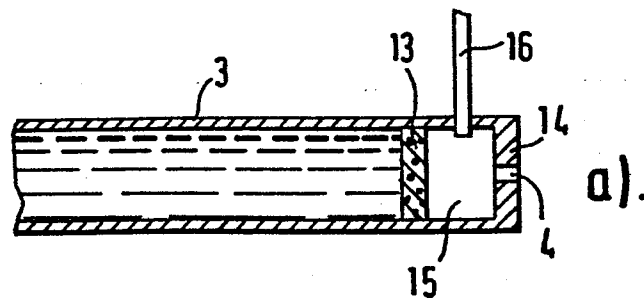


FIG. 3