

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 556 753 A1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: **93102283.4**

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>: **F17C 5/06, //(C07D487/04, 249:00,237:00)**

(22) Anmeldetag: **13.02.93**

(30) Priorität: **20.02.92 DE 4205126**

(71) Anmelder: **MESSER GRIESHEIM GMBH**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**25.08.93 Patentblatt 93/34**

**D-60270 Frankfurt(DE)**

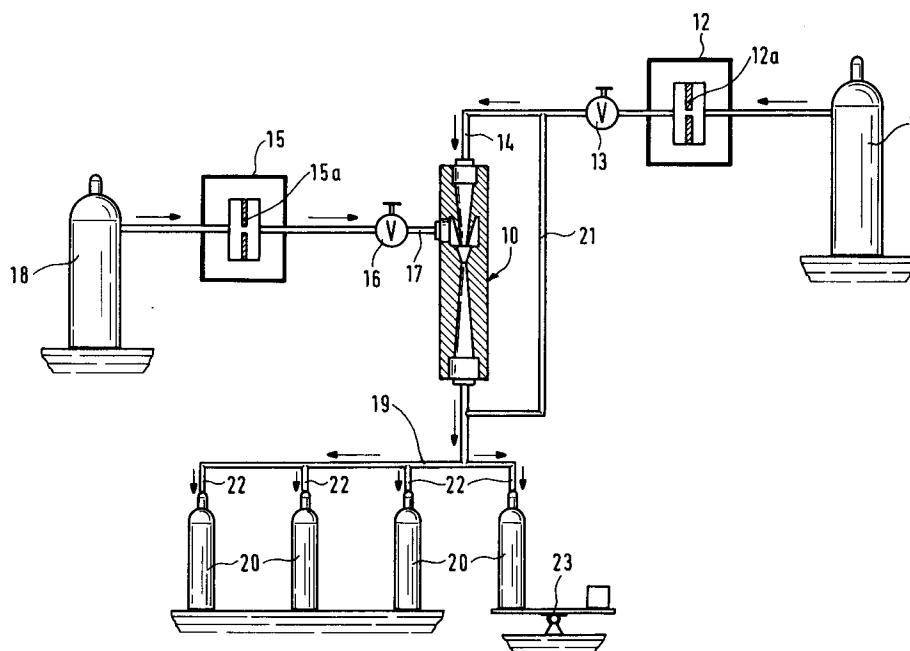
(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE DE FR GB NL**

(72) Erfinder: **Hermeling, Werner**  
**Sauerbrunnberg**  
**A-7100 Neusiedl am See(DE)**

### (54) Verfahren zur Herstellung eines Gasgemisches.

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Gasgemisches in einem Druckgasbehälter, mit mindestens einer bei Umgebungstemperatur und bei einem unterhalb des Druckgasbehälterdruckes liegenden Druck verflüssigbaren Komponente und mit mindestens einer bei diesem Druck und dieser Temperatur nicht verflüssigbaren Komponente, das dadurch gekennzeichnet ist, daß zunächst mit einem Injektor ein Vorgasgemisch mit der verflüssig-

baren Komponente gebildet wird, mit einem Gemischanteil von der verflüssigbaren Komponente der größer ist als der Anteil der verflüssigbaren Komponente im fertig hergestellten Gasgemisch, daß anschließend das Vorgasgemisch in den Druckgasbehälter eingeleitet wird, und daß danach die nicht verflüssigbare Komponente in den Druckgasbehälter solange eingeleitet wird, bis die gewünschte Gasgemischzusammensetzung erreicht ist.



EP 0 556 753 A1

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Gasgemisches in einem Druckgasbehälter, mit mindestens einer bei Umgebungstemperatur und bei einem unterhalb des Druckgasbehälterdruckes liegenden Druck verflüssigbaren Komponente und mit mindestens einer bei diesem Druck und dieser Temperatur nicht verflüssigbaren Komponente.

Die dadurch gekennzeichneten Einzelkomponenten des gewünschten Gasgemisches unterscheiden sich somit erheblich bezüglich der Siedetemperatur und sind daher mit steigendem Partialdruck der Einzelkomponenten nach den bisher bekanntgewordenen Verfahren, wie sie beispielsweise in dem von MESSER GRIESHEIM herausgegebenen GASEHANDBUCH, 3. Auflage, 1989, Seiten 24 - 28 beschrieben sind, schwer mischbar.

Insbesondere bei einem Gasgemisch, das aus Argon und CO<sub>2</sub> bestehen soll und das mit hohen Druck (ca. 200 bis 300 bar) in einen Druckgasbehälter, wie Speicherbehälter, Gasflasche eingeleitet werden soll, kann bei dem bekannten Verfahren eine Auskondensation des CO<sub>2</sub> auftreten. Ferner wird beim Füllen nur eine schlechte Durchmischung erreicht, so daß eine anschließende Bewegung (Rollen) der Gasflaschen erforderlich ist. Dies hat ferner den Nachteil, daß eine sofortige Analyse des Gasgemisches nach dem Füllen der Gasflaschen keine aussagekräftigen Ergebnisse liefert.

Ausgehend hiervon ist es Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein besonders einfaches Verfahren zur Herstellung eines Gasgemisches zu schaffen, das die oben aufgeführten Nachteile nicht aufweist.

Zur Lösung dieser Aufgabe wird ein Verfahren mit den Merkmalen des Anspruchs 1 vorgeschlagen. Weitere vorteilhafte Merkmale sind in den Unteransprüchen angegeben.

Durch die Erfindung, insbesondere die Vorgasgemischherstellung mit einem Injektor bereits vor dem Einströmen des Gasgemisches in den Druckgasbehälter, werden u.a. folgende Vorteile erreicht:

- Das Vorgasgemisch entsteht bereits vor dem Einströmen in den bzw. die Druckgasbehälter, wodurch z.B. eine CO<sub>2</sub>-Kondensation vermieden wird.
- Es findet eine vollständige intensive Vermischung der Gaskomponenten außerhalb des Druckgasbehälters statt, so daß die bei bekannten Verfahren erforderlichen Tauchrohre entfallen können.
- Eine Analyse der gewünschten Gasgemischzusammensetzung ist sofort nach dem Füllprozeß z.B. noch im Füllstand möglich.
- Eine Gruppe von Druckgasbehältern wird mit einem Mischsystem (Injektor) befüllt, so daß der Unterschied der Gaszusammensetzung in den einzelnen Druckgasbehältern

(Gasflaschen) praktisch "Null" ist.

In der Zeichnung ist eine besonders vorteilhafte Anordnung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens veranschaulicht.

Bei der Erfindung wird zunächst mit einem Injektor 10 ein Vorgasgemisch aus einer verflüssigbaren Komponente (vorzugsweise CO<sub>2</sub>) und einer nicht verflüssigbaren Komponente (vorzugsweise Argon) gebildet, mit einem Gemischanteil CO<sub>2</sub> der größer ist als der Anteil von CO<sub>2</sub> im fertig hergestellten Gasgemisch. Dabei wird dem Injektor 10 aus einem Argon-Vorratsbehälter 11 unter Zwischenschaltung eines Durchflußmessers 12 mit einer Meßblende 12a sowie einem Absperrventil 13 über die Leitung 14 gasförmiges Argon mit hohem Druck ( $p \approx 180 - 220$  bar bei Umgebungstemperatur) zugeführt. In dem Injektor 10 wird unter Zwischenschaltung eines Durchflußmessers 15 und einer Meßblende 15a und einem Absperrventil 16 über die Leitung 17 aus einem Vorratsbehälter 18 gasförmiges CO<sub>2</sub> entnommen und mit einem niedrigen Druck ( $p \approx 40$  bar) angesaugt und das gasförmige Argon mit dem gasförmigen CO<sub>2</sub> in einer turbulenten Strömung intensiv vermischt.

Über eine an den Ausgang des Injektors 10 angeschlossenen Verteiler 19, der einen sehr geringen Gesamtdruckverlust gegenüber den Behälteranschlüssen 22 aufweist, strömt das so erzeugte Vorgasgemisch in einen oder mehrere parallel vorgesehene Druckgasbehälter (Druckgasflaschen) 20, und zwar solange bis eine Menge an CO<sub>2</sub> in den Druckgasbehältern 20 erreicht ist, die der CO<sub>2</sub>-Menge entspricht, die im gewünschten Gasgemisch enthalten sein muß. Danach wird die CO<sub>2</sub>-Zufuhr unterbrochen und über die Leitung 14 und den Injektor 10 oder eine parallel zum Injektor 10 angeordnete Nebenleitung 21 solange Argon in die Druckgasflaschen 20 gefüllt, bis eine Argon-Menge erreicht ist, die im gewünschten Gasgemisch sein muß. Die Ermittlung der gewünschten Gasgemischzusammensetzung erfolgt beispielsweise durch die druck- und temperaturkompensierten Durchflußmesser 12 bzw. 15, deren Ausgangswerte automatisch erfaßt werden und bei Erreichen der Sollmenge z.B. die Absperrventile 13 und 16 entsprechend schließen.

Bei einer anderen ebenfalls vorteilhaften Variante wird die Gasgemischzusammensetzung gravimetrisch ermittelt, indem eine der Flaschen (Referenzflasche) auf einer Waage 23 steht. Die CO<sub>2</sub>-Menge wird durch eine druck- und temperaturkompensierte Durchflußmessung ermittelt. Der Argonanteil im Gemisch wird durch Subtraktion der CO<sub>2</sub>-Menge vom Gemisch errechnet.

Die Gemischherstellung wird über einen Rechner und zugeordneten Ventilen etc. gesteuert.

Der max. zulässige Fülldruck wird ständig überwacht, so daß es sich bei dieser Variante um

ein manometrisches Füll- und gravimetrisches Mischverfahren handelt.

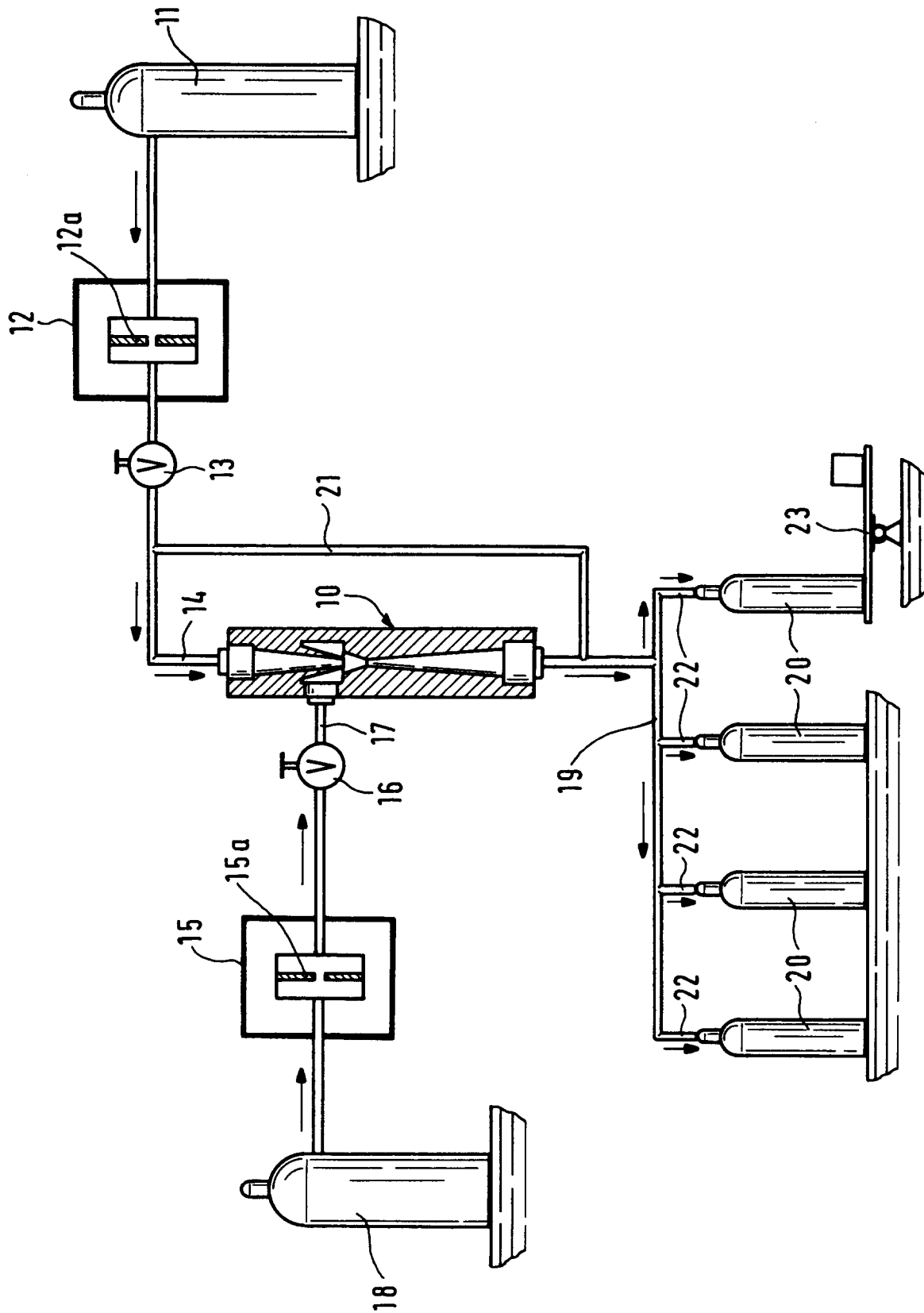
Das oben beschriebene und in den Ansprüchen gekennzeichnete Verfahren ist außer zur Herstellung von Argon / CO<sub>2</sub>-Mischgasen (z.B. für Schweiß- und Schneidzwecke) mit einem CO<sub>2</sub>-Anteil zwischen 2,5 und 20 % auch für die Herstellung von anderen Gasgemischen wie N<sub>2</sub> / CO<sub>2</sub>-Gemische mit bis zu 30 % CO<sub>2</sub>-Anteil.

Ferner ist es selbstverständlich möglich, das Vorgasgemisch nicht direkt einer oder mehreren Gasflasche(n) zuzuführen, sondern in einem Behälter zwischenzuspeichern. Aus dem Speicherbehälter, der auch transportabel ausgebildet werden kann, kann dann an einem beliebigen Ort z.B. beim Kunden vor Ort die endgültige Gasgemischzusammensetzung erfolgen.

### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Gasgemisches in einem Druckgasbehälter, mit mindestens einer bei Umgebungstemperatur und bei einem unterhalb des Druckgasbehälterdruckes liegenden Druck verflüssigbaren Komponente und mit mindestens einer bei diesem Druck und dieser Temperatur nicht verflüssigbaren Komponente, dadurch gekennzeichnet, daß zunächst mit einem Injektor ein Vorgasgemisch mit der verflüssigbaren Komponente gebildet wird, mit einem Gemischanteil von der verflüssigbaren Komponente der größer ist als der Anteil der verflüssigbaren Komponente im fertig hergestellten Gasgemisch, daß anschließend das Vorgasgemisch in den Druckgasbehälter eingeleitet wird, und daß danach die nicht verflüssigbare Komponente in den Druckgasbehälter solange eingeleitet wird, bis die gewünschte Gasgemischzusammensetzung erreicht ist.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die verflüssigbare Komponente Kohlendioxid und die nicht verflüssigbare Komponente ein Inertgas wie Argon / Stickstoff ist.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die verflüssigbare Komponente bei einem Druck zwischen ... und ... bar, vorzugsweise zwischen ... und ... bar und die nicht verflüssigbare Komponente oberhalb ihres Taupunktes mit einem Druck zwischen 180 und 380 bar am Injektor anstehen.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponenten in dem Injektor solange gemischt werden und in den Druckgasbehälter eingeleitet werden, bis eine definierte Menge der verflüssigbaren Komponente erreicht ist, daß danach diese Komponente abgeschaltet und solange die nicht verflüssigbare Komponente in den Druckgasbehälter gefüllt wird, bis eine definierte Menge des Gasgemisches erreicht ist.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Mengen durch eine druck- und temperaturkompensierte Durchflußmessung und/oder gravimetrisch (Waage 23) ermittelt werden.





Europäisches  
Patentamt

## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 93 10 2283

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
A	FR-A-2 219 373 (SCOTT RESEARCH LABORATORIES) * Anspruch 1 *	1-5	F17C5/06
A	FR-A-2 374 072 (CARBOXILIQUE FRANCAISE) * Ansprüche 1,4,5 *	1-5	
A	FR-A-2 646 496 (L'AIR LIQUIDE) * Ansprüche 1-8 *	1-5	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)
			F17C
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 30 JUNI 1993	
		Prüfer MEERTENS J.	
<b>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE</b>			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument ..... & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	