

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
6 novembre 2008 (06.11.2008)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2008/132402 A1

(51) Classification internationale des brevets :
F17C 13/00 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2008/050510

(22) Date de dépôt international : 25 mars 2008 (25.03.2008)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
0754055 27 mars 2007 (27.03.2007) FR

(71) Déposant (*pour tous les États désignés sauf US*) : **L'AIR LIQUIDE SOCIÉTÉ ANONYME POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDÉS GEORGES CLAUDE** [FR/FR]; 75 quai d'Orsay, F-75007 Paris (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (*pour US seulement*) : **BARBIER, Jean-Paul** [FR/FR]; 10 Place du Clos Badere, F-78112 Fourqueux (FR). **PAOLI, Hervé** [FR/FR]; 76, avenue de la République, F-92500 Rueil-Malmaison (FR). **MAUVAIS, Patrick** [FR/FR]; 24 Avenue de Beauce, F-78450 Villepreux (FR). **FLOQUET, Dominique** [FR/FR]; c/o CRCD, Les Loges en Josas, F-78350 Jouy En Josas (FR). **LOMBARD, Sophie** [FR/FR]; 17 rue du Bout du Manoir, F-78770 Thoiry (FR).

(74) Mandataire : **CONAN, Philippe**; c/o L'Air Liquide SA, 75 quai d'Orsay, F-75321 Paris Cedex 07 (FR).

(81) États désignés (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible*) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR PREPARING PRESSURISED GAS CYLINDERS

(54) Titre : PROCÉDÉ ET DISPOSITIF DE PRÉPARATION DE BOUTEILLES DE GAZ SOUS PRESSION

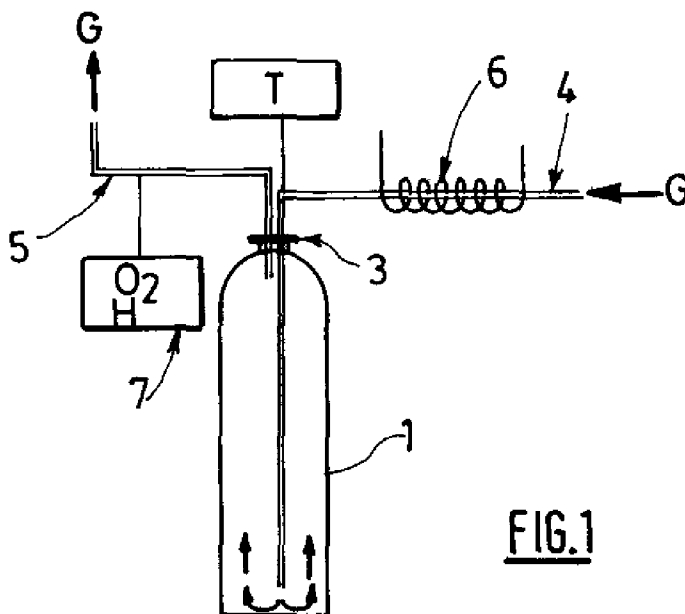


FIG. 1

(57) Abstract: The invention relates to a method for preparing at least one pressurised gas cylinder that comprises a purification of the inner volume of the cylinder using an inert gas such as nitrogen, characterised in that the purification includes the step of continuously sweeping the inner volume of the cylinder (1) with a flow of pressurised inert gas for a predetermined duration, and a sweeping step that simultaneously comprises continuously introducing an inert gas on the one hand and discharging the neutral gas that has swept the inner volume of the cylinder (1) on the other hand.

[Suite sur la page suivante]

WO 2008/132402 A1



LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(84) **États désignés** (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible*) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM),

Publiée :

- avec rapport de recherche internationale
- avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues

(57) **Abrégé :** Procédé de préparation d'au moins une bouteille de gaz sous pression comprenant une purification du volume intérieur de la bouteille (1) au moyen d'un gaz neutre tel que l'azote, caractérisé en ce que la purification comprend une étape de balayage continu du volume intérieur de la bouteille (1) par un flux de gaz neutre sous pression pendant une durée déterminée, l'étape de balayage comprenant, en simultanée, d'une part l'introduction en continu de gaz neutre et, d'autre part, l'évacuation de gaz neutre ayant balayé le volume intérieur de la bouteille (1).

Procédé et dispositif de préparation de bouteilles de gaz sous pression

La présente invention concerne un procédé et un dispositif de préparation de bouteilles de gaz sous pression.

5 L'invention concerne plus particulièrement un procédé de préparation d'au moins une bouteille de gaz sous pression comprenant une purification du volume intérieur de la bouteille au moyen d'un gaz neutre tel que l'azote.

Les solutions connues de purge de bouteilles pour éliminer un « polluant » indésirable tel que l'air ne sont pas satisfaisantes dans toutes les applications.

10 Une solution connue consiste à répéter dans la bouteille des cycles de compression (quelques bar) et de tirage au vide (vide primaire en général).

Cette solution n'est pas totalement satisfaisante dans certains processus industriels.

15 Ainsi, le conditionnement de gaz de très haute pureté avec des niveaux d'impuretés de l'ordre par exemple de 0.1 ppm nécessite des équipements et des procédures de conditionnement spécifiques pour sécher intérieurement les bouteilles, étuves et groupe de pompage, et purifier les gaz matières premières au niveau requis. L'investissement dans l'outil de fabrication et les coûts de production additionnels sont considérables et nécessitent d'avoir un marché
20 suffisant de bouteilles de gaz de très haute pureté. Ceci est particulièrement problématique dans des pays dit « émergents » où les infrastructures sont réduites.

Une solution alternative consiste à remplir des bouteilles avec du gaz de qualité standard et de soutirer du gaz de haute pureté grâce à un système de
25 purification situé à l'intérieur de la bouteille (le système de purification peut être logé dans un robinet ou une valve prévue à cet effet).

Un tel clapet est décrit par exemple dans le document WO2004/111508 A1. Ce type de clapet permet de bi-passer le purificateur lors du remplissage de la bouteille et d'envoyer le gaz à travers le purificateur lors de la vidange de la
30 bouteille. Cependant, la structure de ce type de clapet ne permet pas de faire le vide à l'intérieur de la bouteille.

Un but de la présente invention est de proposer un procédé et un dispositif de préparation de bouteilles palliant tout ou partie des inconvénients de l'art

antérieur relevés ci-dessus et permettant de préparer des bouteilles de gaz aussi bien à des niveaux de pureté standard qu'à de hautes puretés (par exemple de l'ordre du ppm).

A cette fin, le procédé selon l'invention, par ailleurs conforme à la définition
5 générique qu'en donne le préambule ci-dessus, est essentiellement caractérisé en ce que la purification comprend une étape de balayage continu du volume intérieur de la bouteille par un flux de gaz neutre sous pression pendant une durée déterminée, l'étape de balayage comprenant, en simultané, d'une part l'introduction en continu de gaz neutre et, d'autre part, l'évacuation de gaz neutre
10 ayant balayé le volume intérieur de la bouteille.

Par ailleurs, des modes de réalisation de l'invention peuvent comporter l'une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

- le gaz neutre de balayage est chauffé préalablement à son introduction dans la bouteille à une température comprise entre 20°C et 120°C et de
15 préférence entre 50°C et 90°C,

- le gaz neutre de balayage est introduit dans la bouteille à un débit compris entre 1l/min et 100 à 200m³/heure et de préférence entre 50 litres/min et 200 litres/min,

- lors de l'introduction de gaz, le gaz neutre débouche dans la bouteille au
20 niveau d'une première extrémité de la bouteille et en ce que, lors de l'évacuation le gaz quitte l'intérieur de la bouteille au niveau d'une seconde extrémité, les première et seconde extrémités étant sensiblement opposées,

- le procédé comporte une étape de mesure d'au moins une impureté parmi : l'humidité (eau), l'oxygène, le gaz carbonique, H₂, NO_x, CO, THC, CH₄,
25 SO₂, H₂S dans le gaz neutre ayant balayé le volume intérieur de la bouteille et en ce que l'étape de balayage est maintenue tant que la teneur de la ou des impuretés ne descend pas en dessous d'un seuil prédéterminé,

- le procédé comporte, à l'issue de l'étape de balayage, une étape de projection d'un rideau de gaz neutre au niveau de l'orifice de la bouteille et une
30 étape de montage, dans l'orifice de la bouteille, d'un système de valve/robinet, l'étape de projection d'un rideau de gaz neutre étant réalisée préalablement et éventuellement simultanément à l'étape de montage du système de valve/robinet,

Selon une autre particularité, l'étape l'introduction et l'évacuation de gaz neutre est réalisée au travers d'un

organe d'obturation amovible de l'orifice de la bouteille. L'invention concerne également un dispositif de préparation d'une bouteille de gaz sous
5 pression de mise en œuvre du procédé selon l'une quelconque des caractéristiques ci-dessus ou ci-après.

A cette fin, le dispositif selon l'invention est essentiellement caractérisé en ce qu'il comprend un organe d'obturation destiné à obturer de façon amovible l'orifice de la bouteille, un conduit d'amenée de gaz neutre de balayage traversant
10 l'organe d'obturation possédant une extrémité destinée à être située à l'extérieure de la bouteille et une extrémité destinée à être située à l'intérieur de la bouteille, un conduit d'évent traversant l'organe d'obturation possédant une extrémité destinée à être située à l'extérieure de la bouteille et une extrémité destinée à être située à l'intérieur de la bouteille. Selon d'autres particularités possibles :

15 - l'extrémité intérieure du conduit d'amenée est décalée par rapport à l'extrémité intérieure du conduit d'évent, pour favoriser une circulation et un brassage du gaz de balayage dans la bouteille,

- l'extrémité extérieure du conduit d'amenée est associée à un organe de chauffage,

20 - les conduits d'amenée et de d'évent comportent des portions concentriques, notamment au niveau de la zone traversant l'organe d'obturation.

- le dispositif comporte un conduit d'alimentation destiné à déboucher au niveau de l'entrée de l'orifice de la bouteille pour projeter un rideau de gaz neutre de protection de l'entrée de polluants dans la bouteille,

25 - le conduit d'alimentation comprend une buse terminale de projection de forme générale circulaire concentrique à l'orifice d'entrée de la bouteille,

- le dispositif comporte une bride de montage destinée à coopérer en fixation avec d'une part avec la bouteille et d'autre part avec l'organe d'obturation pour maintenir ce dernier sur la bouteille,

30 - le conduit d'alimentation est formé dans la bride de montage,

- lors étape de balayage le flux de gaz neutre introduit est soumis à des variations de pression, par exemple passage de la pression du gaz de balayage

(quelques bar) à un vide primaire de l'ordre du mbar, par exemple au moyen d'un venturi,

- la quantité de gaz neutre introduit dans la bouteille lors de l'étape de balayage est fonction du volume de la bouteille, et de préférence comprise entre 5

- fois le volume et 40 fois le volume et de préférence entre 15 et 30 fois le volume,
- le gaz neutre de balayage est introduit dans la bouteille à une pression comprise entre pression atmosphérique et 20 bar et de préférence entre 1.5 et 7 bar,

- l'organe d'obturation est séparable de la bride de montage,

- l'étape de balayage est suivie d'une purge avec de l'argon ou de l'Hélium,

- un venturi est utilisé avec du gaz Hélium ou argon pour purger l'azote résiduel dans la bouteille ayant subi un balayage.

D'autres particularités et avantages apparaîtront à la lecture de la description ci-après, faite en référence aux figures dans lesquelles :

- la figure 1 représente une vue de côté et schématique illustrant un premier exemple de structure et de fonctionnement de l'invention appliqué à une bouteille,

- la figure 2 représente une vue de côté et schématique illustrant un second exemple de structure et le fonctionnement de l'invention appliqué simultanément à une pluralité de bouteilles,

- la figure 3 représente une vue de dessus illustrant un troisième exemple de structure et le fonctionnement de l'invention appliqué à une bouteille,

- la figure 4 représente une vue en coupe selon la ligne AA de la figure 3,

- la figure 5 représente une vue en perspective et en coupe partielle d'un détail de la figure 3 illustrant l'agencement du dispositif de préparation au niveau

- de la bouteille,
- la figure 6 représente une vue en coupe d'un détail de la figure 3 dans laquelle une partie du dispositif de préparation de la bouteille est retiré pour réalisation d'un rideau de gaz de protection à l'entrée de l'orifice ouvert de la bouteille,

- la figure 7 représente une vue en coupe d'un détail de la figure 3 dans laquelle une partie du dispositif de préparation de la bouteille est retiré et un robinet est monté dans l'orifice de la bouteille.

La méthode de préparation selon l'invention consiste à balayer l'intérieur de la bouteille 1 avec un gaz G neutre, de préférence l'azote, de façon notamment à purger l'air (figure 1). Le volume de gaz de balayage de la bouteille 1 peut être adapté au volume de la bouteille 1 de façon à faire descendre le niveau des différentes impuretés à un niveau souhaité, par exemple un niveau de pureté compatible avec les possibilités d'épurations d'un filtre qui sera éventuellement implanté dans la bouteille ou en sortie de la bouteille.

Dans le cas où l'on voudrait conditionner dans la bouteille de l'Argon ou de l'Hélium, on peut envisager en variante de terminer le cycle de préparation par une purge en Argon ou Hélium en lieu et place de l'azote. Une autre possibilité est d'utiliser un venturi pour enlever l'azote résiduel dans la bouteille avant d'introduire l'Hélium ou l'Argon. Cette méthode est toujours d'un coût raisonnable (un effet venturi est bien moins coûteux qu'un groupe de pompage) et sera la méthode préférentielle pour remplir en l'Hélium. En effet, l'Hélium gazeux léger ne permet pas de purger efficacement un gaz plus lourd que lui (tel que l'azote). Ce problème ne se pose pas pour l'Argon qui est plus lourd que l'azote.

Dans le cas d'un conditionnement d'un gaz neutre (N_2 , He, Ar) les impuretés auxquelles on s'attachera particulièrement pourrons être: l'humidité et l'oxygène notamment. En effet, en général il n'y a pas de spécification sur l'azote et l'argon et les autres impuretés dans l'air sont à des concentrations bien moindres. En ce qui concerne le gaz carbonique, le procédé préparation pourra purger ce dernier ou admettre un taux de résidu si, par exemple, le gaz carbonique est ultérieurement filtré par un clapet de purification monté sur la bouteille 1 ou en aval.

En se référant à l'exemple de la figure 1, le gaz G de balayage est acheminé via un tube 4 qui plonge jusqu'au fond de la bouteille 1 pour mieux purger la bouteille de l'air qu'elle contient. Le tube 4 d'amenée traverse un organe de fermeture 3 de l'orifice de la bouteille 1.

Des orifices (non représentés) peuvent être pratiqués dans la paroi latérale du tube 4 d'amenée afin d'améliorer le brassage des gaz.

Comme représenté, le gaz G de purge peut être chauffé (résistance ou analogue), par exemple entre 50 et 70°C, pour éliminer notamment l'humidité adsorbée sur les parois internes de la bouteille 1. Le gaz G est ensuite évacué

naturellement par la pression interne vers un évent (conduit 5) qui prélève le gaz G de préférence en partie supérieure de la bouteille 1.

Bien entendu, le gaz G de balayage peut emprunter le chemin inverse.

La bouteille 1 est isolée de l'extérieur par un organe 3 de fermeture à bride
5 au travers duquel passent les deux canalisations d'entrée 4 de gaz de purge et de sortie 5 des gaz G. Un dispositif 7 de contrôle du taux d'oxygène et/ou de l'humidité et/ou d'un autre composant peut être prévu sur le conduit de sortie 5.

Le balayage peut être maintenu jusqu'à ce que les teneurs en humidité et en oxygène deviennent inférieures à des seuils respectifs déterminés, par
10 exemple respectivement à 3ppm et 1% à la pression atmosphérique. L'organe de fermeture 3 isolant la bouteille 1 peut alors être retiré et un robinet/valve (avec purificateur ou non) ou analogue est alors immédiatement fixée dans l'orifice de la bouteille 1.

En appliquant un débit de gaz de 50L/min d'azote à 70°C dans une
15 bouteille du type (B50 acier), au bout de deux heures de purge à la pression atmosphérique, les niveaux d'oxygène et d'humidité mesurés sont respectivement de 2.5 ppm et 16 ppm.

Au bout de 3,5 heures de purge à la pression atmosphérique, les niveaux d'oxygène et d'humidité sont respectivement de 180 ppb et 8 ppm pour un débit
20 de gaz de purge de 50L/min.

Une amélioration de ces résultats peut être obtenue simplement en incluant dans le procédé de balayage des variations de pression (utilisation d'un venturi par exemple...) et/ou un chauffage plus efficace de la bouteille et/ou en augmentant le débit.

25 De préférence, le gaz de balayage (azote par exemple) a la forme d'un flux laminaire dans la bouteille. Ceci limite les phénomènes de convection d'azote dans la bouteille et génère une remontée optimum d'azote chargé d'humidité vers la sortie de la bouteille. Pour générer un tel flux laminaire la vitesse du gaz est de préférence inférieure ou égale à 0,5 m/se environ.

30 Cette bouteille 1 de test ainsi préparée a ensuite été remplie à une pression de 30 bar avec de l'azote de type commercialisé sous la marque « Alphagaz 2 » par la demanderesse (moins de 0.5 ppm d'eau et 0.1 ppm d'oxygène) et vidangée jusqu'à la pression de 1.5 ± 0.2 bar. Les concentrations en oxygène et en eau

contenues dans la bouteille 1 ont été mesurées durant la vidange. Il a été constaté que cette méthode était déjà suffisante pour avoir une quantité totale d'impureté inférieure à 10 ppm (c'est-à-dire un grade ce qui correspond à une pureté de N50 pur à 99,999%).

- 5 Cette méthode peut être adaptée pour obtenir de meilleurs résultats, par exemple : 200 ppb d'oxygène et 4 ppm d'humidité à 20 bar.

De préférence, un rideau de gaz neutre est réalisé avant et/ou pendant la mise en place du robinet/valve (lorsque la bouteille est ouverte) comme décrit plus en détail ci-après.

- 10 Plusieurs bouteilles 1 peuvent être préparées simultanément (cf. figure 2) via des conduits 4, 5 avec vannes respectives 12, 13 et des rampes communes. Dans cette configuration; les robinets/valves (vanne+clapet de distribution+cartouche de purification éventuelle) peuvent être fixés les uns après les autres pendant que les autres bouteilles 1 sont laissées sous balayage de gaz
15 G pendant cette opération de montage/démontage.

- Dans le cas d'un remplissage de gaz de haute pureté avec des niveaux d'impureté de l'ordre du ppm il est possible, après préparation, de mettre à la place d'un purificateur, un robinet de bouteille puis de faire deux cycles de remplissage à 100 bar avec le gaz à remplir puis vidange complète de la bouteille
20 pour abaisser la concentration d'oxygène de 1% à 1ppm et d'azote de 100% à 100 ppm ce qui est tolérable sur l'azote lorsqu'il n'y a pas de spécification.

- Cette absence de spécification pour l'azote s'explique par le fait que ce composant n'est en général pas gênant pour les applications visées (gaz de laboratoire notamment). Dans le cas où la teneur en azote est plus critique et
25 contraignante, on utilisera par exemple la variante avec venturi décrite plus haut.

Quand le balayage de la bouteille 1 est terminé, l'organe 3 de fermeture (avec les conduits 4, 5 du système de balayage) doit être retiré pour pouvoir monter un robinet ou une valve/purificateur par exemple.

- En se référant aux figures 3 et 4, les conduits d'amenée 4 et d'évent 5
30 peuvent être concentriques, notamment au travers de l'organe 3 de fermeture et dans la bouteille 1. De plus, une sonde 14 de température (facultative) peut traverser l'organe 3 de fermeture pour contrôler la température dans la bouteille 1.

L'orifice de la bouteille 1 est refermé par un organe 3 en forme de disque. L'étanchéité peut être assurée par un joint 30 torique. L'organe 3 de fermeture est maintenu sur la bouteille de façon amovible au moyen par exemple d'une bride 11 (en une ou plusieurs parties) montée sur le col de la bouteille 1 (par exemple via un taraudage vissé sur un filetage 31 du col de la bouteille 1). Le maintien de l'organe 3 de fermeture sur la bouteille 1 peut être complété par un système d'organes d'accrochage (par exemple deux taquets 17 bloquant l'organe d'accrochage par rapport à la bride 11).

Après retrait des taquets 17, l'organe 3 de fermeture peut être retiré et, pour éviter de re-polluer l'intérieur de la bouteille balayée, le robinet ou équivalent doit être monté rapidement dans l'orifice de la bouteille 1.

Pour encore améliorer la préparation de la bouteille 1, la bride 11 peut être adaptée pour éviter que l'intérieur de la bouteille 1 soit en contact avec l'air ambiant au moment du démontage de l'organe 3 ainsi que pendant le montage du robinet/valve 2 (cf. figure 7).

A cet effet, la bride 11 peut être équipée d'une arrivée 8 de gaz neutre (azote par exemple) séparée du conduit 4 d'amenée. L'arrivée 8 d'azote alimente un canal 28 (interne de préférence) de la bride 11 débouchant par une fente 18 de préférence circulaire pour créer un rideau R au niveau de l'orifice. La fente 18 est concentrique à l'orifice de la bouteille 1 et oriente le gaz de rideau par exemple sensiblement perpendiculairement à l'axe vertical de la bouteille 1. Le gaz crée ainsi un rideau R qui protège de l'air ambiant l'intérieur de la bouteille 1 ouverte.

En mettant en action le rideau R d'azote préalablement à ces opérations de montage/démontage (organe 3/robinet), l'intérieur de la bouteille 1 est mieux protégé d'une pollution extérieure en air, et les bénéfices du balayage antérieur sont mieux préservés.

L'invention, tout en étant de structure simple et peu coûteuse, permet de préparer des bouteilles de façon que le gaz délivré à l'utilisateur soit en accord avec les spécifications du produit. De plus, l'invention permet de conserver la structure des composants de clapets de purification tels que décrits en préambule. L'invention ne nécessite pas, quelles que soient les préparations, d'équipement supplémentaire à ceux nécessaires pour les gaz de qualité standard.

L'invention s'applique à tout type de bouteilles de fluide sous pression. L'invention s'applique notamment à toute bouteille destinée à recevoir un clapet/robinet (pourvu ou non d'un organe de purification et permettant ou non de faire le vide dans la bouteille).

REVENDEICATIONS

1. Procédé de préparation d'au moins une bouteille de gaz sous pression comprenant une purification du volume intérieur de la bouteille (1) au moyen d'un gaz neutre tel que l'azote, caractérisé en ce que la purification comprend une étape de balayage continu du volume intérieur de la bouteille (1) par un flux de gaz neutre sous pression pendant une durée déterminée, l'étape de balayage comprenant, en simultané, d'une part l'introduction en continu de gaz neutre et, d'autre part, l'évacuation de gaz neutre ayant balayé le volume intérieur de la bouteille (1).
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le gaz neutre de balayage est chauffé préalablement à son introduction dans la bouteille (1) à une température comprise entre 20°C et 120°C et de préférence entre 50°C et 90°C.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le gaz neutre de balayage est introduit dans la bouteille (1) à un débit compris entre 1l/min et 100 à 200 m³/heure et de préférence entre 50 litres/min et 200 litres/min
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que, lors de l'introduction de gaz, le gaz neutre débouche dans la bouteille (1) au niveau d'une première extrémité de la bouteille (1) et en ce que, lors de l'évacuation le gaz quitte l'intérieur de la bouteille au niveau d'une seconde extrémité, les première et seconde extrémités étant sensiblement opposées.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il comporte une étape de mesure d'au moins une impureté parmi : l'humidité (eau), l'oxygène, le gaz carbonique, H₂, NO_x, CO, THC, CH₄, SO₂, H₂S dans le gaz neutre ayant balayé le volume intérieur de la bouteille (1) et en ce que l'étape de balayage est maintenue tant que la teneur de la ou des impuretés ne descend pas en dessous d'un seuil prédéterminé.
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'il comporte, à l'issue de l'étape de balayage, une étape

de projection d'un rideau (R) de gaz neutre au niveau de l'orifice de la bouteille (1) et une étape de montage, dans l'orifice de la bouteille, d'un système (2) de valve/robinet, l'étape de projection d'un rideau (R) de gaz neutre étant réalisée préalablement et éventuellement simultanément à l'étape de montage du système (2) de valve/robinet.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce l'étape l'introduction et l'évacuation de gaz neutre est réalisée au travers d'un organe (3) d'obturation amovible de l'orifice de la bouteille (1).

8. Dispositif de préparation d'une bouteille de gaz sous pression de mise en œuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant un organe (3) d'obturation destiné à obturer de façon amovible l'orifice de la bouteille (1), un conduit (4) d'amenée de gaz neutre de balayage traversant l'organe (3) d'obturation possédant une extrémité destinée à être située à l'extérieure de la bouteille (1) et une extrémité destinée à être située à l'intérieur de la bouteille (1), un conduit (5) d'évent traversant l'organe (3) d'obturation possédant une extrémité destinée à être située à l'extérieure de la bouteille (1) et une extrémité destinée à être située à l'intérieur de la bouteille (1).

9. Dispositif selon la revendication 8 caractérisé en ce que l'extrémité intérieure du conduit (4) d'amenée est décalée par rapport à l'extrémité intérieure du conduit (5) d'évent, pour favoriser une circulation et un brassage du gaz de balayage dans la bouteille (1).

10. Dispositif selon la revendication 8 ou 9 caractérisé en ce que l'extrémité extérieure du conduit (4) d'amenée est associée à un organe (6) de chauffage.

11. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 8 à 10, caractérisé en ce que les conduits (4) d'amenée et de d'évent (5) comportent des portions concentriques, notamment au niveau de la zone traversant l'organe (3) d'obturation.

12. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 8 à 11, caractérisé en ce qu'il comporte un conduit (8) d'alimentation destiné à déboucher au niveau de l'entrée (E) de l'orifice de la bouteille (1) pour

projeter un rideau (R) de gaz neutre de protection de l'entrée de polluants dans la bouteille (1).

5 13. Dispositif selon la revendication 12, caractérisé en ce que le conduit (8) d'alimentation comprend une buse (18) terminale de projection de forme générale circulaire concentrique à l'orifice d'entrée (E) de la bouteille (1).

14. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 8 à 13, caractérisé en ce qu'il comporte une bride (11) de montage destinée à coopérer en fixation avec d'une part avec la bouteille (1) et d'autre part avec l'organe (3) d'obturation pour maintenir ce dernier sur la bouteille (1).

10 15. Dispositif selon la revendication 14 prise en combinaison avec l'une quelconque des revendications 12 ou 13, caractérisé en ce que le conduit (8) d'alimentation est formé dans la bride (11) de montage.

2/4

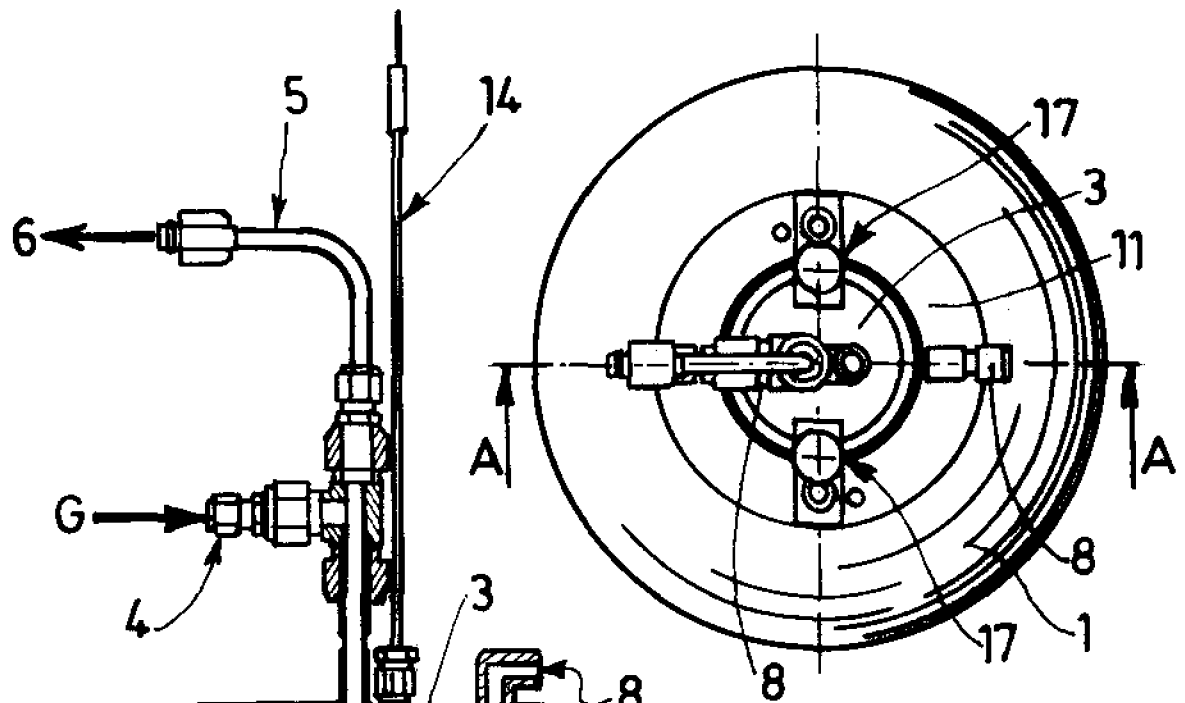


FIG.3

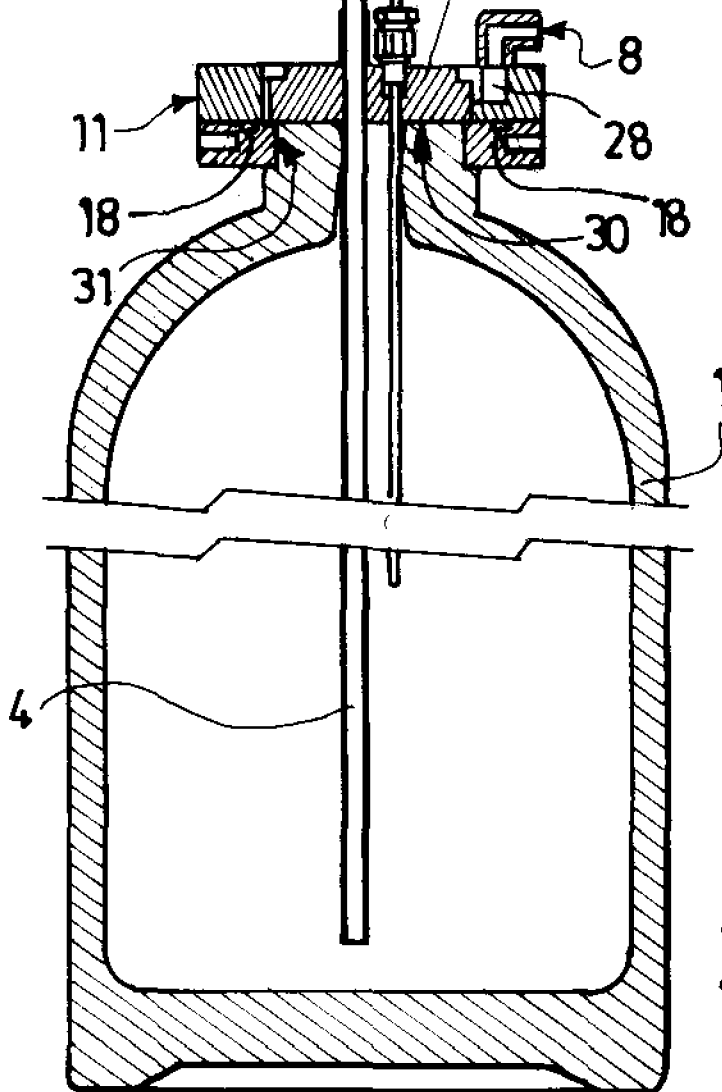


FIG.4

3/4

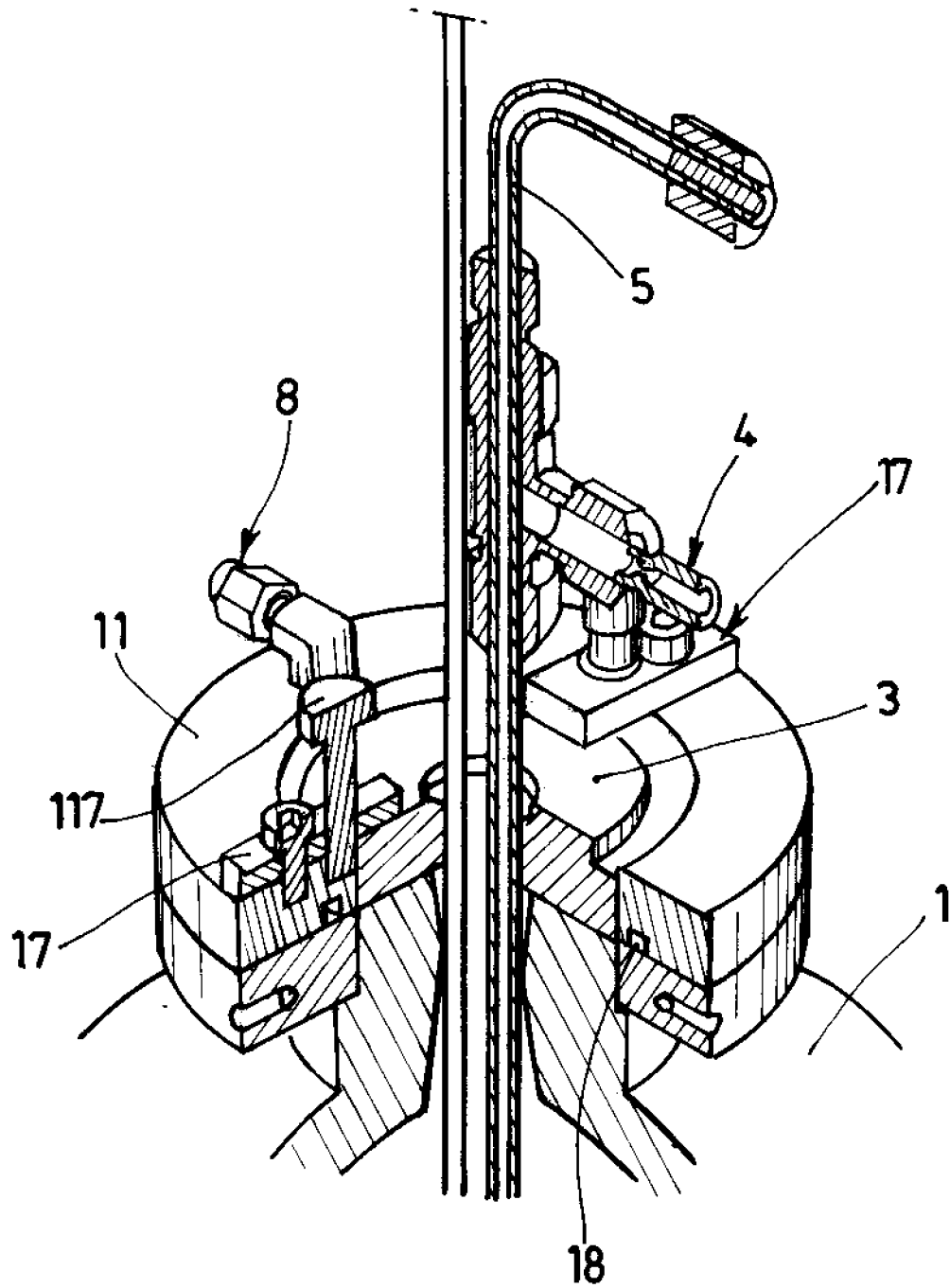


FIG. 5

4/4

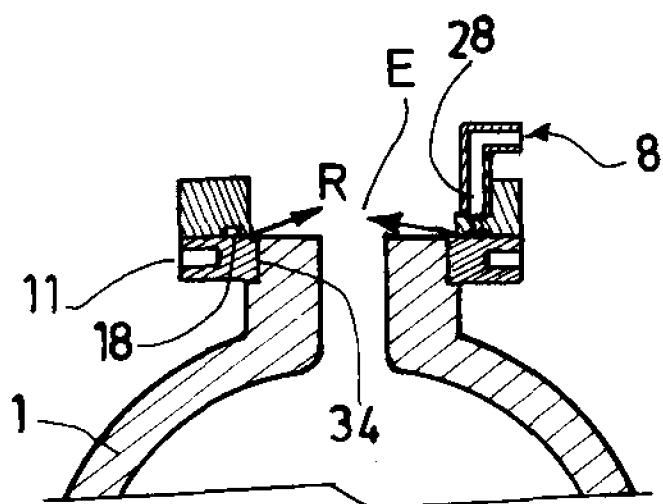


FIG. 6

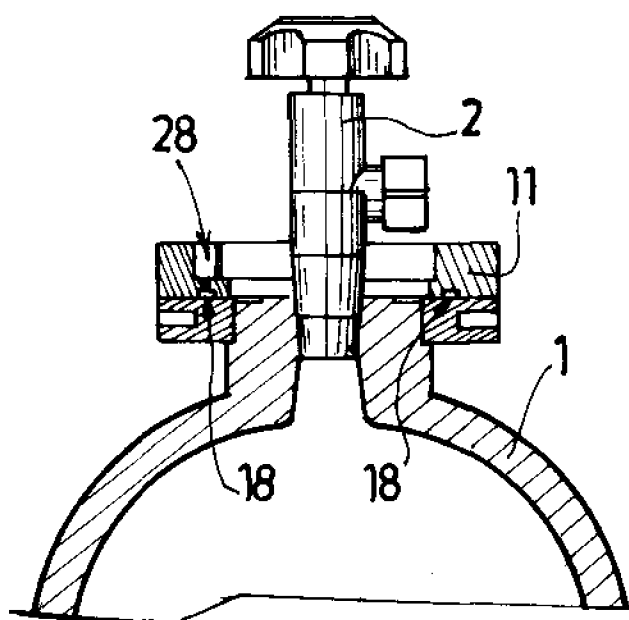


FIG. 7

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/FR2008/050510

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. F17C13/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
F17C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 727 557 A (AIR LIQUIDE [FR]) 21 August 1996 (1996-08-21) the whole document	1-5,7
A	-----	6
X	WO 01/67877 A (AIR LIQUIDE [FR]; AUDY STEPHANE [CA]; LABERGE FABRICE [CA]; YUAN JAMES) 20 September 2001 (2001-09-20) the whole document	1-5,7
X	FR 2 779 070 A (AIR LIQUIDE [FR]) 3 December 1999 (1999-12-03) the whole document	1-5,7
X	WO 01/05653 A (LINDE GAS AG [DE]; FLYTEX [DE]; SILLAT DIETHARD [DE]; SAUER THOMAS C []) 25 January 2001 (2001-01-25) the whole document	1-5,7
	----- -/--	



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *&* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

9 septembre 2008

Date of mailing of the international search report

17/09/2008

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Nicol, Boris

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/FR2008/050510

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	FR 2 878 312 A (AIR LIQUIDE [FR]) 26 May 2006 (2006-05-26) -----	
X	FR 2 779 212 A (AIR LIQUIDE [FR]) 3 December 1999 (1999-12-03) the whole document	8-12, 14, 15
A	-----	13
A	EP 1 367 316 A (AIR PROD & CHEM [US]) 3 December 2003 (2003-12-03) -----	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/FR2008/050510

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0727557	A	21-08-1996	CA 2169600 A1 DE 69608716 D1 DE 69608716 T2 DK 727557 T3 FR 2730790 A1 JP 8312898 A US 5676736 A	18-08-1996 13-07-2000 09-11-2000 21-08-2000 23-08-1996 26-11-1996 14-10-1997
WO 0167877	A	20-09-2001	AU 5171601 A CA 2398332 A1 EP 1265488 A2 US 2002025364 A1	24-09-2001 20-09-2001 18-12-2002 28-02-2002
FR 2779070	A	03-12-1999	EP 0972557 A1 JP 2000051636 A TW 457118 B US 6235087 B1	19-01-2000 22-02-2000 01-10-2001 22-05-2001
WO 0105653	A	25-01-2001	AT 260204 T AU 6435500 A DE 19934015 A1 EP 1206381 A1 US 6722396 B1	15-03-2004 05-02-2001 08-02-2001 22-05-2002 20-04-2004
FR 2878312	A	26-05-2006	NONE	
FR 2779212	A	03-12-1999	NONE	
EP 1367316	A	03-12-2003	US 2005274422 A1 US 2003213521 A1	15-12-2005 20-11-2003

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°
PCT/FR2008/050510

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. F17C13/00

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
F17C

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	EP 0 727 557 A (AIR LIQUIDE [FR]) 21 août 1996 (1996-08-21) le document en entier	1-5,7
A	-----	6
X	WO 01/67877 A (AIR LIQUIDE [FR]; AUDY STEPHANE [CA]; LABERGE FABRICE [CA]; YUAN JAMES) 20 septembre 2001 (2001-09-20) le document en entier	1-5,7
X	FR 2 779 070 A (AIR LIQUIDE [FR]) 3 décembre 1999 (1999-12-03) le document en entier	1-5,7
X	WO 01/05653 A (LINDE GAS AG [DE]; FLYTEX [DE]; SILLAT DIETHARD [DE]; SAUER THOMAS C []) 25 janvier 2001 (2001-01-25) le document en entier	1-5,7
	----- -/-	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- *T* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- *X* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- *Y* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- *&* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

9 septembre 2008

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

17/09/2008

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Nicol, Boris

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2008/050510

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	FR 2 878 312 A (AIR LIQUIDE [FR]) 26 mai 2006 (2006-05-26) -----	
X	FR 2 779 212 A (AIR LIQUIDE [FR]) 3 décembre 1999 (1999-12-03) le document en entier	8-12,14, 15
A	-----	13
A	EP 1 367 316 A (AIR PROD & CHEM [US]) 3 décembre 2003 (2003-12-03) -----	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2008/050510

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0727557	A	21-08-1996	CA 2169600 A1	18-08-1996
			DE 69608716 D1	13-07-2000
			DE 69608716 T2	09-11-2000
			DK 727557 T3	21-08-2000
			FR 2730790 A1	23-08-1996
			JP 8312898 A	26-11-1996
			US 5676736 A	14-10-1997
WO 0167877	A	20-09-2001	AU 5171601 A	24-09-2001
			CA 2398332 A1	20-09-2001
			EP 1265488 A2	18-12-2002
			US 2002025364 A1	28-02-2002
FR 2779070	A	03-12-1999	EP 0972557 A1	19-01-2000
			JP 2000051636 A	22-02-2000
			TW 457118 B	01-10-2001
			US 6235087 B1	22-05-2001
WO 0105653	A	25-01-2001	AT 260204 T	15-03-2004
			AU 6435500 A	05-02-2001
			DE 19934015 A1	08-02-2001
			EP 1206381 A1	22-05-2002
			US 6722396 B1	20-04-2004
FR 2878312	A	26-05-2006	AUCUN	
FR 2779212	A	03-12-1999	AUCUN	
EP 1367316	A	03-12-2003	US 2005274422 A1	15-12-2005
			US 2003213521 A1	20-11-2003