

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11)

Veröffentlichungsnummer: **0 149 843**
B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45)

Veröffentlichungstag der Patentschrift:
28.12.88

(51)

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

(21)

Anmeldenummer: **84116275.3**

(22)

Anmeldetag: **24.12.84**

(54)

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

(30)

Priorität: **24.01.84 DE 3402292**

(73)

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

(43)

Veröffentlichungstag der Anmeldung:
31.07.85 Patentblatt 85/31

(72)

Erfinder: **Büschkens, Guido, Egelsberg 58 a., D-4150 Krefeld-Traar (DE)**
Erfinder: **Nobis, Peter, Donastrasse 40, D-4040 Neuss 21 (DE)**

(45)

Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
28.12.88 Patentblatt 88/52

(84)

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

(56)

Entgegenhaltungen:
FR-A- 1 497 036
FR-A- 2 397 591

EP 0 149 843 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Absperrn und/oder Dosieren einer Flüssigkeit nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1 und eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach dem Oberbegriff des Anspruchs 6.

Beim Dosieren kleiner Mengen eines tiefsiedenden, verflüssigten Gases, speziell mit einem LN_2 -Dosiergerät, muss ein gleichmässiger, störungsfreier und jederzeit absperrbarer Durchsatz des flüssigen Gases, der bei Bedarf auch taktweise geschaltet werden kann, erreicht werden.

Aus der DE-A-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.

Weiterhin ist aus der DE-A-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.

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 Betriebs durch Luftfeuchtigkeit hervorgerufene Eiskristalle an dem Ventilsitz zu einem ungleichmässigen Fluss des flüssigen Gases.

In der FR-A-1497036 wird ein Umfüllverfahren beschrieben, mit dem bei einfacher Bedienung die Möglichkeit der Umfüllung sehr grosser Flüssigkeitsmengen in sehr kurzer Zeit ermöglicht werden soll. Hierzu wird unter einer Kappe, die eine Umfülleitung abdeckt, ein unter erhöhtem Druck stehendes Gaspolster aufgebaut, mit dem die Leitungsöffnung verschlossen wird (Tauchglockenprinzip). Der Druck des unter der Kappe geförderten Gases erhöht sich in Abhängigkeit von der Höhe des Flüssigkeitsspiegels. Dieses unter der Kappe erzeugte Gaspolster muss nur einmal aufgebaut werden und sperrt dann den Durchfluss der Flüssigkeit durch die Umfülleitung ohne weitere Zuführung eines Druckgases.

Dabei kann dieses Gaspolster die Umfülleitung nur gegen den Durchfluss der Flüssigkeit des Behälters sperren, wenn in Fliessrichtung der Flüssigkeit die Leitungsöffnung mit der Kappe abgedeckt oder wenn der obere Abschnitt der Umfülleitung um 180° gedreht ist.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein störungsfreies Absperrn und/oder Dosieren eines tiefsiedenden, verflüssigten Gases in einfacher Art und Weise zu ermöglichen. Hierbei soll

eine Unterbrechung der Zufuhr des Verschlussgases zu einem sofortigen Austritt des verflüssigten Gases aus der Auslauföffnung führen.

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.

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 Auslauföffnung und die Kammer, ggf. aber auch das Gesamtsystem (Behälter, Leitung) mit trockenem Gas gespült werden.

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

Es zeigen:

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

Fig. 2 zwei Ausbildungen der Absperrvorrichtung nach der Erfindung;

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

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 innerhalb des Behälters 3 angeordnete Auslauföffnung 4 für verflüssigtes Gas und in seinem oberen Teil mehrere Abzugsöffnungen 5 für verdampft Gas enthält.

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.

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.

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. Zwi-

schen 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.

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. 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 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 flüchtigem 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 Verschlussgases in die Kammer 15 sicher gesperrt. Dabei wird durch die Anordnung des in der Auslauföffnung 4 beinhaltenen 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 Verschlussgases in den Zwischenraum 8 auch während der Sperrung des Flüssigkeitsstrahles eine Kühlung der Vorrichtung erzielt. Hierbei wird mit einem Absperrdruck von insbesondere 0,1 bis 0,4 bar über dem Druck des flüssigen Stickstoffes bei geringstem Gasverbrauch ein ausreichender Verschlussdruck 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 Absperrdruck durch die Anord-

nung 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 cm^3 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 N_2 -flüssig bzw. N_2 -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 Verschlussgases, welche in horizontaler oder vertikaler Lage (strichlinierte Darstellung) an die Kammer 15 angeschlossen werden kann.

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 15 ist die Leitung 16 zur Zufuhr des Verschlussgases angeschlossen.

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 hierbei durch die innerhalb des rohrförmigen Behälters 3 erhaltene Gasblase gebildet.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Absperrren und/oder Dosieren einer Flüssigkeit, welche aus einer Auslauföffnung (4) eines Behälters (3) fliessen kann, wobei zum Absperrren der ausfliessenden Flüssigkeit eine unter erhöhtem Druck stehende Gasblase vor der Auslauföffnung (4) aufgebaut wird und der erhöhte Druck der Gasblase mindestens dem in der Umgebung der Auslauföffnung (4) herrschenden Gesamtdruck der Flüssigkeit entspricht, dadurch gekennzeichnet, dass der Behälter (3) kälteisoliert ist und mit einem tiefsiedenden, verflüssigten Gas gefüllt ist und dass innerhalb des Behälters (3) ein poröser Körper (13) vor der Auslauföffnung (4) angeordnet ist und die Gasblase zwischen dem porösen Körper (13) und der Auslauföffnung (4) aufgebaut und durch kontinuierliche Zufuhr eines Verschlussgases aufrechtgehalten wird.

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.

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 wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Behälter (3) zur Auslauföffnung (4) unter einem 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 einem horizontal ansteigenden Winkel von grösser 15 Grad angeordnet wird.

6. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1 mit einem Behälter, welcher eine Auslauföffnung (4) für eine Flüssigkeit und einer dieser zugeordneten Absperrvorrichtung enthält, wobei die Absperrvorrichtung von einer separaten Kammer (15) gebildet wird, die einen Zulauf für die Flüssigkeit aufweist und die an eine Leitung zur Zufuhr eines Verschlussgases angeschlossen ist, dadurch gekennzeichnet, dass der Behälter kälteisoliert ist und mit einem tiefsiedenden Gas gefüllt ist und der Zulauf (20) der Kammer (15) als poröser Körper (13) ausgebildet ist.

7. Vorrichtung nach Anspruch 6, 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.

8. Vorrichtung nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Gesamtöffnungen (34) des porösen Körpers (13) grösser sind als die Auslauföffnung (4).

9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass der poröse Körper (13) ein topfförmiger Sinterkörper ist.

Claims

1. Process for the shutting-off and/or metering of a liquid, which can flow from an outlet opening (4) of a tank (3), a gas bubble being built up under increased pressure ahead of the outlet opening (4) for the shutting-off of the outflowing liquid and the increased pressure of the gas bubble being equivalent at least to the overall pressure of the liquid prevailing in the vicinity of the outlet opening (4), characterized in that the tank (3) is insulated against low temperatures and is filled with a low-boiling, liquefied gas and in that, within the tank (3), a porous body (13) is arranged ahead of the outlet opening (4) and the gas bubble is built up between the porous body (13) and the outlet opening (4) and is maintained by continuous supply of a closure gas.

2. Process according to Claim 1, characterized in that the gas bubble is maintained with a shut-off pressure of 0.1 to 5 bar above the pressure of the liquefied gas.

3. Process according to Claim 1 or 2, characterized in that the gas bubble is maintained with a shut-off pressure of 0.1 to 0.4 bar above the pressure of the liquefied gas.

4. Process according to one of Claims 1 to 3, characterized in that the tank (3) is arranged at a horizontally rising angle (19) with respect to the outlet opening (4).

5. Process according to one of Claims 1 to 4, characterized in that the tank (3) is arranged at a horizontally rising angle of more than 15 degrees with respect to the outlet opening (4).

6. Apparatus for implementation of the process according to Claim 1, with a tank which contains an outlet opening (4) for a liquid and a shut-off device assigned to the latter, the shut-off device being formed by a separate chamber (15), which has an inflow for the liquid and which is connected to a line for the supply of a closure gas, characterized in that the tank is insulated against low temperatures and is filled with a low-boiling gas and the inflow (20) of the chamber (15) is designed as a porous body (13).

7. Apparatus according to Claim 6, characterized in that the chamber (15) and the body (22) containing the outlet opening (4) are arranged with a spacing (21) within the tank (3) and are surrounded by the liquefied gas.

8. Apparatus according to Claim 6 or 7, characterized in that the total openings (34) of the porous body (13) are greater than the outlet opening (4).

9. Apparatus according to one of Claims 6 to 8, characterized in that the porous body (13) is a potshaped sintered body.

Revendications

1. Procédé d'obturation et/ou de dosage d'un liquide qui peut s'écouler par un orifice de sortie

(4) d'un réservoir (3), l'obturation pour le liquide qui s'écoule se faisant à l'aide d'une poche de gaz à pression plus élevée se trouvant en amont de l'orifice de sortie (4) et la pression plus élevée de la poche de gaz correspond au moins à la pression d'ensemble du liquide qui règne dans l'environnement de l'orifice de sortie (4), procédé caractérisé en ce que le réservoir (3) est isolé au froid et est rempli d'un gaz liquéfié à très basse température d'ébullition et en ce qu'à l'intérieur du réservoir (3) on a un corps poreux (13) en amont de l'orifice de sortie (4) et la poche de gaz est formée entre le corps poreux (13) et l'orifice de sortie (4) et est maintenue par la fourniture en continu d'un gaz de fermeture.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la poche de gaz est maintenue à une pression d'obturation de 0,1 à 5 bars au-dessus du niveau de pression du gaz liquéfié.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que la poche de gaz est maintenue à une pression d'obturation de 0,1 à 0,4 bar au-dessus de la pression du gaz liquéfié.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le réservoir (3) est placé avec un angle (19) croissant par rapport à la direction horizontale vers l'orifice de sortie (4).

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le réservoir (3) est incliné

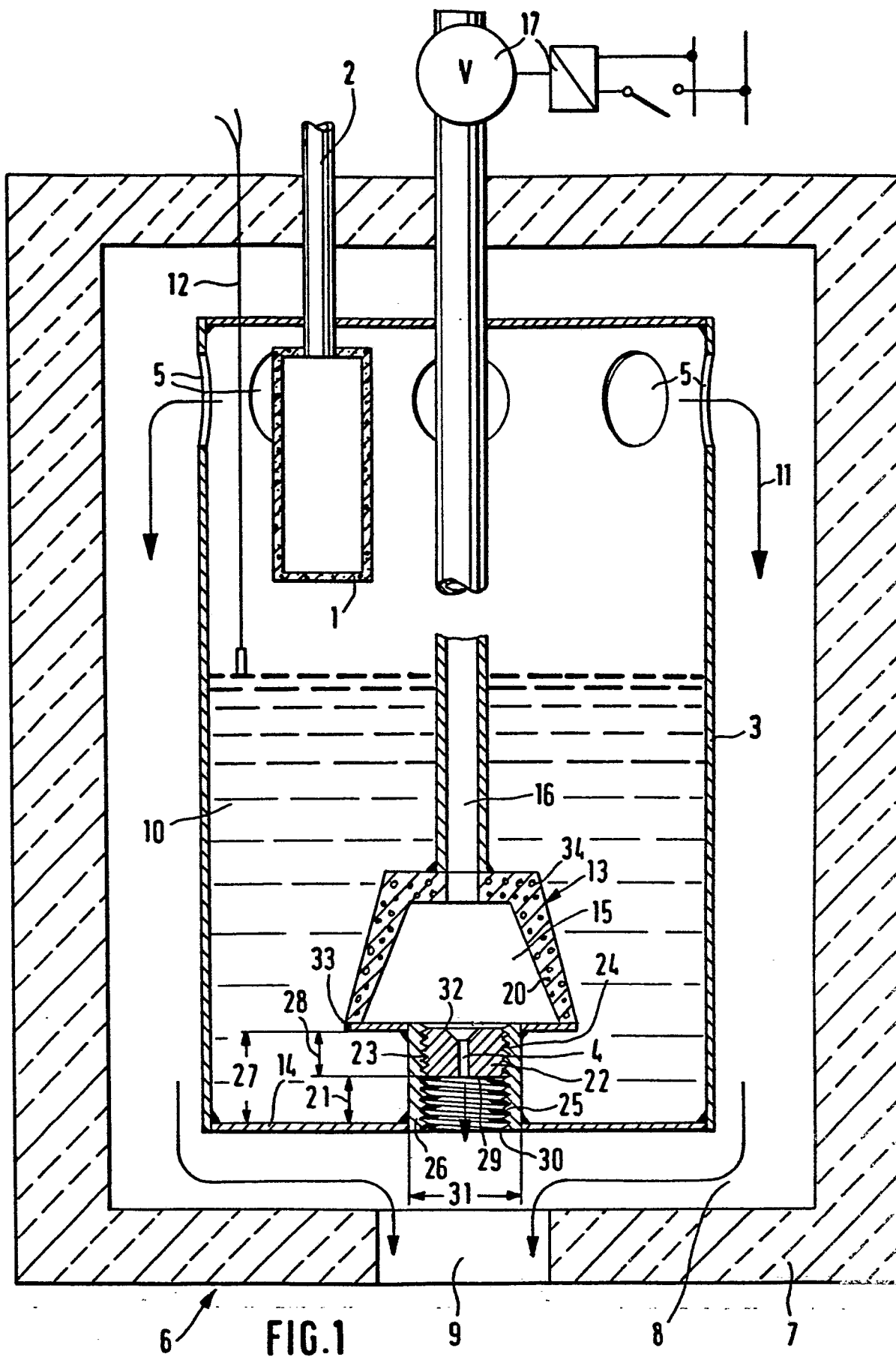
par rapport à l'horizontale et en direction de l'orifice de sortie (4) suivant un angle croissant supérieur à 15°.

6. Dispositif pour la mise en œuvre du procédé selon la revendication 1, à l'aide d'un réservoir comportant un orifice de sortie (4) pour un liquide et un dispositif d'obturation ou de fermeture associé à celui-ci, le dispositif d'obturation étant formé par une chambre distincte (15) qui comporte une alimentation en liquide et une conduite pour l'alimentation d'un gaz d'obturation, dispositif caractérisé en ce que le réservoir est isolé au froid et est rempli d'un gaz à très faible température d'ébullition et l'alimentation (20) de la chambre (15) est constituée par un organe poreux (13).

7. Dispositif selon la revendication 6, caractérisé en ce que la chambre (15) et le corps (22) muni de l'orifice de sortie (4) sont prévus à une distance (21) à l'intérieur du réservoir (3) et sont entourés par le gaz liquéfié.

8. Dispositif selon la revendication 6 ou 7, caractérisé en ce que toutes les ouvertures (34) du corps poreux (13) sont supérieures à l'ouverture de sortie (4).

9. Dispositif selon l'une des revendications 6 à 8, caractérisé en ce que le corps poreux (13) est un corps fritté en forme de cloche.



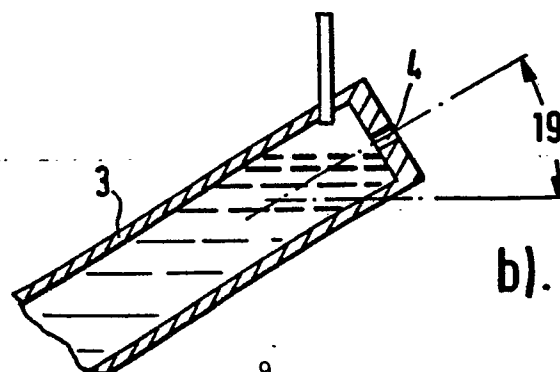
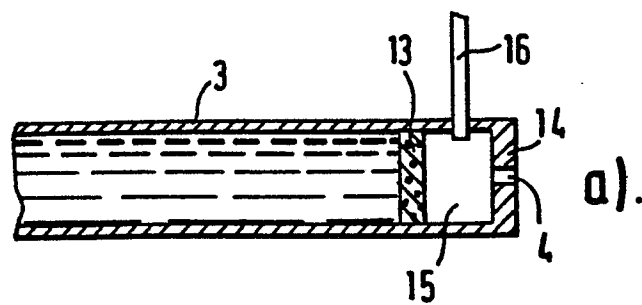
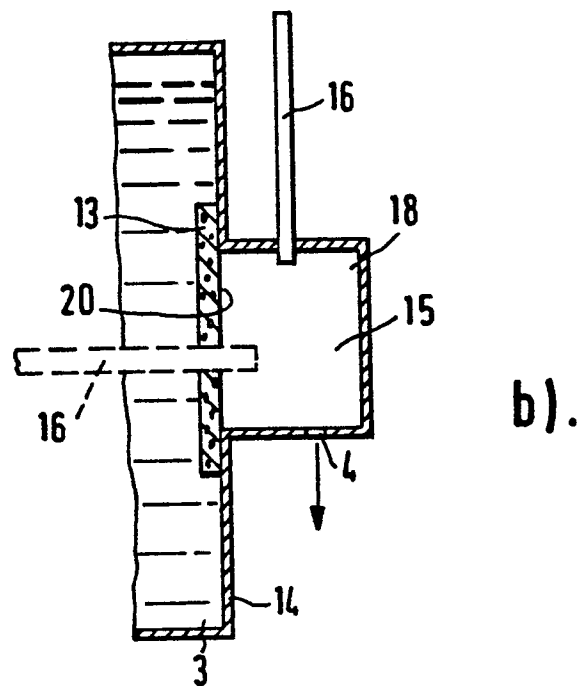
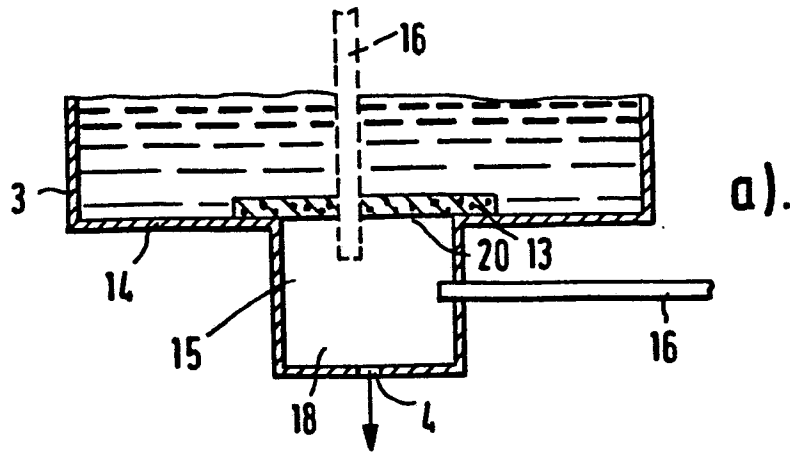


FIG. 2

FIG. 3