

19



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



11 Veröffentlichungsnummer: **0 322 547 B1**

12

## EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

45 Veröffentlichungstag der Patentschrift: **29.07.92**

51 Int. Cl.<sup>5</sup>: **B65D 51/24**, B65D 39/00,  
B01L 3/14

21 Anmeldenummer: **88118842.9**

22 Anmeldetag: **11.11.88**

54 **Gefriertrocknungs-Stopfen.**

30 Priorität: **24.12.87 DE 3744173**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**05.07.89 Patentblatt 89/27**

45 Bekanntmachung des Hinweises auf die  
Patenterteilung:  
**29.07.92 Patentblatt 92/31**

84 Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE**

56 Entgegenhaltungen:  
**FR-A- 2 096 680**  
**GB-A- 984 149**  
**GB-A- 2 014 115**  
**GB-A- 2 026 995**

73 Patentinhaber: **HELVOET PHARMA N.V.**  
**Industriepark**  
**B-3820 Alken(BE)**

72 Erfinder: **Schrooten, Rik**  
**Ekselsebaan 1**  
**B-3571 Peer/Kleine Brogel(BE)**

74 Vertreter: **Empl, Karl et al**  
**Patentanwälte Dipl.-Ing. K. Empl Dipl.-Ing.,**  
**Dipl.-Wirtsch.-Ing. K. Fehners Schumanns-**  
**trasse 2**  
**W-8000 München 80(DE)**

**EP 0 322 547 B1**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents 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 einen Gefriertrocknungs-Stopfen aus gummielastischem Material, bestehend aus einem zur Einführung in den abzudichtenden Behälterhals bestimmten, eine im wesentlichen zylindrisch äußere Umfangsfläche mit einem Zapfen und einem einstückig daran angeformten, mit der unteren Begrenzungsfläche seines radial vorstehenden Randes eine erste Querebene definierende, im wesentlichen kreisscheibenförmigen Flansch, wobei der Zapfen einen die Zapfen-Längsachse umgebenden, zur freien Zapfen-Stirnseite offenen und sich im wesentlichen über die ganze Zapfenlänge erstreckenden Hohlraum enthält, der zur Umfangsfläche des Zapfens über wenigstens einen sich in Richtung der Zapfen-Längsachse erstreckenden Schlitz offen ist, der von der freien Zapfen-Stirnseite ausgeht und sich bis zu einer zur Zapfen-Längsachse lotrechten, in grober Näherung die freie Zapfenlänge halbierenden zweiten Querebene erstreckt und wobei der Zapfen über die Umfangsfläche vorspringende Erhebungen aufweist, deren axial äußeren Begrenzungen auf einer gemeinsamen, zur Zapfen-Längsachse lotrechten dritten Querebene liegen, die sich zwischen der zweiten Querebene und der freien Zapfen-Stirnseite sowie jeweils mit Abstand von diesen erstreckt.

Gefriertrocknungs-Stopfen dieser Art sind bekannt (FR-A-2 096 680: Fig. 7 - 12) und weisen einen Zapfen auf, dessen Hohlraum zur seitlichen Umfangsfläche über zwei Schlitze offen ist, die sich diametral gegenüberliegen. Die von der seitlichen Umfangsfläche vorspringenden Erhebungen, welche eine stabile Zwischenstellung bei teilweisem Eindrücken des Stopfens in den Behälterhals definieren, sind von einem ersten Ringwulst gebildet, der im Querschnitt die Form eines Dreiecks aufweist und der mit seiner scharfen Außenkante in der dritten Querebene liegt. Der Ringwulst erstreckt sich, abgesehen von den durch die beiden Schlitze bedingten Unterbrechungen, über die gesamte äußere Umfangsfläche des Zapfens. Zwischen diesem Ringwulst und der freien Zapfen-Stirnfläche ist ein zweiter, im Prinzip gleich ausgebildeter Ringwulst von größerer axialer Erstreckung und etwas geringerem Durchmesser ausgebildet, wobei die zwischen den beiden Ringwülsten gelegene Sohle einen Durchmesser aufweist, der im wesentlichen dem Durchmesser der äußeren zylindrischen Umfangsfläche des Zapfens entspricht.

Nachdem ein Behälter mit dem einer Gefriertrocknung zu unterwerfendem Gut gefüllt ist, wird der Zapfen des Stopfens nur teilweise bis zu einer ersten Position eingedrückt, welche durch Anlage der Erhebungen bzw. der ersten Ringwulst an der Stirnfläche des Behälterhalses definiert ist. In dieser ersten Position steht das Innere des Behälters

mit seiner Umgebung noch über die Schlitze in Verbindung, so daß während der Gefriertrocknung Dämpfe und Gase austreten können. Ist dieser Vorgang beendet, wird der Stopfen mittels einer maschinellen Einrichtung ganz eingedrückt, d.h. in eine zweite Position gebracht, in welcher der nicht von den Schlitzen unterbrochene erste zylindrische Abschnitt des Zapfens die vollständige Abdichtung bewirkt.

In der Praxis treten zwei unterschiedliche Behältertypen auf, nämlich ein erster Behältertyp aus Röhrenglas, bei dem der Hals innen völlig zylindrisch ist und ein zweiter, als Glashüttenbehälter bezeichneter Typ, bei dem der Hals zwar über den größten Teil seiner den Stopfen aufnehmenden Länge ebenfalls zylindrisch geformt ist, aber unmittelbar am Übergang zur Hals-Stirnfläche eine Hinterblasung (blow back) aufweist, welche als kleiner, radial nach innen vorstehender umlaufender Grat in Erscheinung tritt. Wird ein nur für den ersten Behältertyp ausgelegter Stopfen für einen Behälter des zweiten Typs gleichen Nenndurchmessers verwendet, so bewirkt der Grat größere Einpreßkräfte. Ferner wird durch die linienförmige Anlage des Grates die Standfestigkeit des Stopfens in der erwähnten ersten Position vermindert. Diese Standfestigkeit könnte zwar durch eine Verlängerung des in der ersten Position einstehenden Zapfen-Abschnittes und damit Verlängerung des gesamten Zapfens verbessert werden. Eine große Zapfenlänge ist aber unerwünscht, weil sie das Aufstellen der Stopfen mit dem Flansch nach unten in Sortiermaschinen erschwert, größeren Materialbedarf erfordert und den Strömungswiderstand des Schlitzes vergrößert. Ferner ist die Bereitstellung unterschiedlicher Stopfen für verschiedene Behältertypen mit gleichem Hals-Nenndurchmesser wegen der erforderlichen zusätzlichen Formen für die Herstellung und der vergrößerten Lagerhaltung nachteilig.

Der bekannte Gefriertrocknungs-Stopfen besitzt zwar in der ersten Eindruckposition bei Glashüttenbehältern durch Einrasten des Grates zwischen den beiden Ringwülsten eine stabile Lage. Bei weiterem Einpressen zwecks Überführung in die zweite Eindruckposition müssen aber relativ starke Kräfte aufgebracht werden, wobei die beiden durch die Schlitze getrennten Zapfenteile radial nach innen verbogen werden und sich die hierdurch bedingte Verformung bis in die Dichtfläche des Zapfens fortsetzt.

Aufgabe der Erfindung ist es, einen für gleiche Hals-Nenndurchmesser aufweisende Behälter aus Röhrenglas und für Glashüttenbehälter einsetzbaren Gefriertrocknungs-Stopfen der eingangs genannten Art so weiterzubilden, daß dieser in beiden Anwendungsflällen vorteilhafte Eigenschaften aufweist, insbesondere hinsichtlich Materialbedarf, ein-

facher maschineller Verarbeitbarkeit, dichten Sitzes in der Schließposition bei geringer Einpreßkraft.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß der Zapfen nur einen Schlitz aufweist, daß die Erhebungen durch eine Mehrzahl von mit Abstand angeordneten Nocken gebildet sind, daß in dem axialen Abschnitt der äußeren Umfangsfläche, der zwischen der die Nocken axial außen begrenzenden dritten Querebene und der freien Zapfen-Stirnseite gelegen ist, eine in einer zur Zapfen-Längsachse lotrechten vierten Querebene verlaufende Nut ausgebildet ist, wobei der Abstand der axial inneren Seitenwand der Nut von der dritten Querebene geringer als die axiale Weite der Nut ist. Durch diese Ausbildung nur eines Schlitzes erhält der Zapfen im Vergleich zu einer mehrfach geschlitzten Ausbildung eine größere Biegesteifigkeit bei gleichem Materialaufwand, wobei auch noch in erwünschter Weise die Querschnittsfläche des Zapfenhohlraumes vergrößert wird, was insbesondere für die Entnahme des Behälterinhalts mittels einer Kanüle von Bedeutung ist. Die mit Abstand angeordneten Nocken besitzen im Vergleich zu durchgehenden Ringwülsten geringeres Materialvolumen. Bei vollständigem Eindrücken des Stopfens kann daher, unterstützt durch die unmittelbar benachbarte Nut, das Material der Nocken in die nähere Umgebung relativ leicht verdrängt werden, so daß die Verbiegung des Zapfens reduziert wird und sich dadurch auch Verformungen in dem an den Stopfen-Flansch angrenzenden Bereich der zylindrischen Umfangsfläche vermeiden lassen, welche für die Dichtigkeit des Stopfens maßgeblich ist.

Vorzugsweise liegt die axial innere Seitenwand der Nut in der dritten Querebene, d.h. stellt eine radial innere Verlängerung der axial äußeren Begrenzungen der Nocken dar. Die axiale Weite der Nut, so wie deren Tiefe beträgt vorteilhaft wenigstens 0,8 mm.

Vorzugsweise sind drei Nocken vorgesehen, von denen ein Nocken diametral dem Schlitz gegenüberliegt, wobei seine Mitte in einer die Zapfen-Längsachse enthaltenden und durch die Mitte des Schlitzes verlaufenden ersten Längsebene liegt und daß die Mitten der beiden anderen Nocken jeweils in die Zapfen-Längsachse enthaltenden zweiten und dritten Längsebenen angeordnet sind, welche mit der ersten Längsebene gleich große Winkel von mehr als 90° einschließen, wobei die Nocken als längliche Wülste ausgebildet sind, deren Länge in Umfangsrichtung wenigstens das 2,5-fache ihrer axialen Erstreckung beträgt.

Weitere Merkmale und Vorteile der Erfindung ergeben sich aus den Ansprüchen und der nachstehenden, nicht beschränkenden Erläuterung eines Ausführungsbeispiels der Erfindung anhand der Zeichnungen. In den Zeichnungen zeigt:

Fig. 1 in vergrößertem Maßstab eine Drauf-

sicht auf die Oberseite eines Gefriertrocknungs-Stopfens;

Fig. 2 in vergrößertem Maßstab eine Seitenansicht des Gefriertrocknungs-Stopfens, teilweise im Schnitt gemäß der Linie II-II in Fig. 1;

Fig. 3 in vergrößertem Maßstab eine andere Seitenansicht des Gefriertrocknungs-Stopfens, teilweise im Schnitt gemäß der Linie III-III in Fig. 1 und

Fig. 4 in vergrößertem Maßstab eine Draufsicht auf die Unterseite des Gefriertrocknungs-Stopfens.

Der Gefriertrocknungs-Stopfen ist in den Figuren 1 bis 4 in ca. 5-facher Vergrößerung dargestellt. Er besteht aus Gummi und enthält einen für die Einführung in den zu verschließenden Behälterhals bestimmten Zapfen 1 und einen damit einstückig ausgebildeten Flansch 2. Der Zapfen 1 hat, abgesehen von seiner in der Folge noch erläuterten speziellen Ausbildung, im Prinzip die Form eines Hohlzylinders, der einen zur freien Zapfen-Stirnseite 3 offenen Hohlraum 4 umgrenzt.

Der Flansch 2 weist einen seitlich über den Zapfen 1 vorstehenden Rand 2a auf, an dem eine untere, sich radial vom Zapfen nach außen erstreckende plane ringförmige Begrenzungsfläche 5 ausgebildet ist. Diese Begrenzungsfläche liegt in einer von der Zapfen-Längsachse A lotrecht durchdrungenen ersten Querebene  $Q_1$ , ist zur Anlage an der Stirnfläche des Behälterhals bestimmt und begrenzt die Einstecktiefe des Zapfens in dessen Verschlussposition. Der geschlossene zentrale Wandungsteil 2b des Flansches 2 begrenzt den Hohlraum 4 axial mit einer Innen-Wandfläche 6, die in einem die Zapfen-Längsachse A umgebenden Flächenbereich eben ist und in einer Querebene P liegt, welche in geringem Abstand zur ersten Querebene  $Q_1$  verläuft. Die vom Zapfen 1 abgekehrte Außenfläche 7 des Flansches 2 weist zwei jeweils angenähert halbkreisförmig verlaufende Vorsprünge 8 auf, deren Durchmesser klein bezüglich des Außendurchmessers des Flansches ist und die einen die Zapfen-Längsachse A umgebenden, für den Einstich einer Entnahmekanüle bestimmten Flächenbereich markieren. Von dem die Vorsprünge 8 umgebenden Flächenbereich der Außenfläche 7 stehen radial zur Zapfen-Längsachse A und unter gleichen Winkelabständen verlaufende weitere Vorsprünge 9 vor, welche verhindern, daß mit ihren Außenflächen aneinanderliegende Gefriertrocknungs-Stopfen aneinander oder an anderen Gegenständen haften und dadurch ihre Verarbeitung behindern.

In einem ersten Abschnitt  $Z_1$  seiner axialen Länge, welcher sich zwischen der ersten Querebene  $Q_1$  und einer zur Zapfenlängsachse A lotrechten, die Zapfenlänge in grober Näherung mittig

teilenden zweiten Querebene  $Q_2$  befindet, ist der Zapfen 1 vollwandig ausgebildet, d. h. er weist eine geschlossene äußere obere Umfangsfläche 10a auf. Diese Umfangsfläche ist von einer an die erste Querebene  $Q_1$  angrenzenden schmalen und flachen ringförmigen Vertiefung 10' und einer sich daran anschließenden, axial längeren Zylinderfläche gebildet, wobei letztere einen Durchmesser  $D$  aufweist, der etwas größer als der Innendurchmesser des Behälterhalses ist und bei vollständig eingeführtem Stopfen unter elastischer Vorspannung dichtend am Behälterhals anliegt.

Ein zweiter Abschnitt  $Z_2$  der axialen Länge des Zapfens 1, der von der zweiten Querebene  $Q_2$  bis zur freien Zapfen-Stirnseite 3 reicht, weist eine äußere zylindrische Hüllfläche 10b auf, welche im wesentlichen den gleichen Durchmesser  $D$  wie die obere Umfangsfläche 10a besitzt. Durch den zweiten Abschnitt  $Z_2$  erstreckt sich ein Durchlaß 11 vom Hohlraum 4 zu einer in der Abwicklung im wesentlichen rechteckigen Mündung 13 an der Hüllfläche (Umfangsfläche) 10b. Der Durchlaß 11 hat die Form eines Schlitzes und enthält zwei Seitenflächen 12a, 12b, welche im wesentlichen eben sind, zur Zapfen-Längsachse  $A$  nahezu parallel verlaufen, sich vom Hohlraum 4 zur Mündung 13 erweitern und einen gegenseitigen mittleren Abstand haben, der näherungsweise dem mittleren Durchmesser des Hohlraumes entspricht. Ein erster innerer Teil 12c der Bodenfläche des Durchlasses 11 liegt in einer zur zweiten Querebene  $Q_2$  parallelen und diesbezüglich um eine geringe Strecke zur Zapfen-Stirnseite 3 versetzten Ebene. An dem inneren Teil 12c schließt sich ein in Form eines Sektors eines Kegelstumpfes geformter äußerer Teil 12d der Bodenfläche an, welcher mit einer in der zweiten Querebene  $Q_2$  gelegenen, einen Bestandteil der Mündung 13 bildenden Kante in die Umfangsfläche 10b übergeht.

Von der Umfangsfläche 10b des zweiten Abschnitts  $Z_2$  des Zapfens springen nach außen drei einstückig angeformte Nocken 14a - 14c vor, deren axial äußere (d. h. der Zapfen-Stirnseite benachbarte) Begrenzungen 15 alle auf einer gemeinsamen dritten Querebene  $Q_3$  liegen, welche lotrecht zur Zapfen-Längsachse  $A$  verläuft und näherungsweise in der Mitte zwischen der zweiten Querebene  $Q_2$  und der Zapfen-Stirnseite 3 gelegen ist.

Beim Einführen des Zapfens 1 in den Behälterhals bewirken diese Nocken 14a - 14c durch Anlage ihrer Begrenzungen 15 an der Stirnfläche des Behälterhalses eine Hemmung und definieren eine erste Position des Stopfens, in welcher dieser bereits durch elastische Verformung des an die Zapfen-Stirnseite angrenzenden Zapfenteils kraftschlüssig im Behälterhals gehalten ist, wobei aber das Behälterinnere über den Durchlaß 11 noch zur Umgebung offen ist. Aus dem im Behälter enthalte-

nen Material können daher bei der Gefrier Trocknung zur Umgebung des Behälters Dämpfe und Gase austreten. Durch erhöhte Kraftanwendung auf den Stopfen werden die Nocken 14 a - 14 c zurückgedrängt, wobei die Nocken selbst und das sie umgebende Material des Zapfens 1 verformt werden. Der Zapfen läßt sich dann in den Behälterhals bis zu einer zweiten Position (Verschlußposition) einführen, welche durch Anlage der Begrenzungsfläche 5 des Flansches 2 an der Stirnfläche des Behälterhalses definiert ist und in welcher der mit der geschlossenen oberen Umfangsfläche 10a ausgestattete erste Abschnitt  $Z_1$  des Zapfens eine vollständige Abdichtung des Behälterhalses bewirkt.

Die Nocken 14a - 14c haben jeweils die Form von im Querschnitt angenähert halbkreisförmigen länglichen Wülsten, die sich in Umfangsrichtung des Zapfens 1 erstrecken, wobei ihre Länge in dieser Richtung jeweils wenigstens das 2,5-fache ihrer axialen Erstreckung beträgt. Ein erster Nocken 14a ist diametral gegenüber dem Durchlaß (Schlitz) 11 angeordnet, dergestalt, daß seine Mitte in einer ersten Längsebene  $L_1$  liegt, welche die Zapfen-Längsachse  $A$  enthält und durch die Mitte zwischen den Seitenflächen 12a, 12b des Durchlasses 11 geht. Die Mitten der beiden anderen Nocken 14b, 14c sind durch eine zweite Längsebene  $L_2$  bzw. dritte Längsebene  $L_3$  definiert, welche die Zapfen-Längsachse  $A$  enthaltend auf unterschiedlichen Seiten der ersten Längsebene  $L_1$  angeordnet sind und mit dieser jeweils gleich große Winkel  $\alpha_2$  bzw.  $\alpha_3$  von ca.  $110^\circ$  (Altgrad) einschließen.

In einer zur Zapfen-Längsachse  $A$  lotrechten vierten Querebene  $Q_4$  ist eine Nut 16 so angeordnet, daß ihre innere (d. h. dem Flansch 2 benachbarte) Seitenwand in der dritten Querebene  $Q_3$  liegt. Die Nut 16, deren Tiefe  $T$  und axiale Weite  $W$  jeweils gleich oder größer als 0,8 mm ist, erstreckt sich um den gesamten Umfang und mündet in die Seitenflächen 12a, 12b des Durchlasses 11 ein. An die Nut 16 schließt sich eine Umfangsfläche 17 des Zapfens 1 an, deren Durchmesser geringfügig größer als der Durchmesser der Umfangsfläche ist, von der die Nocken 14a-14c vorspringen. Die Umfangsfläche schließt über eine der leichteren Einführung des Zapfens 1 in den Behälterhals dienende konische Fläche 18 an die Zapfen-Stirnseite an.

Die den Hohlraum 4 des Zapfens 1 axial begrenzende Innen-Wandfläche 6 geht über eine gerundete Hohlkehle in eine seitlich begrenzende Innen-Wandfläche 19 über, welche die Form eines Kegelstumpfes aufweist, dessen Achse die Zapfen-Längsachse  $A$  ist und der seinen größten Durchmesser an der Zapfen-Stirnseite 3 aufweist.

#### Patentansprüche

1. Gefriertrocknungs-Stopfen aus gummielastischem Material, bestehend aus einem zur Einführung in den abzudichtenden Behälterhals bestimmten, eine im wesentlichen zylindrische äußere Umfangsfläche (10a, 10b, 17) mit einem Zapfen (1) und einem einstückig daran angeformten, mit der unteren Begrenzungsfläche (5) seines radial vorstehenden Randes (2a) eine erste Querebene ( $Q_1$ ) definierenden, im wesentlichen kreisscheibenförmigen Flansch (2), wobei der Zapfen (1) einen die Zapfen-Längsachse (A) umgebenden, zur freien Zapfen-Stirnseite (3) offenen und sich im wesentlichen über die ganze Zapfenlänge erstreckenden Hohlraum (4) enthält, der zur Umfangsfläche (10a, 10b, 17) des Zapfens (1) über wenigstens einen sich in Richtung der Zapfen-Längsachse (A) erstreckenden Schlitz (11) offen ist, der von der freien Zapfen-Stirnseite (3) ausgeht und sich bis zu einer zur Zapfen-Längsachse (A) lotrechten, in grober Näherung die freie Zapfenlänge halbierenden zweiten Querebene ( $Q_2$ ) erstreckt und wobei der Zapfen (1) über die Umfangsfläche (10a, 10b, 17) vorspringende Erhebungen (14a -c) aufweist, deren axial äußeren Begrenzungen auf einer gemeinsamen, zur Zapfen-Längsachse (A) lotrechten dritten Querebene ( $Q_3$ ) liegen, die sich zwischen der zweiten Querebene ( $Q_2$ ) und der freien Zapfen-Stirnseite (3) sowie jeweils mit Abstand von diesen erstreckt, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Zapfen (1) nur einen Schlitz (11) aufweist, daß die Erhebungen durch eine Mehrzahl von mit Abstand angeordneten Nocken (14a, 14b, 14c) gebildet sind, daß in dem axialen Abschnitt der äußeren Umfangsfläche (17), der zwischen der die Nocken (14a, 14b, 14c) axial außen begrenzenden dritten Querebene ( $Q_3$ ) und der freien Zapfen-Stirnseite (3) gelegen ist, eine in einer zur Zapfen-Längsachse (A) lotrechten vierten Querebene ( $Q_4$ ) verlaufende Nut (16) ausgebildet ist, wobei der Abstand der axial inneren Seitenwand der Nut (16) von der dritten Querebene ( $Q_3$ ) geringer als die axiale Weite (W) der Nut ist.
2. Gefriertrocknungs-Stopfen nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die axial innere Seitenwand der Nut (16) in der dritten Querebene ( $Q_3$ ) liegt.
3. Gefriertrocknungs-Stopfen nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die axiale Weite (W) der Nut (16) wenigstens 0,8 mm beträgt.
4. Gefriertrocknungs-Stopfen nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Nut (16) eine Tiefe (T) von wenigstens 0,8 mm aufweist.
5. Gefriertrocknungs-Stopfen nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß drei Nocken (14a, 14b, 14c) vorgesehen sind, von denen ein Nocken (14a) diametral dem Schlitz gegenüberliegt, wobei seine Mitte in einer die Zapfen-Längsachse (A) enthaltenden und durch die Mitte des Schlitzes verlaufenden ersten Längsebene ( $L_1$ ) liegt und daß die Mitten der beiden anderen Nocken (14b, 14c) jeweils in die Zapfen-Längsachse (A) enthaltenden zweiten und dritten Längsebenen ( $L_2$ ,  $L_3$ ) angeordnet sind, welche mit der ersten Längsebene ( $L_1$ ) gleich große Winkel ( $\alpha_2$ ,  $\alpha_3$ ) von mehr als  $90^\circ$  einschließen.
6. Gefriertrocknungs-Stopfen nach Anspruch 1 oder 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Nocken (14a, 14b, 14c) als längliche Wülste ausgebildet sind, deren Länge in Umfangsrichtung wenigstens das 2,5-fache ihrer axialen Erstreckung beträgt.
7. Gefriertrocknungs-Stopfen nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Durchmesser des zwischen der Nut (16) und der freien Zapfen-Stirnseite gelegenen axialen Abschnitts der äußeren Umfangsfläche des Zapfens (1) um einen geringen Betrag größer als der Durchmesser des zwischen den Nocken (14a, 14b, 14c) gelegenen axialen Abschnitts ist.
8. Gefriertrocknungs-Stopfen nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die äußere Umfangsfläche des Zapfens (1) unmittelbar angrenzend an die erste Querebene ( $Q_1$ ) eine schmale und flache ringförmige Vertiefung (10') aufweist.

#### Claims

1. A bottle stopper for freeze drying, made of rubber-elastic material and composed of a bung (1), which is intended for insertion into the container neck to be sealed off and has a substantially cylindrical outer circumferential surface (10a, 10b, 17), and a substantially circular flange (2) which is moulded integrally onto said bung and defines a first transverse plane ( $Q_1$ ) with the lower boundary surface (5) of its radially projecting edge (2a), the bung (1) containing a cavity (4) which surrounds the longitudinal axis (A) of the bung, is open towards the free end face (3) of the bung, ex-

tends over substantially the entire length of the bung and is open towards the circumferential surface (10a, 10b, 17) of the bung (1) via at least one slot (11) which extends in the direction of the longitudinal axis (A) of the bung, starts from the free end face (3) of the bung and extends up to a second transverse plane (Q<sub>2</sub>) which is perpendicular to the longitudinal axis (A) of the bung and approximately halves the free length of the bung, and the bung (1) having elevations (14a - c) which project over the circumferential surface (10a, 10b, 17) and the axial outer boundaries of which lie on a common third transverse plane (Q<sub>3</sub>) which is perpendicular to the longitudinal axis (A) of the bung and extends between the second transverse plane (Q<sub>2</sub>) and the free end face (3) of the bung and in each case with spacing therefrom, characterised in that the bung (1) has only one slot (11), in that the elevations are formed by a plurality of spaced-apart cams (14a, 14b, 14c), in that, in the axial portion of the outer circumferential surface (17) which is situated between the free end face (3) of the bung and the third transverse plane (Q<sub>3</sub>) bounding the cams (14a, 14b, 14c) axially on the outside, there is constructed a groove (16) extending in a fourth transverse plane (Q<sub>4</sub>) which is perpendicular to the longitudinal axis (A) of the bung, the spacing of the axially inner side wall of the groove (16) from the third transverse plane (Q<sub>3</sub>) being smaller than the axial width (W) of the groove.

2. A bottle stopper for freeze drying according to claim 1, characterised in that the axially inner side wall of the groove (16) lies in the third transverse plane (Q<sub>3</sub>).
3. A bottle stopper for freeze drying according to claim 1, characterised in that the axial width (W) of the groove (16) is at least 0.8 mm.
4. A bottle stopper for freeze drying according to claim 1, characterised in that the groove (16) has a depth (T) of at least 0.8 mm.
5. A bottle stopper for freeze drying according to claim 1, characterised in that three cams (14a, 14b, 14c) are provided, of which one cam (14a) lies diametrically opposite the slot, its centre lying in a first longitudinal plane (L<sub>1</sub>) containing the longitudinal axis (A) of the bung and running through the centre of the slot, and in that the centres of the other two cams (14b, 14c) are arranged in each case in second and third longitudinal planes (L<sub>2</sub>, L<sub>3</sub>) containing the longitudinal axis (A) of the bung, which longitu-

dinal planes enclose with the first longitudinal plane (L<sub>1</sub>) angles ( $\alpha_2$ ,  $\alpha_3$ ) of equal size and of more than 90°.

6. A bottle stopper for freeze drying according to claim 1 or 5, characterised in that the cams (14a, 14b, 14c) are constructed as elongate beads whose length in the circumferential direction is at least 2.5 times their axial extension.
7. A bottle stopper for freeze drying according to claim 1, characterised in that the diameter of the axial portion of the outer circumferential surface of the bung (1), said portion being located between the groove (16) and the free end face of the bung, is greater by a small amount than the diameter of the axial portion located between the cams (14a, 14b, 14c).
8. A bottle stopper for freeze drying according to claim 1, characterised in that the outer circumferential surface of the bung (1) has a narrow and flat annular depression (10') directly adjoining the first transverse plane (Q<sub>1</sub>).

#### Revendications

1. Bouchon de lyophilisation en matière élastique caoutchouteuse constitué d'un tourillon (1) destiné à être introduit dans le goulot du récipient à boucher, présentant une face périphérique externe (10a, 10b, 17) sensiblement cylindrique et, moulé d'une seule pièce avec ledit bouchon (1), d'un flasque (2) de forme sensiblement circulaire définissant, avec la face de délimitation inférieure (5) de son bord (2a) se projetant radialement, un premier plan transversal (Q<sub>1</sub>), ledit tourillon (1) entourant une cavité (4) située autour de l'axe longitudinal (A) dudit tourillon, ouvert vers le côté frontal libre (3) de ce tourillon et s'étendant sensiblement sur toute la longueur de celui-ci, ladite cavité (4) étant ouverte en direction de la face périphérique (10a, 10b, 17) du tourillon (1) par au moins une fente (11) s'étendant en direction de l'axe longitudinal (A) du tourillon, et partant du côté frontal libre (3) de ce tourillon en s'étendant jusqu'à un deuxième plan transversal (Q<sub>2</sub>) perpendiculaire à l'axe longitudinal (A) et partageant très approximativement en deux la longueur libre du tourillon, ledit tourillon (1) présentant sur la face périphérique (10a, 10b, 17) des projections (14a à 14c) dont les limites axiales extérieures sont situées dans un troisième plan transversal commun (Q<sub>3</sub>), perpendiculaire à l'axe longitudinal (A) du tourillon, ce plan s'étendant entre le deuxième plan trans-

- versal (Q<sub>2</sub>) et le côté frontal libre (3) du tourillon et à une certaine distance de ces plans, caractérisé par le fait que le tourillon (1) ne présente qu'une fente (11), par le fait que les projections sont constituées d'une pluralité de cames (14a, 14b, 14c) disposées à une certaine distance les unes des autres, par le fait que dans la section axiale de la face périphérique extérieure (17) située entre le troisième plan transversal (Q<sub>3</sub>) délimitant axialement vers l'extérieur les cames (14a, 14b, 14c) et le côté frontal libre (3) du tourillon, est formée une rainure (16) s'étendant dans un quatrième plan transversal (Q<sub>4</sub>) perpendiculaire à l'axe longitudinal (A) du tourillon, la distance entre la paroi latérale, axialement interne, de la rainure (16) et le troisième plan transversal (Q<sub>3</sub>) étant inférieure à la largeur axiale (W) de ladite rainure (16).
2. Bouchon de lyophilisation selon la revendication 1, caractérisé par le fait que la paroi latérale axialement interne de la rainure (16) est située dans le troisième plan transversal (Q<sub>3</sub>)
3. Bouchon de lyophilisation selon la revendication 1, caractérisé par le fait que la largeur axiale (W) de la rainure (16) est égale à au moins 0,8 mm.
4. Bouchon de lyophilisation selon la revendication 1, caractérisé par le fait que la rainure (16) présente une profondeur (T) d'au moins 0,8 mm.
5. Bouchon de lyophilisation selon la revendication 1, caractérisé par le fait que trois cames (14a, 14b, 14c) sont prévues dont une came (14a) fait diamétralement face à la fente, son centre étant situé dans un premier plan longitudinal (L<sub>1</sub>) contenant l'axe longitudinal (A) du tourillon s'étendant à travers le centre de la fente, et par le fait que les centres des deux autres cames (14b, 14c) sont disposés respectivement dans les deuxième et troisième plans longitudinaux (L<sub>2</sub>, L<sub>3</sub>) contenant l'axe longitudinal (A) du tourillon, ces plans formant avec le premier plan longitudinal (L<sub>1</sub>) des angles égaux ( $\alpha_2$ ,  $\alpha_3$ ) supérieurs à 90°.
6. Bouchon de lyophilisation selon la revendication 1 ou 5, caractérisé par le fait que les cames (14a, 14b, 14c) sont réalisées sous la forme de bourrelets allongés dont la longueur dans le sens périphérique est au moins égale à 2,5 fois son extension axiale.
7. Bouchon de lyophilisation selon la revendication 1, caractérisé par le fait que le diamètre de la section axiale de la face périphérique externe du tourillon (1) située entre la rainure (16) et le côté frontal libre dudit tourillon est légèrement supérieur au diamètre de la section axiale située entre les cames (14a, 14b, 14c).
8. Bouchon de lyophilisation selon la revendication 1, caractérisé par le fait que la face périphérique externe du tourillon (1) présente une encoche (10') de forme annulaire, étroite et plate, immédiatement adjacente au premier plan transversal (Q<sub>1</sub>).



