



(11) **EP 2 541 119 A1**

(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:  
**02.01.2013 Bulletin 2013/01**

(51) Int Cl.:  
**F17C 1/14** (2006.01) **F17C 3/02** (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **12170945.5**

(22) Date de dépôt: **06.06.2012**

(84) Etats contractants désignés:  
**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR**  
Etats d'extension désignés:  
**BA ME**

(30) Priorité: **29.06.2011 FR 1155788**

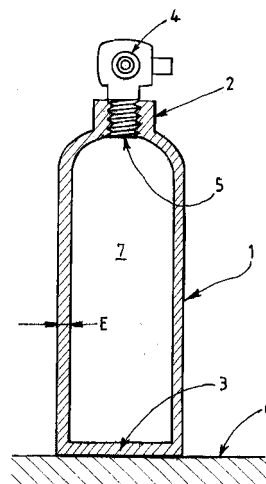
(71) Demandeurs:  
• **L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES CLAUDE**  
**75007 Paris (FR)**  
Etats contractants désignés:  
**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR**  
• **Air Liquide Santé (International)**  
**75007 Paris (FR)**  
Etats contractants désignés:  
**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR**  
• **Air Liquide Santé France**  
**75007 Paris (FR)**  
Etats contractants désignés:  
**FR**

(72) Inventeurs:  
• **De Villemeur, Pierre**  
**78430 LOUVECIENNES (FR)**  
• **Levinson, Bénédicte**  
**92300 LEVALLOIS PERRET (FR)**  
• **Lecourt, Laurent**  
**92100 BOULOGNE (FR)**

(74) Mandataire: **Pittis, Olivier**  
**L'Air Liquide, S.A.,**  
**Direction de la Propriété Intellectuelle,**  
**75, Quai d'Orsay**  
**75321 Paris Cedex 07 (FR)**

(54) **Procédé de conditionnement d'un mélange NO/N<sub>2</sub> dans un récipient en alliage d'aluminium**

(57) L'invention concerne un procédé de conditionnement de mélanges NO/N<sub>2</sub>, dans un récipient, telle une bouteille de gaz, comprenant un corps principal (1) comprenant un volume interne (7) ayant une contenance comprise entre 2 et 30 litres. Le corps principal (1) du récipient est formé d'un alliage d'aluminium comprenant de l'aluminium et une proportion massique de Pb inférieure ou égale à 50 ppm, de Si entre 0,1 et 1,5%, de Mn inférieure à 0,5% et de Mg entre 0,1 et 2%.



**EP 2 541 119 A1**

## Description

**[0001]** L'invention concerne un procédé de conditionnement de mélanges NO/N<sub>2</sub> dans un récipient comprenant un corps principal formé d'aluminium ou d'un alliage d'aluminium, en particulier une bouteille de gaz de forme cylindrique.

**[0002]** Les mélanges gazeux NO/N<sub>2</sub> sont couramment utilisés pour traiter les vasoconstrictions pulmonaires chez l'adulte ou l'enfant, en particulier chez les nouveaux nés souffrant d'hypertension pulmonaire primitive ou chez les patients subissant une opération de chirurgie cardiaque.

**[0003]** Ces mélanges NO/N<sub>2</sub> sont classiquement conditionnés dans des bouteilles de gaz en acier.

**[0004]** Typiquement, ces bouteilles contiennent de 100 à 1000 ppm en volume de NO et de l'azote (N<sub>2</sub>) pour le reste. Ces bouteilles ont habituellement une contenance en eau de 2 à 50 litres, ce qui permet d'y introduire une charge totale pouvant aller jusqu'à 15 m<sup>3</sup> de mélange NO/N<sub>2</sub>.

**[0005]** Le conditionnement, c'est-à-dire la mise en bouteille de ces mélanges, se fait dans des centres de conditionnement de gaz.

**[0006]** Or, on a constaté en pratique une imprécision lors du conditionnement des mélanges gazeux NO/N<sub>2</sub> dans ces bouteilles en acier.

**[0007]** En effet, on a noté un écart entre le volume interne de chaque bouteille disponible pour le conditionnement du NO par rapport au volume théorique en eau de ces bouteilles ; cet écart est appelé ci-après « écart de contenance ».

**[0008]** Cet écart de contenance n'a pas d'influence sur la teneur en NO finale mais se répercute sur la charge finale de la bouteille qui est alors soit supérieure, soit inférieure à la charge désirée, c'est-à-dire par rapport à la charge de consigne.

**[0009]** Toutefois, cet écart de contenance n'est pas négligeable puisque qu'il peut atteindre environ 5% de la charge totale en gaz de chaque bouteille.

**[0010]** Par ailleurs, les récipients de conditionnement doivent en outre ne pas être de poids excessif et surtout résister à des chocs et à une pression gazeuse pouvant atteindre plusieurs centaines de bar, typiquement de 200 à 300 bar, ainsi qu'à la corrosion.

**[0011]** Le but de la présente invention est de résoudre ces problèmes, c'est-à-dire de minimiser ledit écart de contenance en obtenant une charge finale aussi proche que possible de la consigne de charge, c'est-à-dire un écart de l'ordre de +/-1,5% ou inférieur, tout en utilisant un récipient de conditionnement résistant aux chocs et aux hautes pressions, ainsi qu'à la corrosion, mais sans présenter un poids trop élevé.

**[0012]** La solution de l'invention est un procédé de conditionnement d'un mélange NO/N<sub>2</sub> dans un récipient de conditionnement, comprenant un corps principal comprenant un volume interne de contenance comprise entre 2 et 30 litres, dans lequel :

a) on utilise un récipient dont le corps principal est formé d'un alliage d'aluminium comprenant de l'aluminium et une proportion massique de Pb inférieure ou égale à 50 ppm, Si entre 0,1 et 1,5%, Mn inférieure à 0,5% et Mg entre 0,1 et 2%, et

b) on introduit dans le volume interne dudit récipient, un mélange NO/N<sub>2</sub> à une pression supérieure à la pression atmosphérique.

**[0013]** Dans le cadre de la présente invention, il a été mis en évidence que l'écart de charge, c'est-à-dire l'imprécision de volume de charge, était en fait liée aux bouteilles utilisées pour conditionner les mélanges NO/N<sub>2</sub>.

**[0014]** En effet, il a été remarqué que l'utilisation de bouteilles en acier ne permettait pas d'obtenir une précision de charge désirée mais qu'à l'inverse, de manière surprenante, l'utilisation de bouteilles en aluminium permettait d'obtenir la précision désirée.

**[0015]** Or, si le fait de réaliser les bouteilles en aluminium permet également d'apporter une relative légèreté, il a été constaté que l'alliage d'aluminium doit être choisi avec soin pour ne pas engendrer une fragilité trop importante des bouteilles. Cette fragilité peut être évitée ou minimisée en contrôlant notamment la teneur en plomb de l'alliage et accessoirement la taille des grains de l'alliage.

**[0016]** Par ailleurs, l'invention porte également sur l'utilisation d'un récipient comprenant un volume interne de contenance comprise entre 2 et 30 litres, et dont le corps principal est formé d'un alliage d'aluminium comprenant de l'aluminium et une proportion massique de Pb inférieure ou égale à 50 ppm, Si entre 0,1 et 1,5%, Mn inférieure à 0,5% et Mg entre 0,1 et 2%, pour conditionner un mélange gazeux NO/N<sub>2</sub> contenant de 1 à 1000 ppm en volume de NO et d'azote pour le reste.

**[0017]** Selon le cas, le procédé de conditionnement de l'invention ou l'utilisation selon l'invention peut comprendre l'une ou plusieurs des caractéristiques techniques suivantes :

- l'alliage d'aluminium du récipient comprend (% en masse) : Cr entre 0,01 et 0,8%, Fe entre 0,001 et 1 %, Cu entre 0,01 et 1%, Zn entre 0,001 et 0,5% et/ou Ti entre 0,001 et 0,5%.
- l'alliage d'aluminium du récipient comprend (% en masse) au plus 30 ppm de Pb, entre 0,2 et 1 % de Si, moins de 0,4 % de Mn, entre 0,5 et 1,5% de Mg, entre 0,02 et 0,6% de Cr, moins de 0,8 % de Fe, entre 0,05 et 0,5% de Cu, moins de 0,4% de Zn et/ou moins de 0,3% de Ti.
- la teneur en plomb de l'alliage d'aluminium du récipient est inférieure ou égale à 30 ppm en masse.
- la teneur en aluminium de l'alliage d'aluminium du récipient est comprise entre 92 et 98% en masse, de préférence d'au moins 94% en masse.
- l'alliage d'aluminium du récipient comprend (% en masse) une proportion de Mn inférieure à 0,3%, de préférence inférieure à 0,2%, de préférence encore

inférieure ou égale à 0,15%.

- l'alliage d'aluminium du récipient comprend (% en masse) une proportion de Fe inférieure à 0,7%.
- l'alliage d'aluminium du récipient comprend (% en masse) une proportion de Zn inférieure à 0,3%, de préférence inférieure ou égale à 0,25%.
- l'alliage d'aluminium du récipient comprend (% en masse) une proportion de Ti inférieure à 0,2%, de préférence inférieure ou égale à 0,15%.
- la taille maximale du grain de l'alliage du récipient ne doit normalement pas dépasser 1 mm, voire 0,56 mm dans certains cas (bouteilles de 2 litres par exemple). L'exigence de taille du grain s'applique à tous les grains et non pas à la taille moyenne du grain.
- le récipient est une bouteille de gaz comprenant un corps principal de forme cylindrique.
- le récipient a une contenance (volume en eau) comprise entre 2 et 25 litres.
- le récipient a un diamètre compris entre 10 et 30 cm, et une hauteur comprise entre 50 et 120 cm.
- le corps principal du récipient comprend un col avec un orifice de sortie au niveau duquel est fixé un dispositif de contrôle du passage de gaz et/ou de réduction de pression.
- le corps du récipient comprend une paroi périphérique ayant une épaisseur entre 2 et 20 mm.
- le mélange NO/N<sub>2</sub> contient de 1 à 1000 ppm en volume de NO et de l'azote (N<sub>2</sub>) pour le reste.
- la pression dans le récipient est comprise entre 2 et 350 bar.

**[0018]** Dans le cadre de l'invention, le mélange NO/N<sub>2</sub> peut être utilisé pour alimenter en gaz, une installation de distribution de mélanges NO/N<sub>2</sub> utilisable dans le cadre d'un traitement de l'hypertension pulmonaire chez l'adulte, l'enfant ou le nouveau né, comprenant un ventilateur délivrant un gaz contenant de l'oxygène, tel de l'air, de l'air enrichi en oxygène ou un mélange oxygène/azote, comportant un circuit patient reliant ledit ventilateur à une interface patient, par exemple un masque respiratoire ou une canule, caractérisée en ce que le circuit patient est alimenté en gaz par un récipient selon l'invention, en particulier une bouteille de gaz. De préférence, le gaz transite par un dispositif de régulation, tel le dispositif Opti Kinox de Air Liquide Santé, agencé entre le (ou les) récipient et le circuit patient.

**[0019]** La Figure ci-jointe monte un récipient selon l'invention (vue en coupe), à savoir une bouteille de conditionnement de mélanges gazeux NO/azote. Elle se compose d'un corps principal 1 de forme générale cylindrique comprenant un étranglement ou col 2 au niveau duquel se trouve l'ouverture 5 de passage du gaz et, à son autre extrémité, d'un fond 3 plat sur lequel repose la bouteille lorsqu'elle est posée sur un support, tel le sol 6.

**[0020]** Cette bouteille comprend un volume interne 7 ayant une contenance typique soit de 5 litres (en eau), pour un diamètre de 14 cm environ et une hauteur de 63

cm environ, soit de 20 litres (en eau), pour un diamètre de 21 cm environ, et une hauteur de 108 cm environ. Il est toutefois également possible d'avoir une bouteille de contenance inférieure, par exemple de 2 litres seulement, ou de dimensions différentes.

**[0021]** Un mélange NO/azote contenant jusqu'à 1000 ppm en volume de NO et d'azote pour le reste, par exemple de 225, 450 ou 800 ppm vol., est conditionné dans la bouteille à une pression de plus de 150 bar, par exemple de 180 bar.

**[0022]** Un robinet 4 ou un robinet à détendeur intégré est monté, par exemple vissé, au niveau du col 2 de la bouteille de manière à contrôler le débit et/ou la pression du gaz sortant du récipient.

**[0023]** Conformément à l'invention, le corps 1 de la bouteille est formé d'un alliage d'aluminium dont des exemples de compositions sont donnés dans le Tableau suivant.

Tableau

| Eléments  | Proportion en masse de l'alliage |
|-----------|----------------------------------|
| Pb        | < 30 ppm                         |
| Fe        | <0,7 %                           |
| Si        | 0,4 à 0,8 %                      |
| Cu        | 0,15 à 0,40 %                    |
| Mn        | <0,15 %                          |
| Mg        | 0,8 à 1,2 %                      |
| Cr        | 0,04 à 0,35 %                    |
| Zn        | <0,25 %                          |
| Ti        | <0,15 %                          |
| Impuretés | 0,15 % maxi                      |
| Al        | reste                            |

**[0024]** En utilisant une bouteille avec corps 1 en un alliage d'aluminium, tel que donné notamment le Tableau précédent, il est possible de minimiser l'écart de contenance susmentionné en obtenant une charge finale aussi proche que possible de la consigne de charge, c'est-à-dire un écart de l'ordre de +/- 1,5% ou inférieur, tout en ayant un récipient résistant aux chocs, aux hautes pressions et à la corrosion.

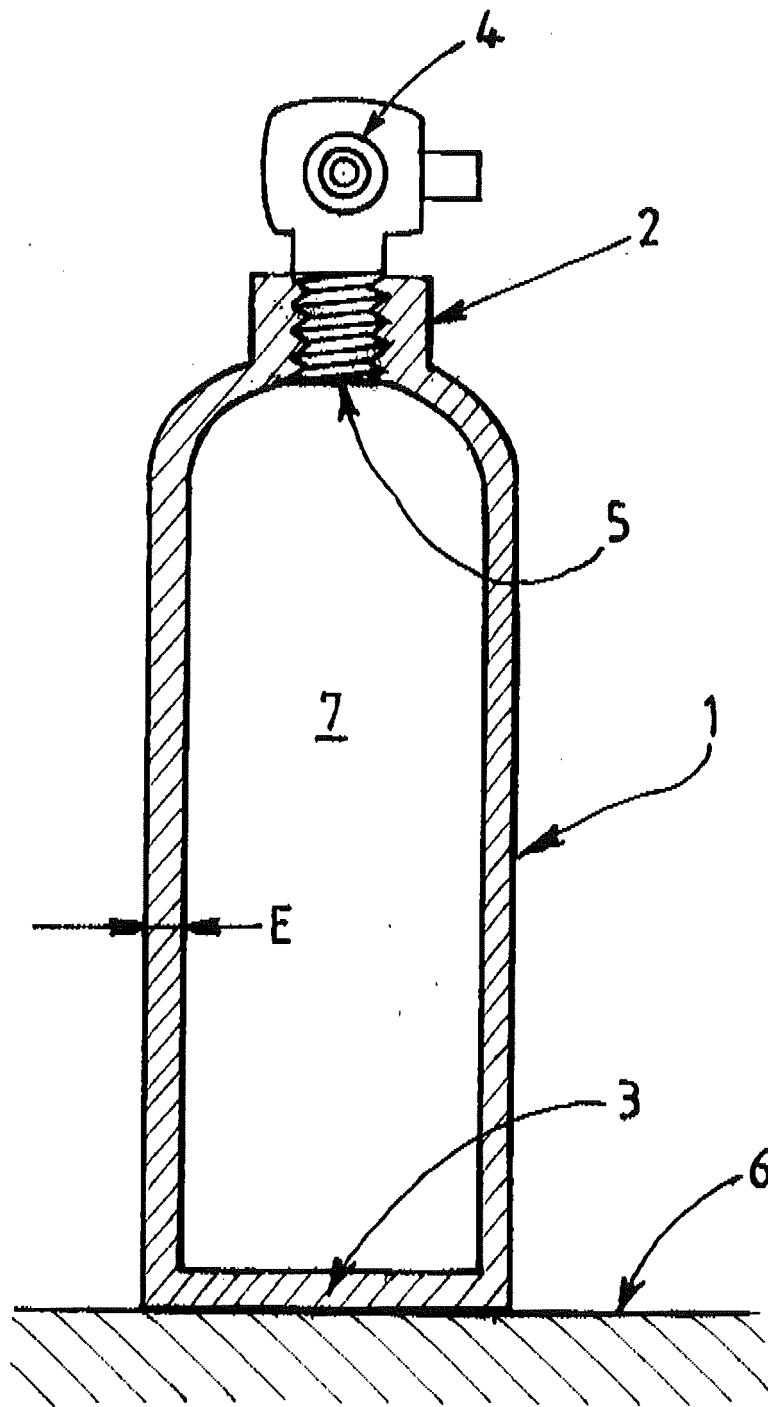
## Revendications

1. Procédé de conditionnement d'un mélange NO/N<sub>2</sub> dans un récipient de conditionnement, comprenant un corps principal (1) comprenant un volume interne (7) de contenance comprise entre 2 et 30 litres, dans lequel :

a) on utilise un récipient dont le corps principal

- (1) est formé d'un alliage d'aluminium comprenant de l'aluminium et une proportion massique de Pb inférieure ou égale à 50 ppm, Si entre 0,1 et 1,5%, Mn inférieure à 0,5% et Mg entre 0,1 et 2%, et  
b) on introduit dans le volume interne (7) dudit récipient, un mélange NO/N<sub>2</sub> à une pression supérieure à la pression atmosphérique.
2. Procédé selon la revendication précédente, **caractérisé en ce que** l'alliage d'aluminium du récipient comprend (% en masse) entre 0,01 et 0,8% de Cr, entre 0,001 et 1 % de Fe, entre 0,01 et 1% de Cu, entre 0,001 et 0,5% de Zn et/ou entre 0,001 et 0,5% de Ti.
3. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** l'alliage d'aluminium du récipient comprend (% en masse) au plus 30 ppm de Pb, entre 0,2 et 1 % de Si, moins de 0,4 % de Mn, entre 0,5 et 1,5% de Mg, entre 0,02 et 0,6% de Cr, moins de 0,8 % de Fe, entre 0,05 et 0,5% de Cu, moins de 0,4% de Zn et/ou moins de 0,3% de Ti.
4. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** l'alliage d'aluminium du récipient présente un grain dont la taille de grain est inférieure à 1 mm.
5. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** récipient est une bouteille de gaz comprenant un corps principal (1) de forme cylindrique et ayant un fond plat et ayant un diamètre compris entre 10 et 30 cm, et une hauteur comprise entre 50 et 120 cm.
6. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le corps (1) comprend une paroi périphérique ayant une épaisseur (E) entre 2 et 20 mm.
7. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le corps principal (1) comprend un col (2) avec un orifice (5) de sortie au niveau duquel est fixé un dispositif (4) de contrôle du passage de gaz et/ou de réduction de pression.
8. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le mélange gazeux NO/N<sub>2</sub> contient de 1 à 1000 ppm en volume de NO et de l'azote (N<sub>2</sub>) pour le reste.
9. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le récipient (1) a un volume interne (7) de contenance (volume en eau) comprise entre 2 et 25 litres.
10. Utilisation d'un récipient comprenant un volume in-

terne (7) de contenance comprise entre 2 et 30 litres, et dont le corps principal (1) est formé d'un alliage d'aluminium comprenant de l'aluminium et une proportion massique de Pb inférieure ou égale à 50 ppm, Si entre 0,1 et 1,5%, Mn inférieure à 0,5% et Mg entre 0,1 et 2%, pour conditionner un mélange gazeux NO/N<sub>2</sub> contenant de 1 à 1000 ppm en volume de NO et d'azote pour le reste.





## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 12 17 0945

| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS                                                                                                                                                                                               |                                                                                                                                |                                                                                                                                                                                                                                                                 |                                      |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------|
| Catégorie                                                                                                                                                                                                                           | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes                                                | Revendication concernée                                                                                                                                                                                                                                         | CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)       |
| X                                                                                                                                                                                                                                   | DE 20 2006 019115 U1 (FUCHS KG OTTO [DE])<br>30 avril 2008 (2008-04-30)<br>* alinéas [0026], [0028] *                          | 1-10                                                                                                                                                                                                                                                            | INV.<br>F17C1/14                     |
| X                                                                                                                                                                                                                                   | US 5 932 037 A (HOLROYD NIGEL JOHN HENRY [US] ET AL) 3 août 1999 (1999-08-03)<br>* colonne 1, ligne 59 - colonne 2, ligne 14 * | 1                                                                                                                                                                                                                                                               | ADD.<br>F17C3/02                     |
| X                                                                                                                                                                                                                                   | FR 1 379 764 A (PECHINEY PROD CHIMIQUES SA) 27 novembre 1964 (1964-11-27)<br>* colonne 2 *                                     | 1                                                                                                                                                                                                                                                               |                                      |
| X                                                                                                                                                                                                                                   | EP 0 589 807 A1 (GERZAT METALLURG [FR])<br>30 mars 1994 (1994-03-30)<br>* revendication 1 *                                    | 1                                                                                                                                                                                                                                                               |                                      |
| X                                                                                                                                                                                                                                   | US 4 747 890 A (MEYER PHILIPPE [FR])<br>31 mai 1988 (1988-05-31)<br>* revendication 1 *                                        | 1                                                                                                                                                                                                                                                               |                                      |
|                                                                                                                                                                                                                                     |                                                                                                                                |                                                                                                                                                                                                                                                                 | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC) |
|                                                                                                                                                                                                                                     |                                                                                                                                |                                                                                                                                                                                                                                                                 | F17C                                 |
| Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications                                                                                                                                                                      |                                                                                                                                |                                                                                                                                                                                                                                                                 |                                      |
| Lieu de la recherche<br>Munich                                                                                                                                                                                                      |                                                                                                                                | Date d'achèvement de la recherche<br>5 septembre 2012                                                                                                                                                                                                           | Examineur<br>Ott, Thomas             |
| CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES                                                                                                                                                                                                       |                                                                                                                                | T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date<br>D : cité dans la demande<br>L : cité pour d'autres raisons<br>& : membre de la même famille, document correspondant |                                      |
| X : particulièrement pertinent à lui seul<br>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie<br>A : arrière-plan technologique<br>O : divulgation non-écrite<br>P : document intercalaire |                                                                                                                                |                                                                                                                                                                                                                                                                 |                                      |

EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 12 17 0945

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.  
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

05-09-2012

| Document brevet cité<br>au rapport de recherche | Date de<br>publication | Membre(s) de la<br>famille de brevet(s) | Date de<br>publication |
|-------------------------------------------------|------------------------|-----------------------------------------|------------------------|
| DE 202006019115 U1                              | 30-04-2008             | AUCUN                                   |                        |
| US 5932037 A                                    | 03-08-1999             | AU 695653 B2                            | 20-08-1998             |
|                                                 |                        | AU 6509494 A                            | 08-11-1994             |
|                                                 |                        | CA 2159193 A1                           | 27-10-1994             |
|                                                 |                        | CN 1120855 A                            | 17-04-1996             |
|                                                 |                        | DE 69428352 D1                          | 25-10-2001             |
|                                                 |                        | DE 69428352 T2                          | 18-04-2002             |
|                                                 |                        | EP 0694084 A1                           | 31-01-1996             |
|                                                 |                        | ES 2160628 T3                           | 16-11-2001             |
|                                                 |                        | JP 3737105 B2                           | 18-01-2006             |
|                                                 |                        | JP H08509024 A                          | 24-09-1996             |
|                                                 |                        | US 5932037 A                            | 03-08-1999             |
|                                                 |                        | WO 9424326 A1                           | 27-10-1994             |
| FR 1379764 A                                    | 27-11-1964             | AUCUN                                   |                        |
| EP 0589807 A1                                   | 30-03-1994             | AT 167237 T                             | 15-06-1998             |
|                                                 |                        | AU 670114 B2                            | 04-07-1996             |
|                                                 |                        | BR 9303846 A                            | 29-03-1994             |
|                                                 |                        | CA 2106320 A1                           | 23-03-1994             |
|                                                 |                        | DE 69319051 D1                          | 16-07-1998             |
|                                                 |                        | DE 69319051 T2                          | 10-12-1998             |
|                                                 |                        | DK 0589807 T3                           | 22-03-1999             |
|                                                 |                        | EP 0589807 A1                           | 30-03-1994             |
|                                                 |                        | ES 2118209 T3                           | 16-09-1998             |
|                                                 |                        | FR 2695942 A1                           | 25-03-1994             |
|                                                 |                        | JP 6256882 A                            | 13-09-1994             |
| US 4747890 A                                    | 31-05-1988             | AU 587069 B2                            | 03-08-1989             |
|                                                 |                        | AU 6329186 A                            | 28-01-1988             |
|                                                 |                        | BR 8703823 A                            | 29-03-1988             |
|                                                 |                        | CA 1307140 C                            | 08-09-1992             |
|                                                 |                        | CH 671237 A5                            | 15-08-1989             |
|                                                 |                        | DE 3677512 D1                           | 14-03-1991             |
|                                                 |                        | DK 457686 A                             | 25-01-1988             |
|                                                 |                        | EP 0257167 A1                           | 02-03-1988             |
|                                                 |                        | ES 2001145 A6                           | 16-04-1988             |
|                                                 |                        | FR 2601967 A1                           | 29-01-1988             |
|                                                 |                        | IE 59322 B1                             | 09-02-1994             |
|                                                 |                        | JP 1869121 C                            | 06-09-1994             |
|                                                 |                        | JP 5075815 B                            | 21-10-1993             |
|                                                 |                        | JP 63033539 A                           | 13-02-1988             |
|                                                 |                        | US 4747890 A                            | 31-05-1988             |

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82