

(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 juillet 2006 (06.07.2006)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2006/070141 A1

(51) Classification internationale des brevets :
F17C 5/00 (2006.01) *F17C 5/06* (2006.01)

(74) Mandataire : **DE CUENCA, Emmanuel**; 75, Quai
d'Orsay, F-75321 PARIS CEDEX 07 (FR).

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2005/050947

(81) États désignés (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible*) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(22) Date de dépôt international :
15 novembre 2005 (15.11.2005)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
0453155 22 décembre 2004 (22.12.2004) FR

(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), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(71) Déposant (*pour tous les États désignés sauf US*) : **L'AIR LIQUIDE Société Anonyme à Directoire et Conseil de Surveillance pour l'Etude et l'Exploitation des Procédés Georges Claude** [FR/FR]; 75, Quai d'Orsay, F-75321 PARIS (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (*pour US seulement*) : **FAUDOU, Jean-Yves** [FR/FR]; 94, avenue du Grésivaudan, F-38700 CORENC (FR). **LEHMAN, Jean-Yves** [FR/FR]; 27, Domaine Château Gaillard, F-94700 MAISONS ALFORT (FR). **PREGASSAME, Jaya-Sitra** [FR/FR]; 149, rue Raymond Losserand, F-75014 PARIS (FR).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(54) Title: METHOD FOR CONTROLLED FILLING OF PRESSURIZED GAS TANKS

(54) Titre : PROCÉDÉ DE CONTRÔLE DU REMPLISSAGE DE RÉSERVOIRS DE GAZ SOUS PRESSION

(57) Abstract: The invention concerns a method for filling pressurized gas tanks, characterized in that the filling process is interrupted when the input pressure reaches a maximum filling pressure, the maximum filling pressure in the cylinder being calculated to match the most serious of the two following conditions: nominal filling capacity or design temperature of the cylinders.

(57) Abrégé : La présente invention porte sur un procédé de remplissage de bouteille de gaz sous pression, caractérisé par le fait que le remplissage est interrompu lorsque la pression d'entrée atteint une pression maximale de remplissage, la pression maximale de remplissage dans la bouteille étant calculée pour correspondre à la plus sévère des deux conditions suivantes : capacité nominale de remplissage ou la température de calcul des bouteilles.

WO 2006/070141 A1

PROCEDE DE CONTROLE DU REMPLISSAGE DE RESERVOIRS DE GAZ
SOUS PRESSION

L'invention concerne un procédé de contrôle du remplissage de bouteilles de gaz.

Dans la présente invention on utilisera indifféremment les termes « bouteilles » ou « réservoirs », qui désignent des conteneurs hermétiques permettant de stocker du gaz sous pression.

La protection de l'environnement s'avérant être une préoccupation de plus en plus présente à la fois pour les industriels et pour les particuliers, la demande en carburants « propres » pour les véhicules automobiles est de plus en plus grande.

Une des possibilités de remplacement des carburants classiques est l'utilisation de gaz.

Cependant, si remplir un réservoir d'essence ou de fuel qui sont des combustibles liquides, est une opération facile et rapide, l'opération de remplissage de réservoirs de gaz est beaucoup plus délicate. Du fait de la compressibilité des gaz, le remplissage peut conduire à des échauffements importants et pose également le problème du « comptage » de la quantité de matière transférée.

En effet, le gaz doit être injecté à partir d'une zone de stockage de gaz dans des réservoirs ou bouteilles de gaz sous pression (200bar ou plus selon le gaz et l'application); la zone de stockage étant elle-même à haute pression ou bien à faible pression et dans de cas il est nécessaire d'utiliser un compresseur.

2

Pour des raisons de sécurité, la pression finale dans le réservoir tout comme la température du gaz à l'intérieur du réservoir et la masse de gaz stockée ne doivent pas dépasser les limites de résistance du réservoir telles que déterminées par les constructeurs de ces réservoirs. En outre, plus le remplissage est rapide, plus la montée en température est importante et donc plus il est difficile d'optimiser la quantité de gaz à l'intérieur du réservoir.

Les réservoirs sont de ce fait très souvent remplis en dessous de leur capacité, le remplissage doit être plus fréquent et la consommation est difficile à apprécier, ce qui est source de désagrément pour l'utilisateur.

Par ailleurs, il faut noter que la température du gaz à l'intérieur de la bouteille est très difficile à obtenir car elle nécessiterait l'installation d'une sonde thermique directement placée dans la bouteille avec tous les problèmes d'étanchéité que cela suppose, et une connexion entre le véhicule et la station de stockage pour l'échange d'information.

Bien entendu, les mêmes difficultés se présentent pour l'approvisionnement en gaz de tous les types de réservoirs ou bouteilles.

De façon classique, le remplissage s'effectue à la température ambiante en utilisant alors le principe consistant à contrôler des paramètres mesurés et/ou à estimer la valeur maximale de ces paramètres qui sont la pression et/ou la température, en utilisant la mesure de

3

la température embarquée, c'est-à-dire la mesure de la température du gaz à l'intérieur des bouteilles, comme dans les demandes de brevet EP1205704 et EP1336795, ou bien en utilisant la mesure de la masse injectée qui est réalisée par pesage (US 4,527,600, US 4,648,430, US 5,771,947, US 5,771,948, US 5,810,058, US 5,881,779) ou par mesure de débit (US 4,993,462, US 5,238,030, US 5,752,552).

Par ailleurs, un autre procédé pour pallier au problème du remplissage insuffisant, consiste à refroidir le gaz en entrée de bouteille à une température fixée à une valeur en dessous de la température ambiante comme ceci est décrit dans la demande de brevet EP1331289. Cependant, la température choisie n'est pas optimisée et ne représente pas une solution d'ensemble pour assurer le remplissage optimum et sécuritaire des bouteilles.

Le document EP 1 452 794 A2 décrit un procédé de remplissage à une vitesse qui est fonction de la température ambiante, le remplissage étant interrompu lorsque la température mesurée dans le réservoir atteint une limite maximale.

Le document US 5 628 349 décrit un procédé de remplissage à une vitesse de remplissage qui est fonction de la température mesurée du gaz dans le réservoir.

Le document US 6 598 624 décrit un procédé de remplissage dans lequel la vitesse de remplissage est adaptée en fonction de la pression instantanée mesurée dans le réservoir.

4

Tous les procédés décrits sont ou difficiles à mettre en oeuvre car les paramètres à mesurer sont difficiles d'accès, notamment la température interne du gaz ou ne sont pas adaptés à certaines applications comme le pesage pour l'application véhicule, ou utilisent des moyens de mesure qui manquent de précision dans certains cas, notamment les appareils de mesure de débit massique dans le cas de l'hydrogène, et alors le contrôle de la température maximale dans la bouteille n'est pas effectuée, ou encore ne permettent pas une optimisation du remplissage.

Il existe donc un besoin réel en un procédé de contrôle du remplissage de bouteilles ou réservoirs de gaz qui soit à la fois fiable quelles que soient les données à la disposition de l'opérateur et notamment lorsqu'il n'a pas accès à la température dans les réservoirs, facile à mettre en œuvre, facile à utiliser et adapté pour tout type de bouteille et tout type de remplissage, notamment pour des remplissages rapides.

Dans la présente invention, les différents termes suivants sont utilisés.

La « pression nominale » ou « pression de travail » est la pression maximale que la charge gazeuse peut atteindre à une température uniforme, par exemple à 15°C (288K), la bouteille étant pleine.

La « température nominale » est la température à laquelle est définie la pression nominale de la bouteille (typiquement 15°C).

5

La « température de calcul des bouteilles » est la température maximale pouvant être atteinte dans une bouteille en service, cette valeur est donnée par le fabricant.

La « capacité nominale de remplissage » est la masse de gaz qui peut être stockée dans une bouteille donnée. Cette valeur est également spécifiée par le fabricant et est en général donnée sous la forme d'une pression nominale à une température nominale.

La « pression maximale autorisée » de la bouteille est la pression maximale pouvant être atteinte dans une bouteille en service.

Les présents inventeurs, à la suite de recherches longues et approfondies, ont trouvé que les différentes exigences citées pouvaient être satisfaites en calculant une pression maximale de remplissage correspondant à la plus sévère des deux conditions suivantes : capacité nominale de remplissage ou température de calcul des bouteilles. Si la pression finale de remplissage est inférieure ou égale à cette pression maximale de remplissage, on reste dans les limites de fonctionnement de la bouteille.

Ce procédé est dit « sécuritaire » car il permet de respecter les deux valeurs limites de sécurité que sont la capacité nominale et la température maximale autorisée par la bouteille.

La pression maximale de remplissage est calculée de préférence en fonction de la température ambiante et de la pression initiale qui sont mesurées au préalable ainsi

6

que de la vitesse de remplissage exprimée par exemple en unités de pression par unités de temps (en bar/secondes par exemple).

De façon pratique, la pression initiale des bouteilles est d'abord mesurée en équilibrant le connecteur et la ligne de remplissage avec les bouteilles en injectant une petite quantité de gaz. La température ambiante est également mesurée au niveau de la station de remplissage. La température ambiante mesurée au niveau de la station doit être représentative de l'ambiance au niveau des bouteilles. En général, la température mesurée au niveau de la borne de remplissage est assez représentative de la température au niveau des bouteilles mais il peut être utile de s'en assurer. Le système calcule ensuite la pression maximale correspondant à la masse nominale ou à la température de calcul, à l'aide des paramètres mesurés que sont la température ambiante et la pression initiale dans la bouteille et à l'aide de la valeur de la vitesse en unité de pression par unité de temps déterminée. Au cours du remplissage, la pression de gaz est mesurée au niveau du connecteur ou de la ligne de remplissage, en aval de l'élément sonique. La pression mesurée à ce niveau est égale à la pression dans les bouteilles au cours du remplissage. Un automate calcule alors la dérivée de cette pression par rapport au temps et ce paramètre est représentatif de la vitesse de remplissage du réservoir. Le remplissage est alors interrompu lorsque la pression dans les bouteilles atteint la valeur maximale ainsi calculée. Le remplissage a donc

été contrôlé uniquement à l'aide de la pression d'entrée mesurée.

Selon l'invention, il n'est donc pas nécessaire de mesurer en temps réel la température du réservoir.

Selon un autre mode de réalisation particulier, la valeur de la dérivée de la pression d'entrée du gaz en fonction du temps ou vitesse de remplissage en unité de pression par unité de temps peut être déterminée selon deux critères :

- Soit la vitesse de remplissage doit permettre d'atteindre un taux de remplissage minimal de la bouteille par rapport à sa capacité nominale de remplissage et ce quelque soit la durée du remplissage. Ce taux de remplissage minimal est une donnée intrinsèque du système et correspond à une valeur compatible avec les exigences du client. Dans le domaine du remplissage de véhicule hydrogène par exemple, un client peut typiquement exiger un taux de remplissage minimal de 90% par exemple.
- Soit la vitesse de remplissage doit permettre de finir le remplissage dans une durée maximale donnée et ce quelque soit le taux de remplissage à la fin du remplissage. Cette durée de remplissage maximale est une donnée intrinsèque du système et correspond à une valeur compatible avec les exigences du client. Dans le domaine du remplissage de véhicule hydrogène par exemple, un client peut typiquement exiger une durée maximale de remplissage de 3 min par exemple.

8

Une fois le critère choisi, la vitesse de remplissage peut dépendre alors de la température ambiante et de la pression initiale mesurée au préalable.

Ces choix (quel critère et quelle valeur limite) peuvent être laissés à l'initiative du client ou de l'opérateur de la station de remplissage et peut être fait avant chaque nouveau remplissage ou fixé pour tous les remplissages.

Cette vitesse est typiquement comprise entre 0,05 bar/s et 20 bar/s, de préférence entre 0,10 et 15 bar/s et plus préférentiellement encore entre 0,5 bar/s et 12 bar/s.

Selon une variante avantageuse, le remplissage peut être réalisé « à froid » c'est à dire que le remplissage est effectué avec du gaz refroidi à une température donnée.

Selon ce mode de réalisation particulier, la température d'entrée du gaz dans la bouteille est calculée en fonction des paramètres suivants : la pression initiale, la température ambiante, la pression finale de remplissage et la vitesse de remplissage, afin d'atteindre la capacité nominale de stockage de la bouteille, dans une durée de remplissage donnée et tout en respectant les limites de fonctionnement de la bouteille.

La pression finale peut être fixée arbitrairement ou en fonction des conditions process par exemple. Mais elle doit être de fait inférieure à la pression maximale autorisée par la bouteille. Par exemple, dans le cas où le remplissage de la bouteille sous pression se fait par

9

équilibrage de capacités de stockage sous pression, la pression finale sera limitée par la pression de stockage des capacités voire à une valeur inférieure du fait de l'équilibrage en pression.

La température de gaz à l'entrée ainsi déterminée permet alors de remplir les deux conditions suivantes : la capacité nominale est atteinte et les limites de fonctionnement de la bouteille sont respectées.

Ce procédé est à la fois « sécuritaire » et « optimal », car il permet d'optimiser la masse de gaz finalement stockée dans la bouteille tout en respectant les limites de fonctionnement de la bouteille.

De façon pratique, la pression initiale des bouteilles est d'abord mesurée en équilibrant le connecteur et la ligne de remplissage avec les bouteilles en injectant une petite quantité de gaz. La température ambiante est également mesurée au niveau de la station de remplissage. La température ambiante mesurée au niveau de la station doit être représentative de l'ambiance au niveau des bouteilles. En général, la température mesurée au niveau de la borne de remplissage est assez représentative de la température au niveau des bouteilles mais il peut être utile de s'en assurer. Une vitesse de remplissage en unité de pression par unité de temps est déterminée. Une pression finale de remplissage est également fixée par l'opérateur.

Le système calcule ensuite une température de gaz en entrée de bouteille à l'aide des paramètres mesurés suivants : température ambiante, pression initiale dans

la bouteille (mesurée au niveau du connecteur), et à l'aide de la pression finale fixée par l'opérateur ou par les conditions du process, et de la valeur de la dérivée de la pression par rapport au temps.

Si la température ainsi calculée est supérieure à la température ambiante, l'opérateur met en œuvre le procédé selon le mode de réalisation précédemment décrit (le remplissage est interrompu lorsque la pression d'entrée atteint la pression maximale de remplissage correspondant à la plus sévère des deux conditions suivantes : capacité nominale de remplissage ou température de calcul des bouteilles).

Si la température ainsi calculée est inférieure à la température ambiante, le gaz en entrée de bouteille doit être refroidi à cette température. La température d'entrée ainsi calculée permet le remplissage jusqu'à la charge nominale tout en restant dans les limites de fonctionnement de la bouteille, le remplissage est terminé lorsque la pression dans les bouteilles atteint la pression définie.

Selon un autre mode de remplissage « à froid », la température de remplissage est une condition fixe. Dans ce cas, la pression finale de remplissage peut elle être calculée pour permettre un remplissage efficace.

Selon ce mode de réalisation particulier, la pression finale de remplissage est déterminée et calculée en fonction des paramètres suivants : la pression initiale, la température ambiante, la température du gaz en entrée de bouteille et la vitesse de remplissage, afin

d'atteindre la capacité nominale de stockage de la bouteille, dans une durée de remplissage donnée et tout en respectant les limites de fonctionnement de la bouteille.

Le procédé de l'invention est particulièrement utile pour les remplissages rapides, notamment les remplissages rapides de véhicules automobiles.

Dans la présente invention, un remplissage rapide est un remplissage qui doit être réalisé en une durée allant de moins d'1 minute jusqu'à 10 minutes. Cette durée dépend des bouteilles à remplir et/ou du type de véhicule (scooter, voiture ou bus par exemple).

La présente invention est utilisable quelle que soit la nature du gaz. Il peut s'agir par exemple de méthane, hydrogène, oxygène, azote, hélium, etc. L'application véhicule vise en particulier le gaz naturel ou méthane et l'hydrogène.

Les bouteilles ou réservoirs ont une capacité variable selon leur destination. Par exemple, pour les voitures particulières, la capacité globale est de l'ordre de 100 à 150L. Le véhicule peut être doté d'un seul réservoir de cette capacité ou bien de plusieurs réservoirs plus petits disposés en parallèle.

De façon avantageuse, la forme de la bouteille doit être telle qu'en fin de remplissage, elle permette l'obtention d'une température de gaz homogène. Une telle caractéristique dépend de la géométrie de la bouteille qui avantageusement est de forme généralement cylindrique avec un rapport longueur L sur diamètre D, L/D , inférieur à 6,

12

de préférence de 1 à 5, et plus préférentiellement encore de 1 à 4.

En outre, de façon avantageuse, les réservoirs à remplir se trouvent disposés de façon horizontale ou bien de façon verticale et alors, le remplissage se fait du haut vers le bas.

L'invention va être décrite plus en détail dans les exemples suivants qui sont donnés uniquement à titre d'illustration de l'invention et qui ne sont pas limitatifs.

EXEMPLES

EXEMPLES 1 et 2 : Remplissage sécuritaire par estimation de la pression finale

Dans les exemples 1 et 2 qui suivent, la bouteille utilisée est une bouteille DYNETEK 150L.

Le gaz de remplissage est de l'hydrogène.

Les notations suivantes sont utilisées :

- P_f = pression finale en bar, $P_f = \text{Min}\{ P_{f_{85^\circ\text{C}}} ; P_{f_{100\% \text{masse}}} \}$ où $P_{f_{100\% \text{masse}}}$ est la pression limite au-delà de laquelle on dépasse la masse nominale stockée dans la bouteille et $P_{f_{85^\circ\text{C}}}$ est la pression limite au-delà de laquelle on dépasse la limite de température de la bouteille.
- T_{amb} = Température ambiante en K
- P_0 = Pression initiale en bar
- $(P_0, 15^\circ\text{C})$ = pression initiale ramenée à 15°C en bar
- V = vitesse en bar/s

13

- Tr = température du gaz de remplissage (K)
- Tf = température finale en K

Equations de calculs

$Pf_{100\%masse}$ qui est la pression finale limite au delà de laquelle on dépasse la masse nominale stockée dans la bouteille est déterminée selon l'équation (1) suivante :

$$\frac{Pf_{100\%masse}}{Tamb} = (a \times LN(V) + b) \times (P0, 15^{\circ}C) + c \times LN(V) + d \quad (1)$$

Où a, b, c et d sont des coefficients obtenus par régression (par des essais ou par des simulations). Ces coefficients peuvent éventuellement être propres à un type de bouteille.

$Pf_{85^{\circ}C}$ qui est la pression finale limite au delà de laquelle on dépasse la température de calcul de la bouteille est déterminée selon l'équation (2) suivante

$$Pf_{85^{\circ}C} = AA \times P0^3 + BB \times P0^2 + CC \times P0 + DD$$

Avec

$$AA = aaa \times Tamb^2 + aab \times Tamb + aac$$

$$BB = bba \times Tamb^2 + bbb \times Tamb + bbc$$

$$CC = cca \times Tamb^2 + ccb \times Tamb + ccc$$

$$DD = dda \times Tamb^2 + ddb \times Tamb + ddc$$

Et où les coefficients aaa , aab , aac , bba , bbb , bbc , cca , ccb , ccc , dda , ddb et ddc sont des polynômes d'ordre 3 de la vitesse V de remplissage.

Les différents coefficients déterminés sont spécifiques à un type de bouteille et sont déterminés par régression (par des essais ou par des simulations).

Pour le remplissage froid, $Pf_{100\%masse}$ qui est la pression finale limite au-delà de laquelle on dépasse la masse nominale stockée dans la bouteille est déterminée selon l'équation suivante :

$$Pf_{100\%masse} = Tamb \times [(a \times LN(V) + b) \times (P0, 15^\circ C) + (c \times LN(V) + d)] + (e + f \times P0 + g \times V) \times (Tr - Tamb)$$

Où a , b , c , d , e , f et g sont des coefficients obtenus par régression (par des essais ou par des simulations). Ces coefficients peuvent être propres à un type de bouteille. a, b, c et d peuvent être les mêmes coefficients que ceux utilisés pour le remplissage avec du gaz à température ambiante.

Exemple 1 :

L'opérateur souhaite remplir une bouteille DYNETEK 150l dont la température maximale de service est de $85^\circ C$ (358K) avec de l'hydrogène.

Il mesure la température ambiante ($32^\circ C$) et la pression initiale à l'entrée de la bouteille (50 bars). Il choisit

15

de remplir cette bouteille à une vitesse de 2 bars par seconde.

Le calculateur lui indique alors à l'aide de l'équation (1) que $P_{f_{100\% \text{masse}}} = 447$ bars et que $P_{f_{85\%}} = 304$ bars. La pression finale de remplissage est alors égale au minimum de ces deux valeurs soit 304bar.

L'opérateur règle alors la vitesse de remplissage à 2 bars par seconde et il commence le remplissage tout en mesurant la pression au niveau du connecteur, comme indiqué précédemment. Un automate calcule la dérivée de cette pression par rapport au temps et permet de contrôler la vitesse de montée en pression par rapport à la consigne de 2bar/s.

Lorsque cette pression atteint 304 bars, le remplissage est arrêté.

Le protocole de remplissage ainsi suivi est résumé dans le tableau ci-dessous.

Paramètres	valeurs	Mode d'obtention
Température ambiante	32°C	Mesure fixe
Pression initiale	50 bars	Mesure fixe
Vitesse de remplissage	2bar/s	Choix de l'opérateur
Pression maximale autorisée	304 bars	calcul
Taux de remplissage	70%	calcul
Température finale ⁽¹⁾	85°C	calcul
Durée totale du remplissage	2,1 min	calcul

⁽¹⁾ paramètre limitant le remplissage

Exemple 2 :

L'opérateur souhaite remplir une bouteille DYNETEK 1501 dont la température maximale est de 85°C (358K).

Il mesure la température ambiante (20°C) et la pression initiale à l'entrée de la bouteille (60 bars). Il choisit alors de remplir cette bouteille à une vitesse de 2 bars par seconde.

Le calculateur lui indique à l'aide de l'équation suivante que pour un remplissage à 100%, la pression finale est de 427 bars.

La pression finale correspond à une température finale de 85°C et est supérieure à 438bar. Le minimum des deux valeurs correspond bien à 427bar.

L'opérateur règle alors la vitesse de remplissage à 2 bars par seconde et il commence le remplissage tout en mesurant la pression au niveau du connecteur, comme indiqué précédemment. Un automate calcule la dérivée de cette pression par rapport au temps et permet de contrôler la vitesse de montée en pression par rapport à la consigne de 2bar/s. On interrompt le remplissage lorsque la pression atteint 427bar.

Le protocole de remplissage ainsi suivi est résumé dans le tableau ci-dessous.

Paramètres	valeurs	Mode d'obtention
Température ambiante	20°C	Mesure fixe
Pression initiale	60 bars	Mesure fixe
Vitesse de remplissage	2bar/s	Choix de l'opérateur

Pression maximale autorisée	427 bars	calcul
Taux de remplissage ⁽¹⁾	100%	calcul
Température finale	77°C	calcul
Durée totale du remplissage	3,1 min	calcul

⁽¹⁾paramètre limitant le remplissage

Exemple 3 : Remplissage sécuritaire optimisé par estimation de la température en entrée :

L'opérateur souhaite remplir avec de l'hydrogène une bouteille de type DYNATEK 150L dont la pression de service est 350bar et pouvant supporter une pression maximale de 438bar. L'opérateur souhaite terminer le remplissage à une pression de 400bar.

L'opérateur mesure la température ambiante (35°C) et la pression à l'entrée de la bouteille (30 bars). Il choisit de remplir cette bouteille à une vitesse de 1,25 bar par seconde.

Le calculateur lui indique alors que le remplissage doit être fait à une température d'entrée du gaz de -33°C.

L'opérateur règle alors la température d'entrée du gaz à -33°C et la vitesse de remplissage à 1,25 bar par seconde et il commence le remplissage tout en mesurant la pression dans la bouteille. La pression est mesurée de manière dynamique au niveau du connecteur.

Un automate calcule la dérivée de cette pression par rapport au temps et permet de contrôler la vitesse de montée en pression par rapport à la consigne de 1,25bar/s.

18

Lorsque la pression dans la bouteille atteint 400 bars, le remplissage est arrêté.

Le protocole de remplissage ainsi suivi est résumé dans le tableau ci-dessous.

Paramètres	valeurs	Mode d'obtention
Température ambiante	35°C	Mesure instantanée
Pression initiale	30 bars	Mesure fixe
Vitesse de remplissage	1,25bar/s	Choix de l'opérateur
Pression finale	400bars	Choix de l'opérateur
Température de remplissage	-33°C	calcul

Exemple 4 :

L'opérateur souhaite ensuite remplir la même bouteille avec un gaz disponible à 0°C. Les conditions de remplissage sont : la température ambiante = 30°C et la pression à l'entrée de la bouteille = 15 bars. L'opérateur souhaite remplir la bouteille à une vitesse de 2 bars par seconde.

Le calculateur lui indique alors que le remplissage doit être interrompu à une pression de 425 bars.

L'opérateur règle alors la température d'entrée du gaz à 0°C et la vitesse de remplissage à 2 bars par seconde et il commence le remplissage tout en mesurant la pression dans la bouteille. Lorsque la pression dans la bouteille atteint 425 bars, le remplissage est arrêté.

Le protocole de remplissage ainsi suivi est résumé dans le tableau ci-dessous.

Paramètres	valeurs	Mode d'obtention
Température ambiante	30°C	Mesure instantanée
Pression initiale	15 bars	Mesure fixe
Vitesse de remplissage	2 bars/s	Choix de l'opérateur
Température de remplissage	0°C	Choix de l'opérateur
Pression finale	425 bars	calcul

REVENDICATIONS

1.Procédé de remplissage de bouteille de gaz sous pression, le remplissage étant paramétré à l'aide d'une valeur déterminée de vitesse de remplissage tel qu'une dérivée de la pression d'entrée dans la bouteille en fonction du temps, le remplissage étant piloté à l'aide de la pression d'entrée dans la bouteille, caractérisé par le fait que le remplissage est interrompu lorsque la pression d'entrée atteint une pression maximale de remplissage, la pression maximale de remplissage dans la bouteille étant calculée pour correspondre à la plus sévère des deux conditions suivantes : capacité nominale de remplissage ou la température de calcul des bouteilles.

2.Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que la pression maximale de remplissage est calculée en fonction de la température ambiante et de la pression initiale dans la bouteille.

3.Procédé selon la revendication 2, caractérisé par le fait que la température ambiante et la pression initiale dans la bouteille sont mesurées avant le remplissage.

4.Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la pression maximale de remplissage est calculée en fonction de la vitesse de remplissage.

5.Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que la vitesse de remplissage est choisie en fonction d'un taux

de remplissage souhaité et/ou en fonction d'une durée de remplissage souhaitée.

6.Procédé selon la revendication 5, caractérisé par le fait que vitesse de remplissage est choisie en fonction de la température ambiante et de la pression initiale du gaz dans la bouteille mesurée avant le remplissage.

7.Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la vitesse de remplissage est exprimée en dérivée de la pression d'entrée dans la bouteille en fonction du temps et est comprise entre 0,05 bar/s et 20 bar/s, de préférence entre 0,10 et 15 bar/s et plus préférentiellement encore entre 0,5 bar/s et 12 bar/s.

8.Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la vitesse de remplissage est sélectionnée soit par l'opérateur au moment du remplissage soit automatiquement.

9.Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait le remplissage est piloté uniquement à l'aide de la pression d'entrée dans la bouteille.

10.Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que le remplissage de la bouteille est réalisé à une température calculée en fonction de la pression initiale, de la température ambiante et de la pression maximale de remplissage.

11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé par le fait que la température de remplissage est calculée en fonction de la vitesse de remplissage.

12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que la pression maximale de remplissage est calculée en fonction de la pression initiale, de la température ambiante, de la température du gaz en entrée de bouteille et de la vitesse de remplissage.

13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 12, caractérisé par le fait que la température de remplissage calculée est inférieure à la température ambiante.

14. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la bouteille est de forme généralement cylindrique avec un rapport longueur L sur diamètre D, L/D, inférieur à 6, de préférence de 1 à 5, et plus préférentiellement encore de 1 à 4.

15. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la pression maximale ($P_{f100\% \text{ masse}}$) de remplissage correspondant à la condition de respect de la capacité nominale de remplissage de la bouteille est calculée selon la formule :

$$\frac{P_{f100\% \text{ masse}}}{T_{amb}} = (a \times LN(V) + b) \times (P0, 15^\circ C) + c \times LN(V) + d \quad (1)$$

dans laquelle :

23

- Tamb est la Température ambiante en K,
- V est la vitesse de remplissage de la bouteille en bar/seconde,
- P0 est la Pression initiale en bar, et (P0, 15°C) est la pression initiale ramenée à 15°C en bar
- a, b, c et d ; des coefficients déterminés par régression.

16. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la pression maximale (Pf_{100% masse}) de remplissage correspondant à la condition de respect de la capacité nominale de remplissage de la bouteille est calculée selon la formule :

$$Pf_{100\% \text{ masse}} = Tamb \times [(a \times LN(V) + b) \times (P0, 15^\circ C) + (c \times LN(V) + d)] + (e + f \times P0 + g \times V) \times (Tr - Tamb) \quad (2)$$

dans laquelle :

- Tamb est la Température ambiante en K,
- Tr est la température du gaz de remplissage en K
- V est la vitesse de remplissage de la bouteille en bar/seconde,
- P0 est la Pression initiale en bar, et (P0, 15°C) est la pression initiale ramenée à 15°C en bar
- a, b, c, d, e, f et g ; des coefficients déterminés par régression

17. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la pression maximale (Pf_{85°C}) de remplissage correspondant à

24

la condition de respect de la température de calcul de la bouteille est calculée selon une formule polynomiale du type :

$$Pf_{85^{\circ}C} = AAP0^n + BBP0^{n-1} + CCP0^{n-2} + DDP0^{n-3} + \dots + ZZ$$

dans laquelle :

- P0 est la Pression initiale en bar,
- n est un entier et est au moins égal à 3,
- et les coefficients AA, BB, CC ..., ZZ sont des fonctions polynomiales de la vitesse de remplissage propre à la bouteille remplie et obtenus par régression.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/FR2005/050947

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

F17C5/00 F17C5/06 F17C5/00

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 1 452 794 A (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS, INC) 1 September 2004 (2004-09-01) the whole document	1-17
X	US 2002/014277 A1 (TOGASAWA SHUICHI ET AL) 7 February 2002 (2002-02-07) the whole document	1-17
X	US 5 628 349 A (DIGGINS ET AL) 13 May 1997 (1997-05-13) the whole document	1-17
X	EP 1 398 603 A (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS, INC) 17 March 2004 (2004-03-17) the whole document	1-17
	----- -/--	

☒ 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

22 February 2006

Date of mailing of the international search report

01/03/2006

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, B

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR2005/050947

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2003/146106 A1 (MITLITSKY FRED) 7 August 2003 (2003-08-07) the whole document -----	1-17
X	EP 1 205 704 A (GREENFIELD AG) 15 May 2002 (2002-05-15) the whole document -----	1-17
X	EP 1 146 277 A (L'AIR LIQUIDE, S.A. A DIRECTOIRE ET CONSEIL DE SURVEILLANCE POUR L'ETU) 17 October 2001 (2001-10-17) the whole document -----	1-17

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/FR2005/050947

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)		Publication date
EP 1452794	A	01-09-2004	US	2004163731 A1		26-08-2004
			US	2005103400 A1		19-05-2005
US 2002014277	A1	07-02-2002	JP	2001355795 A		26-12-2001
US 5628349	A	13-05-1997	AU	4651596 A		14-08-1996
			CA	2208763 A1		01-08-1996
			CN	1169132 A		31-12-1997
			EP	0805765 A1		12-11-1997
			WO	9622915 A1		01-08-1996
EP 1398603	A	17-03-2004	US	6708573 B1		23-03-2004
US 2003146106	A1	07-08-2003	NONE			
EP 1205704	A	15-05-2002	NONE			
EP 1146277	A	17-10-2001	JP	2001295994 A		26-10-2001

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2005/050947

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

F17C5/00 F17C5/06 F17C5/00

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)

EP0-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 1 452 794 A (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS, INC) 1 septembre 2004 (2004-09-01) le document en entier -----	1-17
X	US 2002/014277 A1 (TOGASAWA SHUICHI ET AL) 7 février 2002 (2002-02-07) le document en entier -----	1-17
X	US 5 628 349 A (DIGGINS ET AL) 13 mai 1997 (1997-05-13) le document en entier -----	1-17
X	EP 1 398 603 A (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS, INC) 17 mars 2004 (2004-03-17) le document en entier -----	1-17
	-/-	

☒ 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

22 février 2006

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

01/03/2006

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, B

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2005/050947

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 2003/146106 A1 (MITLITSKY FRED) 7 août 2003 (2003-08-07) le document en entier -----	1-17
X	EP 1 205 704 A (GREENFIELD AG) 15 mai 2002 (2002-05-15) le document en entier -----	1-17
X	EP 1 146 277 A (L'AIR LIQUIDE, S.A. A DIRECTOIRE ET CONSEIL DE SURVEILLANCE POUR L'ETU) 17 octobre 2001 (2001-10-17) le document en entier -----	1-17

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2005/050947

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 1452794	A	01-09-2004	US 2004163731 A1	26-08-2004
			US 2005103400 A1	19-05-2005
US 2002014277	A1	07-02-2002	JP 2001355795 A	26-12-2001
US 5628349	A	13-05-1997	AU 4651596 A	14-08-1996
			CA 2208763 A1	01-08-1996
			CN 1169132 A	31-12-1997
			EP 0805765 A1	12-11-1997
			WO 9622915 A1	01-08-1996
EP 1398603	A	17-03-2004	US 6708573 B1	23-03-2004
US 2003146106	A1	07-08-2003	AUCUN	
EP 1205704	A	15-05-2002	AUCUN	
EP 1146277	A	17-10-2001	JP 2001295994 A	26-10-2001