

⑫

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

⑰ Anmeldenummer: **83107855.5**

⑤① Int. Cl.³: **F 17 C 5/00**

⑱ Anmeldetag: **09.08.83**

⑳ Priorität: **11.08.82 DE 3229921**

⑦① Anmelder: **Linde Aktiengesellschaft,
Abraham-Lincoln-Strasse 21, D-6200 Wiesbaden (DE)**

㉑ Veröffentlichungstag der Anmeldung: **21.03.84
Patentblatt 84/12**

⑦② Erfinder: **Meinass, Helmut, Dipl.-Ing.,
Dompfaffenweg 12i, D-8192 Geretsried (DE)**

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

⑦④ Vertreter: **Schaefer, Gerhard, Dr., Linde
Aktiengesellschaft Zentrale Patentabteilung,
D-8023 Höllriegelskreuth (DE)**

⑤④ **Verfahren zum gleichzeitigen Befüllen von mehreren mit Acetylen gefüllten Flaschen mit Lösungsmittel.**

⑤⑦ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum gleichzeitigen Befüllen von mehreren mit Acetylen gefüllten Flaschen mit Lösungsmittel für das Acetylen. Dabei wird allen mit Acetylen gefüllten Flaschen gleichzeitig Hilfsgas, das im Lösungsmittel für das Acetylen im wesentlichen unlöslich ist, zugeführt. Allen mit Acetylen und dem Hilfsgas gefüllten Flaschen wird anschließend gleichzeitig das Lösungsmittel zugeführt. Um die aufgrund unterschiedlicher Fehlmengen verschiedenen Lösungsmittelinhalte der einzelnen Flaschen besser aneinander angleichen zu können sowie um den Hilfsgasverbrauch zu senken, wird vorgeschlagen, die mit Acetylen gefüllten Flaschen vor dem Einleiten des Hilfsgases auf eine über Umgebungstemperatur liegende Temperatur zu bringen.

EP 0 103 161 A2

1

5

10

Verfahren zum gleichzeitigen Befüllen von
mehreren mit Acetylen gefüllten Flaschen
mit Lösungsmittel

15 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum gleichzeitigen
Befüllen von mehreren mit Acetylen gefüllten Flaschen mit
Lösungsmittel für das Acetylen, bei dem allen mit Acetylen
gefüllten Flaschen gleichzeitig ein Hilfsgas, das im Lösungs-
mittel für das Acetylen im wesentlichen unlöslich ist, und
20 allen mit Acetylen und dem Hilfsgas gefüllten Flaschen
gleichzeitig das Lösungsmittel zugeführt wird.

Ein derartiges Verfahren ist durch die DE-OS 27 47 106 be-
kannt. Nach diesem Verfahren werden die zu Bündeln zusam-
25 mengefaßten Flaschen zunächst mit Acetylen gefüllt. Dieser
Vorgang nimmt mehrere Stunden in Anspruch. Das Nachfüllen
der erforderlichen Lösungsmittelmenge, die bei der dem Ace-
tylenfüllprozeß vorangegangenen Acetylenentnahme in Dampf-
form aus den Flaschen entwichen ist, erfolgt nach einer
30 längeren Pause, z.B. am Tag nach der Acetylenbefüllung.

Es ist nun festgestellt worden, daß mit dem bekannten
Verfahren die Fehlmengen an Lösungsmittel in jeder Fla-
sche nicht vollständig ergänzt werden können, so daß der
35 tatsächliche Lösungsmittelinhalt jeder Flasche nach dem

1 Nachfüllen des Lösungsmittels stets mehr oder weniger vom Lösungsmittelinhalt der übrigen Flaschen abweicht. Außerdem ist zur Durchführung des bekannten Verfahrens eine relativ große Menge an Hilfsgas erforderlich.

5

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs beschriebenen Art anzugeben, mit dem die aufgrund unterschiedlicher Fehlmengen verschiedenen Lösungsmittelinhalte der einzelnen Flaschen besser aneinander angeglichen werden können und das einen im Vergleich
10 zum bekannten Verfahren geringeren Hilfsgasverbrauch hat.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die mit Acetylen gefüllten Flaschen vor dem Einleiten des
15 Hilfsgases auf eine über Umgebungstemperatur liegende Temperatur gebracht werden.

Im Unterschied zum konventionellen Verfahren, bei dem das Hilfsgas bei Umgebungstemperatur in die Flaschen gefüllt
20 worden ist, wird das Hilfsgas beim erfindungsgemäßen Verfahren in Flaschen gefüllt, die eine gegenüber der Umgebungstemperatur höhere Temperatur besitzen. Es ist festgestellt worden, daß durch die erfindungsgemäße Maßnahme in jede Flasche die jeweils fehlende Menge an Lösungsmittel
25 vollständig eingeleitet wird und somit die Lösungsmittelinhalte der einzelnen Flaschen erheblich besser aneinander angeglichen werden.

Dieser Effekt dürfte auf den Einfluß der Temperatur auf
30 das freie Volumen innerhalb der Flaschen zurückzuführen sein. Das freie Volumen einer Flasche ist das Volumen, das nicht durch die aus Acetylen und dem Lösungsmittel bestehende Lösung eingenommen wird. Da sich die Lösung mit zunehmender Temperatur ausdehnt, nimmt die Lösung
35 beim erfindungsgemäßen Verfahren ein größeres Volumen ein

1 als beim herkömmlichen Verfahren. Demzufolge ist das freie
Volumen einer Flasche mit höherer Temperatur kleiner als
das einer Flasche mit z.B. Umgebungstemperatur. Mit zuneh-
5 mender Temperatur zweier gleichgroßer Flaschen mit unter-
schiedlichen Lösungsmengen ist die relative Ausdehnung
beider Lösungsmengen zwar gleich, das Verhältnis der freien
Volumina in den beiden Flaschen ändert sich jedoch. Ent-
hält eine Flasche bei Umgebungstemperatur eine größere
Lösungsmenge als eine andere Flasche, so steigt das Verhält-
10 nis des freien Volumens der Flasche mit der geringeren Lö-
sungsmenge zu dem der Flasche mit der größeren Lösungsmenge
mit zunehmender Temperatur an: Dem Verhältnis der freien
Volumina entsprechend teilen sich die dem Flaschenbündel
zugeführten Hilfsgasmengen und nachfolgend in erster Näherung die Er-
15 gänzungsmengen an Lösungsmittel auf. Daher wird bei der erfindungs-
gemäßen, gegenüber Umgebungstemperatur erhöhten Flaschen-
temperatur einer Flasche, die im Vergleich zu einer ande-
ren Flasche eine kleinere Lösungsmenge enthält, relativ
mehr Lösungsmittel zugeführt als dies bei Umgebungstempe-
20 ratur der Fall ist.

Beispiel:

Es sollen zwei gleichgroße Flaschen A und B miteinander
25 verglichen werden. Bei Umgebungstemperatur nehme die aus
Acetylen und einem Lösungsmittel wie Aceton bestehende
Lösung in Flasche A 80% und in Flasche B 90% des Flaschen-
volumens ein. Findet das Einfüllen des Hilfsgases nicht
bei Umgebungstemperatur, sondern bei einer höheren Tempe-
30 ratur statt, so nehmen die Lösungen ein beispielsweise
um 10% größeres Volumen ein: In Flasche A sind demgemäß
88% in Flasche B 99% des Volumens mit Lösung gefüllt.
Das Verhältnis der freien Volumina bei Umgebungstempera-
tur beträgt 2 : 1, bei der höheren Temperatur 12 : 1.
35 In diesem Verhältnis wird anschließend das Hilfsgas

1 auf die Flaschen aufgeteilt. Das Lösungsmittel wird in er-
ster Näherung ähnlich aufgeteilt, jedoch unterliegt die Auf-
teilung bekanntermaßen einer zusätzlichen Verstärkung, die
durch Konzentrationsverschiebungen bedingt sind. Mit dem er-
5 findungsgemäßen Verfahren, durch Temperaturerhöhung die
freien Volumina der Flaschen unterschiedlich zu reduzieren,
können nicht nur Lösungsmittelfehlmengen der Flaschen voll-
ständig ergänzt, d.h. die Lösungsmittelinhalte der Flaschen
einander angeglichen werden. Vielmehr ist ein "Überausgleich"
10 möglich. Das bedeutet, einer Flasche kann durch das erfin-
dungsgemäße Verfahren mehr Lösungsmittel zugeleitet werden,
als für den reinen Angleich erforderlich wäre. Der "Überaus-
gleich" ist besonders vorteilhaft, weil durch diesen eine Lö-
sungsmittelreserve für den nachfolgenden Entleerungsprozeß
15 gebildet wird. Vor dem dem Entleerungsprozeß folgenden Füll-
vorgang unterscheiden sich die Lösungsmittelfehlmengen weit-
aus weniger, als ohne "Überausgleich". Aus diesem Grund kön-
nen die Acetylenfüllmengen entsprechend erhöht werden, wodurch
ein Acetylenbündel besser ausgenutzt wird.

20

Beispiel:

Die gleich großen Acetylenflaschen C und D werden miteinander
verglichen. Der Flasche C fehlen 900g Lösungsmittel, der
Flasche D 400g. Das Verhältnis der freien Volumina beträgt
25 bei Umgebungstemperatur von 15 °C 1,6:1. Nach dem bekannten
Verfahren wurden der Flasche C 730g Lösungsmittel, der Fla-
sche D 400g zugeführt. Nach dem neuen Verfahren werden die
Flaschen z.B. auf 50 °C erwärmt. Das Verhältnis der freien
Volumina hat sich zu 2,1:1 verschoben. Dadurch erhält nun
30 die Flasche C 950g Lösungsmittel, während der Flasche D auch
wieder 400g zugeführt werden. Der Überausgleich von 50g Lö-
sungsmittel für die Flasche C ist insofern vorteilhaft, weil
diese bei der Entleerung mehr Lösungsmittel abgibt. Beim
Acetylen-Füllprozeß ist mit geringeren Abweichungen bei den
35 Lösungsmittelmengen von Flasche zu Flasche zu rechnen, der

1 Lösungsmittelinhalt liegt - insgesamt betrachtet - höher.
Das Flaschenbündel kann daher höher mit Acetylen beladen werden.

5 Mit besonderem Vorteil wird durch das erfindungsgemäße Verfahren der Verbrauch an Hilfsgas im Vergleich zum herkömmlichen Verfahren gesenkt. Der Bedarf an Hilfsgas ist geringer, da das Hilfsgas nur das freie Volumen in den Flaschen füllt und das freie Volumen bei der erfindungsgemäßen Temperatur
10 kleiner ist als beim konventionellen Verfahren. Vorteilhafterweise werden dadurch auch Verunreinigungen des Acetylen durch das Hilfsgas reduziert.

In einer besonders vorteilhaften Variante des Erfindungsgedankens wird das Hilfsgas unmittelbar nach Beendigung des
15 Acetylenfüllvorganges den durch die beim Lösen des Acetylen im Lösungsmittel freiwerdende Lösungswärme auf eine über Umgebungstemperatur liegende Temperatur erwärmten Flaschen zugeführt.

20

Beim bisherigen Verfahren wurde nach dem Acetylenfüllvorgang und vor dem Einfüllen des Hilfsgases eine Pause eingelegt, in der alle Flaschen eines Bündels dieselbe Temperatur, nämlich Umgebungstemperatur annehmen konnten. Im Unterschied dazu
25 wird in dieser erfindungsgemäßen Variante Hilfsgas unmittelbar nach dem Acetylenfüllvorgang in die Flaschen geleitet. Zu diesem Zeitpunkt liegt die Temperatur der Flaschen über der Umgebungstemperatur. Es hat sich als sehr vorteilhaft erwiesen, zum Ergänzen des Lösungsmittels die beim Acetylenfüllvorgang freiwerdende Lösungswärme, d.h. die durch die Lösungswärme verursachte höhere mittlere Temperatur der Flaschen zu nutzen, da diese Wärme stets beim Einfüllen von Acetylen in mit Lösungsmittel gefüllte Flaschen anfällt und somit kostenlos zur Verfügung steht.

35

1 Wegen der beträchtlichen Lösungswärme, die beim Lösen des Acetylens im Lösungsmittel frei wird, sowie der geringen Wärmeleitfähigkeit der üblicherweise im Flascheninnern vorhandenen porösen Masse wird die Flaschentemperatur erhöht, was dazu
5 führt, daß auch der Druck im Flascheninnern höher liegt als bei Umgebungstemperatur. Auch aus Gründen der Sicherheit ist daher das erfindungsgemäße Verfahren zweckmäßig. Er ermöglicht nämlich ein rasches Befüllen der Acetylenflaschen. Das ist vorteilhaft, da nach dem Einfüllen des Acetylens in die
10 Flaschen dessen Konzentration im Kopfbereich der Acetylenflasche besonders hoch ist und durch rasches Einfüllen des Hilfgases bzw. des Lösungsmittels die Acetylen-Lösungsmittel-Konzentration im kritischen Eingangsbereich schnell gesenkt werden kann.

15

Das erfindungsgemäße Verfahren besitzt wegen des geringen Hilfgasverbrauchs und der Möglichkeit, den Füllvorgang von Acetylenflaschen rasch durchführen zu können, einen erheblichen wirtschaftlichen Vorteil.

20

In einer weiteren Ausgestaltung des Erfindungsgedankens wird die Temperatur der Acetylenflaschen aus Sicherheitsgründen stets unter einer bestimmten Temperatur, beispielsweise unter 60 °C, gehalten.

25

Mit Vorteil wird in einer weiteren Variante der Erfindung die Flaschentemperatur durch Regeln der den Flaschen pro Zeiteinheit zugeführten Acetylenmenge geregelt.

30

35

1

5

10

Patentansprüche

- 15 1. Verfahren zum gleichzeitigen Befüllen von mehreren mit Acetylen gefüllten Flaschen mit Lösungsmittel für das Acetylen, bei dem allen mit Acetylen gefüllten Flaschen gleichzeitig ein Hilfsgas, das im Lösungsmittel für das Acetylen im wesentlichen unlöslich ist, und allen mit Acetylen und dem Hilfsgas gefüllten 20 Flaschen gleichzeitig das Lösungsmittel zugeführt wird, dadurch gekennzeichnet, daß die mit Acetylen gefüllten Flaschen vor dem Einleiten des Hilfsgases auf eine über Umgebungstemperatur liegende Temperatur gebracht werden. 25
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Hilfsgas unmittelbar nach Beendigung des Acetylenfüllvorganges den durch die beim Lösen des Acetylen im Lösungsmittel freiwerdende Lösungswärme auf eine 30 über Umgebungstemperatur liegende Temperatur erwärmten Flaschen zugeführt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Flaschen stets unter 60°C 35 liegt.

1 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 4, dadurch ge-
kennzeichnet, daß die Flaschentemperatur durch Regeln
der den Flaschen pro Zeiteinheit zugeführten Acetylen-
menge geregelt wird.

5

10

15

20

25

30

35