

Beschreibung

Verfahren und Vorrichtung zur gravimetrischen Prüfgasherstellung mittels Rückwägung

Unter einem Prüfgas versteht man ein exakt gemischtes Präzisionsgasgemisch mit definierter, d.h. nach Art und Menge der Bestandteile bekannter Zusammensetzung. Vielfach besteht es aus einem Grundgas oder Grundgasgemisch, welches den Hauptbestandteil des Prüfgases bildet, und aus einer oder mehreren Beimengungen, die unmittelbar zur Prüfung oder Kalibrierung benutzt werden.

Prüfgase werden mit unterschiedlichen Beimengungen benötigt, deren Art, Anzahl und Konzentration stark variieren. Das Anwendungsspektrum von Prüfgasen reicht von der Kalibrierung und Justierung von Meßgeräten, der Prozeßoptimierung und der Anlagenüberwachung über die Forschung und Entwicklung bis hin zur Medizin.

Prüfgase werden grundsätzlich durch das Zusammenfügen von definierten Mengen verschiedener Gasanteile hergestellt. Die ältesten Herstellmethoden sind manometrischer und volumetrischer Art. Das manometrische Verfahren beruht auf der Druckänderung nach Zugabe der einzelnen Beimengungen bzw. des Grundgases. Zur exakten Bestimmung der Massenkonzentrationen ist eine Umrechnung mit Hilfe von phänomenologischen Gaszustandsgleichungen nötig. Beim volumetrischen Verfahren werden die Volumina der einzelnen Gasgemischkomponenten, beispielsweise mittels Durchflußmessern, bestimmt und in einen Gasbehälter, nachfolgend Flasche genannt, überführt. Bei beiden Verfahren ist allerdings die Mischgenauigkeit relativ gering, so daß eine nachträgliche Gasanalyse zur genauen Bestimmung der Gemischzusammensetzung durchgeführt werden muß.

Mit der Verfügbarkeit ausreichend genauer Waagen hat sich die gravimetrische Prüfgasherstellung schnell verbreitet und wird heute allgemein bevorzugt. Das Prinzip besteht darin, daß die Gasgemischkomponenten nacheinander in die Flasche eingefüllt werden, wobei nach jeder Dosierung die Massenzunahme durch Wägung bestimmt wird. Damit ist der direkte Bezug der eingewogenen Gase zur Basisgröße "kg" bzw. "mol" gegeben und eine Umrechnung mit Zustandsgleichungen hinfällig. Da Massenbestimmungen mittels Wägung zu den genauesten physikalischen Meßverfahren gehören, können mit dieser Methode Prüfgase höchster Präzision hergestellt werden.

In der Praxis wird die gravimetrische Prüfgasherstellung so durchgeführt, daß eine evakuierte Flasche auf eine Waage gestellt und die Verbindung zur Gasversorgung, Gasdosierung und Steuerung über eine Gaszuführung, in der Regel eine Kapillare, hergestellt wird, mit der ein möglichst geringer Einfluß auf die Wägung gesichert werden soll. Man unterscheidet die weitere Vorgehensweise dadurch, ob mit oder ohne Rückwägung gearbeitet wird.

Bei der Herstellung ohne Rückwägung wird zunächst die für die Gasversorgung notwendige Gaszuführung an die Flasche angeschlossen und eine erste Wägung durchgeführt. Es folgt die Eingabe der 1. Komponente gemäß der berechneten Rezeptur des herzustellenden Prüfgases. Gewöhnlich werden die Komponenten in der Reihenfolge steigender Konzentration eingegeben. Nach Abschluß des Füllvorganges wird die Flasche mit angeschlossener Gaszuführung und eingefüllter 1. Komponente erneut gewogen. Die Differenz der beiden Wägungen der Flasche vor und nach der Füllung ergibt die Masse der eingefüllten 1. Komponente. Diese Arbeitsvorgänge werden dann sinngemäß für alle weiteren Prüfgaskomponenten wiederholt.

Bei den Wägungen mit angeschlossener Gaszuführung wird allerdings aufgrund des Einflusses der Spannung in der Gaszuführung auf die Waage das Meßergebnis verfälscht. Die so ermittelten Werte können daher im allgemeinen nicht zur Attestierung der Zusammensetzung herangezogen werden. Vielmehr wird diese durch eine abschließende physikalisch-chemische Analyse gegen einen Prüfgasstandard erzielt.

Um diesen Nachteil zu beseitigen, bedient man sich des Verfahrens der gravimetrischen Prüfgasherstellung mit Rückwägung. Hierbei wird vor und nach dem Einfüllen jeder Komponente die Gaszuführung von der Flasche getrennt und eine sogenannte Rückwägung durchgeführt. Da die Waage jeweils vollkommen von der Gaseversorgung abgekoppelt ist, wird nur die Flasche mit dem entsprechenden Inhalt ohne störende äußere Einflüsse gewogen. Aus den durch Rückwägung bestimmten Werten können so exakt die Massen der einzelnen Komponenten ermittelt werden. Die Attestierung der Zusammensetzung erfolgt bei diesem Verfahren ausschließlich anhand der Massenermittlung. Abschließende gasanalytische Prüfungen können somit entfallen.

Die gravimetrische Prüfgasherstellung mit Rückwägung wird bisher manuell durchgeführt und ist damit sehr arbeits- und zeitintensiv. Eine automatisierte Durchführung des Verfahrens ist bislang nicht möglich.

Aus der DE-C-37 39 950 ist ein Verfahren bekannt, Gase nach Gewichtsangabe automatisch in Flaschen abzufüllen. Hierzu sind auf der Waage ein Drehkopf zum Öffnen und Schließen des Flaschenventils und ein Füllkopf zum Einfüllen des Gases angeordnet. Bei der Gasflaschenbefüllung wird in mehreren Schritten Gas in die Flasche eingefüllt und anschließend gewogen bis das vorgegebene Endgewicht erreicht ist. Die beschriebene Abfüllmethode ist allerdings nicht für die Herstellung von Präzisionsgasgemischen geeignet, da von der Waage ein Gasschlauch, ein Druckluftschlauch und ein Stromversorgungskabel wegführen, die die Wägung beeinflussen.

Aufgabe vorliegender Erfindung ist es daher, ein Verfahren bereitzustellen, mit dem die gravimetrische Prüfgasherstellung mit Rückwägung automatisiert werden kann. Weiterhin liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens zur Verfügung zu stellen.

Verfahrensseitig wird diese Aufgabe durch die Merkmale des Anspruchs 1 gelöst.

Das erfindungsgemäße Verfahren erlaubt die automatische Herstellung eines Prüfgases nach dem gravimetrischen Verfahren mit Rückwägung. An das manuell zu betätigende Flaschenventil, meist ein mit einem Handrad versehenes Ventil, wird ein weiteres steuerbares Ventil angeschlossen, wodurch es möglich ist, die Flasche automatisch gesteuert zu öffnen und zu schließen ohne das Handrad zu betätigen. Die Verbindung der Gaszuführung mit der Flasche wird durch ein steuerbares Verstellelement hergestellt, welches mit der Waage verbunden ist.

Bei der Prüfgasherstellung wird zuerst die Flasche evakuiert und anschließend das steuerbare Ventil geschlossen. Das Flaschenventil kann dagegen während des gesamten Herstellprozesses geöffnet bleiben. Nach einer ersten Wägung der evakuierten Flasche wird die Verbindung zwischen der Gaszuführung und der Flasche gasdicht geschlossen und somit auch die Verbindung der Gaszuführung mit der Waage hergestellt. Nach Öffnung des steuerbaren Ventils wird die erste Komponente des Prüfgases eingefüllt. Die Einfüllmenge wird automatisch durch eine Wägung der Flasche kontrolliert und nach Erreichen der erforderlichen Menge die Gaszufuhr unterbrochen sowie das Ventil geschlossen. Die Genauigkeit der so ermittelten Masse der Prüfgaskomponente und ihre Abweichung vom Vorgabewert bestimmen die präparative Genauigkeit des Verfahrens. Zur Attestierung der Gaszusammensetzung wird eine Rückwägung durchgeführt. Hierzu wird erfindungsgemäß die Dichtung zwischen der Gaszuführung

und dem Ventil durch das Verstellelement gelöst, die Gaszuführung von der Waage getrennt und anschließend die Rückwägung durchgeführt. Diese Verfahrensschritte werden solange wiederholt bis alle Bestandteile des Prüfgases gemäß der Vorgabe eingefüllt und rückgewogen sind.

Vorteilhaft wird das steuerbare Ventil direkt an die Flasche angeschlossen. Es ist aber auch möglich, zwischen dem Ventil und der Flasche weitere einen Gasdurchfluß ermöglichende Elemente, wie z.B. Leitungen oder Meßgeräte, wie Manometer oder Durchflußmesser, anzubringen. Wesentlich ist lediglich, daß die Flasche bei geschlossenem Ventil gasdicht gegen die Umgebung abgeschlossen ist.

Ebenso können zwischen der Gaszuführung und dem steuerbaren Ventil weitere einen Gasdurchfluß ermöglichende Elemente angeordnet sein. Wichtig ist nur, daß die Verbindung lösbar ist, d. h. unterbrochen werden kann, und daß im verbundenen Zustand ein gasdichter Abschluß gegen die Umgebung erfolgt.

Zweckmäßigerweise wird die lösbare Verbindung zwischen der Gaszuführung und dem steuerbaren Ventil von einem automatisch betätigbaren Hub- oder Zugzylinder geöffnet oder geschlossen. Beispielsweise ist es möglich, die Gaszuführung durch einen pneumatisch oder elektrisch betätigten Zylinder zum Schließen der Verbindung an das mit einer Dichtung versehene Ventil zu drücken und zum Öffnen wieder zurück zu ziehen.

Die Gaszuführung kann auch durch andere geeignete Mittel, wie z.B. einen Exzenter oder einen Kniehebel, an die Dichtung gedrückt werden. Ebenso ist es möglich, die Gaszuführung durch andere Mittel, beispielsweise ein mit einer Haltevorrichtung für die Gaszuführung versehenes, linear bewegbares Band, so zu führen, daß die Verbindung zwischen der Gaszuführung und dem steuerbaren Ventil geöffnet oder geschlossen wird.

Die Gaszuführung ist vorzugsweise so flexibel ausgeführt, daß sie zum Anschluß an die Flasche an das entsprechende Gegenstück herangeführt und beim Trennen von ihm etwas entfernt werden kann. Andererseits ist es aber zweckmäßig die Gaszuführung so auszuführen, daß sie im mit der Waage verbundenen Zustand keine zusätzliche Gewichtskraft auf die Waage ausübt. Hierzu hat sich eine flexible, aber selbsttragende Ausführung der Gaszuführung, beispielsweise als dünnes Rohr, als geeignet erwiesen. Es ist auch möglich, die Gewichtskraft der Gaszuführung, z.B. über eine

Umlenkung und ein Gegengewicht, zu kompensieren. Des weiteren kann das Gewicht der Gaszuführung auch von der Steuereinheit aus den Wäageergebnissen herausgerechnet werden.

Für eine exakte Rückwägung muß die Gaszuführung sowohl von der Flasche als auch von der Waage getrennt werden. Bei einer selbsttragenden Ausführung der Gaszuführung oder einer Einrichtung zur Kompensation der Gewichtskraft der Gaszuführung ist das Lösen der Verbindung zwischen der Gaszuführung und der Flasche gleichzeitig vorteilhaft mit einem Abkoppeln der Gaszuführung von der Waage verbunden.

Von Vorteil ist es auch, die Gaszuführung von einem nicht mit der Waage verbundenen, steuerbaren Hub- oder Zugzylinder von der Waage zu trennen bzw. mit ihr zu verbinden. In diesem Fall wird das Gewicht der Gaszuführung im von der Waage getrennten Zustand von diesem Zylinder getragen.

Bei der Rückwägung der Flasche müssen sämtliche Verbindungen zwischen der Waage und der Umgebung gelöst sein, um eine exakte Wägung zu gewährleisten. Neben der Gaszuführung sind dies insbesondere Leitungen, die zur Energieversorgung und Steuerung des steuerbaren Ventils und dem steuerbaren Verstellelement dienen. Vorteilhaft ist es deshalb, wenn mindestens eine auf der Waage befindliche, autarke Energieversorgung die Energie zur Betätigung des steuerbaren Ventils und des Verstellelementes liefert. Dadurch entfallen ansonsten nötige Versorgungsleitungen, die die Rückwägung beeinflussen können. Beispielsweise kann auf der Waage eine elektrische Batterie vorgesehen sein, die die nötige Energie für sämtliche zu betätigenden Ventile und Einrichtungen liefert.

Je nach Ausführung der zu steuernden Elemente können außer einem elektrischen Energiespeicher auch andere Energiespeicher oder Kombinationen verschiedener Energiespeicher vorgesehen sein. Vorteilhaft ist z.B. die Regelung und Steuerung aller zu betätigenden Elemente elektrisch vorzunehmen, während die eigentliche Betätigung pneumatisch erfolgt. Dementsprechend wird in diesem Fall neben einer elektrischen Batterie zusätzlich ein pneumatischer Energiespeicher, beispielsweise ein unter Überdruck stehender Gaszylinder, Verwendung finden.

Eine autarke Energieversorgung für alle auf der Waage befindlichen, zu betätigenden Elemente, wie z.B. das steuerbare Ventil, das Verstellelement oder weitere verstellbare Ventile und Einrichtungen, ist aber nicht zwingend erforderlich. Es ist ebenso

möglich, die nötige Energie zur Betätigung der Elemente bei Bedarf von außen zuzuführen. Beispielsweise können derartige elektrisch verstellbare Elemente selbsthaltend ausgeführt sein, so daß sie nach Abkopplung der elektrischen Energiezufuhr in dem eingestellten Zustand verbleiben. Damit ist es möglich, die elektrischen Versorgungsleitungen, nachdem die zu steuernden Elemente entsprechend betätigt worden sind, wieder von der Waage zu entfernen. Eine negative Beeinflussung der Wägung, insbesondere bei der Rückwägung, wird so ebenfalls vermieden. Der Anschluß derartiger elektrischer Versorgungsleitungen an die auf der Waage befindlichen Einrichtungen kann z.B. über sogenannte Messerkontakte erfolgen.

Zur Steuerung der gesamten Prüfgasherstellung ist eine Steuereinheit vorgesehen, die die Aufgabe hat, alle notwendigen Steuerungen bei der Prüfgasherstellung gemäß einer vorgegebenen Rezeptur vorzunehmen und aufeinander abzustimmen. Hierzu gehört das Öffnen und Schließen des zwischen der Gaszuführung und der Flasche angeordneten Ventiles und der Ventile der Gasversorgungseinrichtung, die sich in der Regel neben der Waage befindet, sowie die Steuerung des Verstellelementes. Ferner kontrolliert und regelt die Steuereinheit zweckmäßigerweise die Druckverhältnisse in den Gaszuführungsleitungen, und bei pneumatischer Steuerung auch die in den Steuerleitungen, sowie sämtliche Wägungen. Zahlreiche weitere Kontroll- und Regelaufgaben sowie die rechnerische Weiterverarbeitung von Wägeergebnissen können vorzugsweise ebenfalls von der Steuereinheit übernommen werden, so daß ein vollkommen automatischer Ablauf erreicht wird.

Die gesamte Steuereinheit kann sowohl auf der Waage als auch neben der Waage angeordnet sein. Ferner ist es auch möglich, nur bestimmte Teile der Steuereinheit auf der Waage anzubringen.

Von Vorteil ist es, die Steuereinheit nicht auf der Waage anzuordnen. Da die Steuereinheit sowohl Elemente auf der Waage als auch solche neben der Waage steuern muß, ist unabhängig von der Anordnung der Steuereinheit ohnehin eine Einrichtung zur Übertragung der Steuersignale von und zur Waage erforderlich. Die Anordnung der Steuereinheit neben der Waage hat den Vorteil, daß das Gesamtgewicht, welches die Waage zu tragen hat, niedriger ist, wodurch eine Waage mit höherer Wägegenauigkeit gewählt werden kann. Ferner ermöglicht eine derartige Anordnung im Bedarfsfall einen manuellen Eingriff in den automatisch ablaufenden Herstellprozeß, ohne daß dadurch die Wägungen beeinflusst werden.

Die Signalübertragung zwischen der neben der Waage befindlichen Steuereinheit und den auf der Waage befindlichen, zu steuernden Elementen oder zwischen der auf der Waage befindlichen Steuereinheit und den nicht auf der Waage befindlichen zu steuernden Elementen erfolgt zweckmäßigerweise berührungslos, um eine Beeinflussung der Wägungen zu vermeiden. Hierzu ist eine optische Übertragung mit sogenannten Opto-Kopplern zweckmäßig. Als Lichtsender verwendet man Licht emittierenden Dioden (LED), die meist Infrarotlicht oder sichtbares Licht abstrahlen. Als Lichtempfänger dienen Fotodioden, Fototransistoren oder Fotodarlingtontransistoren.

Um das Eindringen von atmosphärischer Luft und insbesondere von Feuchtigkeit in die Gaszuführung zu verhindern, hat es sich als Vorteil erwiesen, die Gaszuführung im von der Flasche abgetrennten Zustand mit einem Inertgas zu spülen. Zweckmäßigerweise wird die Gaszuführung nach dem Abtrennen von dem steuerbaren Ventil nur so wenig von dem mit ihr zu verbindenden Gegenstück entfernt, daß zwar einerseits die Gaszuführung von der Waage vollkommen abgekoppelt ist, aber andererseits das Gegenstück ebenfalls von dem durch die Gaszuführung geleiteten Inertgasstrom beschleiert wird. So wird auch ein Eindringen von Luft in den Gasleitungsbereich bis zum steuerbaren Ventil verhindert.

Neben dem Verfahren zur gravimetrischen Prüfgasherstellung mit Rückwägung bezieht sich die Erfindung auch auf eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens mit einer Waage zum Wiegen des Gasbehälters mit Inhalt und einer Gaszuführung zum Zuführen der Prüfgaskomponenten.

Erfindungsgemäß ist eine Waage zum Wiegen eines Gasbehälters mit und ohne Inhalt, eine Gaszuführung zum Einfüllen der Prüfgaskomponenten in den Gasbehälter, ein an den Gasbehälter angeschlossenes, steuerbares Ventil, und eine zwischen der Gaszuführung und dem steuerbaren Ventil vorgesehene Verbindung, die durch ein mit der Waage verbundenes, steuerbares Verstellelement lös- und schließbar ist, vorgesehen.

Zweckmäßigerweise ist das mit der Waage verbundene Verstellelement als steuerbarer Hub- oder Zugzylinder ausgebildet.

Von Vorteil ist eine auf der Waage befindliche, autarke Energieversorgung. Zur Versorgung mit elektrischer Energie wird zweckmäßig eine elektrische Batterie und zur Versorgung mit pneumatischer Energie ein Druckgasbehälter eingesetzt.

Bei Verwendung einer pneumatischen Steuerung von zu steuernden Elementen ist es wichtig, daß kein Steuergas entweicht, um die Wägungen nicht zu verfälschen. In diesem Fall wird daher vorteilhaft ein Niederdruckgasbehälter auf der Waage angeordnet, der druckentlastete Steuergase aus auf der Waage befindlichen Elementen, beispielsweise Ventilen, auffängt.

Der erfindungsgemäße Vorschlag hat zahlreiche Vorteile gegenüber dem Stand der Technik. Durch die durchgehende Automatisierung der gravimetrischen Prüfgasherstellung wird in rationeller Weise Bedienungspersonal eingespart. Die Prüfgasherstellung wird außerdem beschleunigt, so daß mit geringerem Arbeitsaufwand deutlich mehr Flaschen abgefüllt werden können. Die gravimetrische Herstellung mit Rückwägung erlaubt den Verzicht auf abschließende gasanalytische Prüfungen zur Attestierung der Zusammensetzung. Lediglich zur Kontrolle der einwandfreien Funktion des Verfahrens sind gelegentliche gasanalytische Stichprobenprüfungen angebracht.

Bisher mußte die Zusammensetzung der Prüfgase nach ihrer Herstellung durch eine physikalisch-chemische Analyse gegen einen Prüfgasstandard ermittelt werden. Derartige Prüfgasstandards werden in der Regel durch gravimetrische Herstellung mittels Rückwägung erzeugt. Bei der bisherigen Attestierung wird die Genauigkeit der Prüfungsgaszusammensetzung daher durch die Genauigkeit der Analyse und die Genauigkeit des Standards bestimmt. Bei dem erfinderischen Verfahren wird die Genauigkeit der Zusammensetzung durch die Rückwägungen bestimmt. Die hergestellten Prüfgase entsprechen damit qualitativ den bisher erzeugten Prüfgasstandards. Das vorgeschlagene Verfahren besitzt damit neben den quantitativen auch qualitative Vorzüge gegenüber bisher bekannten Verfahren.

Im folgenden soll der erfindungsgemäße Vorschlag anhand der schematischen Zeichnung beispielhaft näher erläutert werden.

Die einzige Figur zeigt eine erfindungsgemäße Vorrichtung zur gravimetrischen Prüfgasherstellung.

Auf der Waage 1 befindet sich die zu füllende Flasche 2, die über das steuerbare, pneumatisch zu betätigende Ventil 3, die flexible Leitung 4 und die Kupplung 5 an den beweglichen Verbinder 6 gaswegmäßig angeschlossen ist. An dem Verbinder 6 ist ei-

ne Kapillare 7 befestigt, die eine möglichst geringe Beeinflussung der Wägung erlaubt und über deren anderes Ende die Einspeisung der Füllgase erfolgt. Neben der Waage befinden sich, in der Zeichnung nur gestrichelt angedeutet, die Gasversorgung, ein Gasdosierungssystem, eine Überfüllsicherung und eine PC-gestützte Steuerung 8.

Der Verbinder 6 wird mit der zu füllenden Flasche 2 fülldruckgerecht verbunden, indem der pneumatisch betätigte Hubzylinder 9 die Kupplung 5 schließt. Die Kupplung 5 besteht aus einem gekammerten O-Ring, der gegen ein Gegenstück gepreßt wird. Der massemäßige Kontakt des Verbinders 6 mit der Waage 1 wird aufgehoben, indem bei geöffneter Kupplung 5 der Verbinder 6 durch den nicht mit der Waage verbundenen Zugzylinder 10 wenige Millimeter angehoben wird. Die Kapillare 7 ist als dünnes Metallrohr ausgebildet, so daß sie flexibel genug ist, damit sie mit der Leitung 4 verbunden und von ihr gelöst werden kann. Andererseits ist die Kapillare 7 aber auch selbsttragend ausgeführt, so daß sie, wenn die Kupplung 5 geschlossen ist, keinen zusätzlichen Druck auf die Waage 1 ausübt. Beeinflussungen der Wägungen bei angeschlossener Kapillare 7 durch auftretende Spannungen in der Kapillare 7 sind dagegen unvermeidlich.

Auf der Waage 1 befindet sich außerdem eine autarke Energieversorgung, welche aus einer elektrischen Batterie 11 und einem Hochdruckgaszylinder 12 gebildet wird. Der Hochdruckgaszylinder 12 wird mit einem geeigneten Gas, beispielsweise Stickstoff oder Preßluft, über die Kupplung 13 und das Rückschlagventil 14 gefüllt. Mittels des Manometers 15 kann der Druck in dem Hochdruckgaszylinder 12 kontrolliert werden. Der Arbeitsdruck für die Ventile 3 und 22 sowie die Hub- bzw. Zugzylinder 9 und 10 wird mit einem Druckminderer 16 eingestellt. Die Steuerventile 17, 18 und 19 sind als elektrisch betätigbare 2-Wege-Ventile ausgeführt. Die Steuersignale zur Steuerung dieser Ventile werden von dem Signalgeber 20 optisch zum Schaltverstärker 21, der die Ventile 17, 18, 19 programmgerecht schaltet, übertragen. Der Signalgeber 20 weist verschiedene Infrarotlicht und sichtbares Licht abgebende Leuchtdioden als Lichtsender auf. Als Lichtempfänger sind in dem Schaltverstärker 21 Fotodioden integriert. Der Schaltverstärker 21 ist elektrisch an die Batterie 11 angeschlossen. Der Niederdruckbehälter 23 fängt die druckentlastete Steuerluft aus den Ventilen 18 und 19 auf und verhindert damit eine Gewichtsabnahme auf der Waage 1. In einem für die Wägung günstigen Zeitpunkt wird die druckentlastete Steuerluft gezielt über das Ventil 22 an die Atmosphäre abgegeben. Die Ventile 3 und 22 sind so ausgeführt, daß sie im drucklosen Zustand geschlossen sind. Der Hubzylinder 9 ist drucklos entspannt.

Im folgenden soll beispielhaft anhand der Herstellung eines binären Prüfgasgemisches das erfindungsgemäße Verfahren näher erläutert werden.

Die zu füllende, evakuierte Flasche 2 wird mit dem Ventil 3 verbunden, die Kupplung 5 mittels des Hubzylinders 9 geschlossen und das Ventil 3 geöffnet. Der Gasweg von der Kapillare 7 bis zum Flaschenventil 24 wird evakuiert und dadurch auf Dichtheit geprüft. Anschließend wird das Flaschenventil 24 geöffnet.

Alle folgenden Verfahrensschritte laufen automatisch gesteuert ab, ohne daß ein manueller Eingriff nötig ist. Das Ventil 3 wird geschlossen, wobei die Steuerluft über das Ventil 22 bis zum Druckausgleich in die Atmosphäre entspannt wird. Nachfolgend werden die Kapillare 7, die flexible Leitung 4 und der Verbinder 6 über die Kapillare 7 mit Inertgas auf Atmosphärendruck oder leichten Überdruck gebracht. Die Kupplung 5 wird gelöst, der Verbinder 6 durch den Zylinder 10 angehoben und damit von der Waage 1 getrennt. Zur Vermeidung des Eindringens atmosphärischer Luft und vor allem Feuchtigkeit wird über die Kapillare 7 der Verbinder 6 ständig mit Inertgas gespült. Aufgrund der geringen Parallelverschiebung des Verbinders 6 von nur wenigen Millimetern wird auch der waagenseitige Teil der Kupplung 5 mit Inertgas beschleiert. In diesem Zustand erfolgt die erste Wägung.

Mit dem Zylinder 9 wird die Kupplung 5 geschlossen. Außerdem wird das Ventil 22 geschlossen, um ein Entweichen von Steuerluft zu verhindern. Über die Kapillare 7 wird der Gasweg von der Gaszuführung 6, 7 über die flexible Leitung 4 bis zum Ventil 3 evakuiert. Das Ventil 3 wird geöffnet und eine zweite Wägung, nunmehr mit angeschlossener Gaszuführung, wird durchgeführt. Gemäß der Rezeptur wird die entsprechende Menge der ersten Komponente des Prüfgases eingegeben. Nachdem die gewünschte Menge eingefüllt ist, wird das Ventil 3 geschlossen, wobei die Steuerluft im Niederdruckbehälter 23 aufgefangen wird. Die Kapillare 7, der Verbinder 6 und die Leitung 4 werden druckentlastet und evakuiert. Nachfolgend wird zur Kontrolle der eingefüllten Menge eine Wägung durchgeführt. Ist das Füllgewicht noch nicht erreicht, so wird über die Gaszuführung 6, 7 nochmal die 1. Prüfgaskomponente zugeleitet, das Ventil 3 geöffnet und die fehlende Menge eingefüllt. Anschließend wird das Ventil 3 wieder geschlossen, der Gasweg 4, 6, 7 druckentlastet und evakuiert und eine Kontrollwägung durchgeführt. Ist das vorgegebene Endgewicht erreicht, werden die Gaszuführung 6, 7 und die Leitung 4 bis zum Ventil 3 mit Inertgas geflutet und die Kupplung 5 geöffnet. Die Steuerluft wird wiederum im Behälter 23 aufgefangen. Aus der sich anschließenden Rückwägung kann exakt die eingefüllte Menge der 1. Kompo-

nente bestimmt werden. Die Differenz der beiden Wägungen ohne angeschlossene Kapillare 7 unterscheidet sich aufgrund von Spannungen in der Kapillare 7 von der Differenz der Wägungen mit angeschlossener Kapillare 7. Lediglich erstere ist dazu geeignet die Masse der eingefüllten Komponente zu attestieren. Die Steuerluft wird nun über das Ventil 22 wieder ausgeblasen. Eine erneute Wägung liefert ein niedrigeres Ergebnis und bestätigt damit, daß die Masse der Steuerluft nicht vernachlässigt werden darf.

Die Kupplung 5 wird geschlossen und nach der Evakuierung des Gasweges 4, 6, 7 wieder eine Wägung durchgeführt. Die Füllung der zweiten Komponente erfolgt analog dem beschriebenen Verfahren beim Einfüllen der 1. Komponente. Aus der abschließenden Rückwägung ergibt sich genau die Masse der eingefüllten 2. Komponente.

Patentansprüche

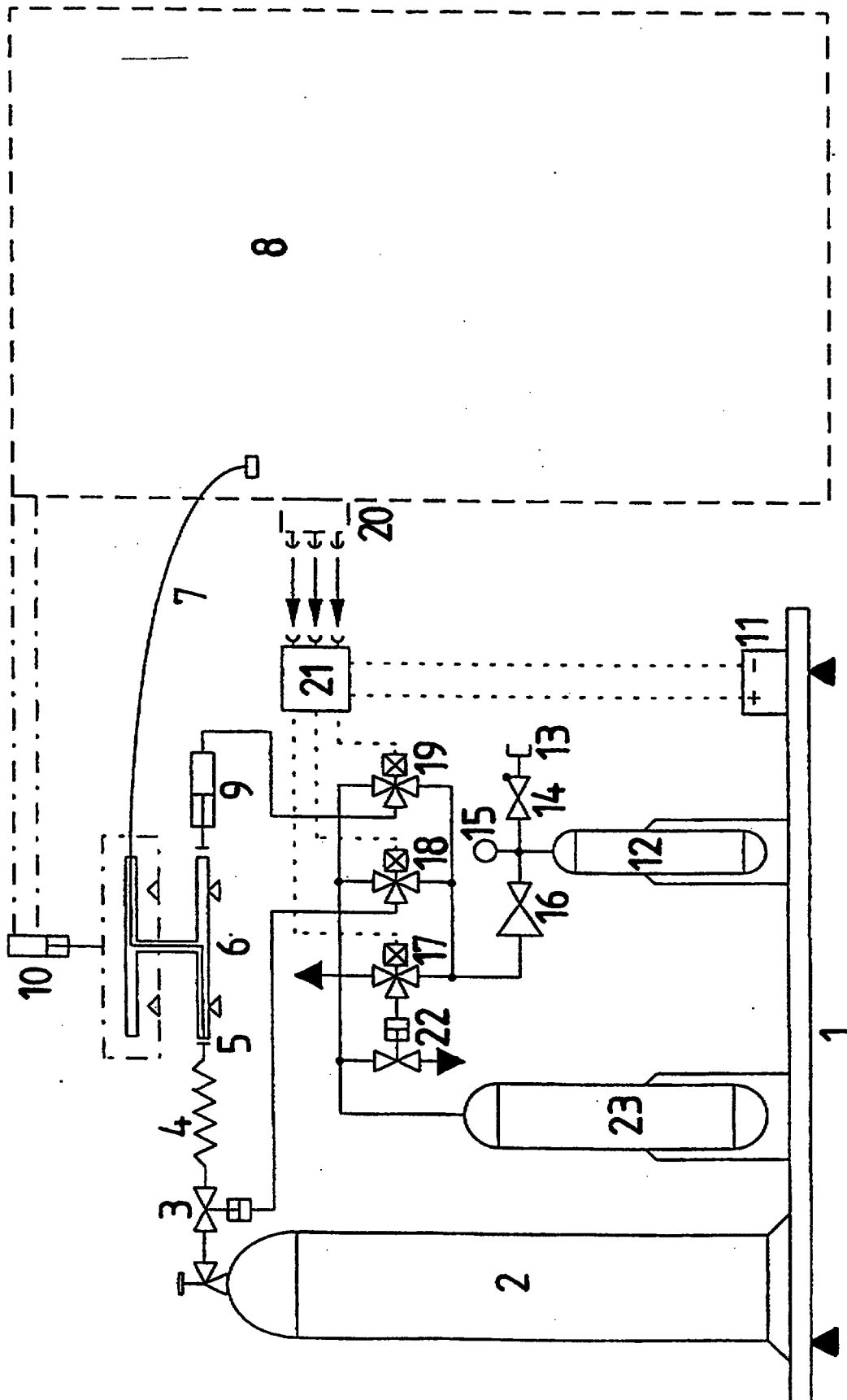
1. Verfahren zur gravimetrischen Prüfgasherstellung mittels Rückwägung, wobei nacheinander folgende Verfahrensschritte automatisch ausgeführt werden:
 - a. Wägung eines evakuierten Gasbehälters (2) auf einer Waage (1),
 - b. Verbinden einer Gaszuführung (7) mit einem an den Gasbehälter (2) angeschlossenen, steuerbaren Ventil (3) mittels eines mit der Waage (1) verbundenen, steuerbaren Verstellelementes (9),
 - c. automatisches Öffnen des steuerbaren Ventils (3),
 - d. Einfüllen der ersten Prüfgaskomponente, wobei die Einfüllmenge automatisch durch Wägung des Gasbehälters (2) kontrolliert und nach Erreichen der erforderlichen Menge das steuerbare Ventil (3) geschlossen wird,
 - e. Lösen der Verbindung zwischen der Gaszuführung (7) und dem steuerbaren Ventil (3) mittels des Verstellelementes (9) und automatisches Trennen der Gaszuführung (7) von der Waage (1),
 - f. Durchführen einer Rückwägung des Gasbehälters (2),
 - g. Wiederholen der Schritte b. bis f. für jede weitere in den Gasbehälter (2) einzufüllende Prüfgaskomponente.
2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die Verbindung zwischen der Gaszuführung (7) und dem steuerbaren Ventil (3) von einem automatisch betätigbaren Hub- oder Zugzylinder (9) geöffnet oder geschlossen wird.
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, wobei die Gaszuführung (7) von einem nicht mit der Waage (1) verbundenen, steuerbaren Hub- oder Zugzylinder (10) mit der Waage (1) verbunden oder von ihr getrennt wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei mindestens eine auf der Waage (1) befindliche, autarke Energieversorgung die Energie zur Betätigung des Ventils (3) und des Verstellelementes (9) liefert.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei eine nicht auf der Waage (1) befindliche Steuereinheit (8) die Steuerung des Ventils (3) und des Verstellelementes (9) vornimmt.



6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei Signale von der Steuereinheit (8) zur Waage (1) berührungslos übertragen werden.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei die Gaszuführung (7) im von dem Gasbehälter (2) getrennten Zustand mit einem Inertgas gespült wird.
8. Vorrichtung zur gravimetrischen Prüfgasherstellung mittels Rückwägung mit einer Waage (1) zum Wiegen eines Gasbehälters (2) mit und ohne Inhalt, einer Gaszuführung (7) zum Einfüllen der Prüfgaskomponenten in den Gasbehälter (2), einem an den Gasbehälter (2) angeschlossenen, steuerbaren Ventil (3), und einer zwischen der Gaszuführung (7) und dem steuerbaren Ventil (3) vorgesehenen Verbindung, die durch ein mit der Waage (1) verbundenes, steuerbares Verstellelement (9) lös- und schließbar ist.
9. Vorrichtung nach Anspruch 8 mit einem als Hub- oder Zugsylinder ausgebildeten Verstellelement (9) zum Öffnen und Schließen der Verbindung zwischen der Gaszuführung (7) und dem Ventil (3).
10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 oder 9 mit einem nicht mit der Waage (1) verbundenen, steuerbaren Hub- oder Zugsylinder (10) zum Trennen der Gaszuführung (7) von der Waage (1).
11. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 10 mit einer auf der Waage (1) angeordneten, autarken Energieversorgung.
12. Vorrichtung nach Anspruch 11 mit einer auf der Waage (1) angeordneten, elektrischen Batterie (11).
13. Vorrichtung nach Anspruch 11 mit einem auf der Waage (1) angeordneten Druckgasbehälter (12).
14. Vorrichtung nach Anspruch 11 mit einem auf der Waage (1) angeordneten Niederdruckbehälter (23).
15. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 14 mit einer nicht auf der Waage (1) befindlichen Steuereinheit (8) zur Steuerung des Ventils (3) und der steuerbaren Verstelleinheit (9).



Blatt 1/1



ERSATZBLATT (REGEL 26)

Description

Process and apparatus for gravimetric test gas production by means of re-weighing

A test gas is understood to be an exactly mixed
5 precision gas mixture with a defined composition, that is
to say one which is known in terms of the type and amount
of the constituents. It often consists of a basic gas or
basic gas mixture, which forms the main constituent of
the test gas, and of one or more adjuvants, which are
10 used directly for the purpose of testing or calibration.

There is a need for test gases with different
adjuvants, whose type, number and concentration vary
greatly. The range of application of test gases extends
from the calibration and adjustment of measuring instru-
15 ments, process optimization and plant monitoring, via
research and development, to medicine.

In principle, test gases are produced by com-
bining defined amounts of various gas proportions. The
oldest production methods are manometric and volumetric.
20 The manometric process is based on the change in pressure
after adding the individual adjuvants or the basic gas.
In order to determine the mass concentrations exactly,
recalculation with the aid of phenomenological gas-state
equations is necessary. In the case of the volumetric
25 process, the volumes of the individual gas mixture
components, are determined, for example by means of flow
meters, and transferred into a gas container, referred to
below as a bottle. However, the mixing accuracy is
relatively low in both processes, so that subsequent gas
30 analysis for the precise determination of the mixture
composition has to be carried out.

With the availability of sufficiently accurate
balances, gravimetric test gas production has rapidly
become widespread and is generally preferred nowadays.
35 The principle is that the gas mixture components are
introduced one after another into the bottle, the

increase in mass being determined by weighing after each metering operation. This gives the direct relation of the weighed-in gases to the basic variable "kg" or "mol", and recalculation using state equations is superfluous. Since
5 mass determinations by means of weighing belong to the most precise physical measuring methods, it is possible for test gases of extremely high precision to be produced with this method.

10 In practice, gravimetric test gas production is carried out in such a way that an evacuated bottle is placed onto a balance, and the connection to the gas supply, gas metering and control system is produced via a gas feed, generally a capillary, which is intended to ensure the smallest possible influence on the weighing.
15 The rest of the procedure is distinguished according to whether operations are carried out with or without re-weighing.

In the case of production without re-weighing, first of all the gas feed necessary for the gas supply is
20 connected to the bottle and a first weighing is carried out. Then the first component is introduced in accordance with the calculated formulation of the test gas to be produced. The components are customarily introduced in the sequence of increasing concentration. After the
25 filling operation has been completed, the bottle, with the gas feed connected and first component introduced, is weighed again. The difference between the two weighings of the bottle before and after filling gives the mass of the first component introduced. These operations are then
30 repeated correspondingly for all the further test gas components.

However, in the case of the weighings with the gas feed connected, the measurement result is falsified on account of the tension in the gas feed influencing the
35 balance. The values ascertained in this way therefore generally cannot be used for verifying the composition. Instead, this is achieved by means of a concluding physical/chemical analysis against a test gas standard.

In order to eliminate this disadvantage, the process of gravimetric test gas production with re-weighing is used. In this case, the gas feed is separated from the bottle, and so-called re-weighing is carried out, before and after the introduction of each component. Since the balance is in each case completely disconnected from the gas supply it is only the bottle with the appropriate contents that is weighed, without disruptive external influences. It is thus possible for the masses of the individual components to be ascertained exactly from the values determined by re-weighing. In the case of this process, the verification of the composition is carried out exclusively using the ascertained masses. Concluding gas analytical tests can thus be dispensed with.

Gravimetric test gas production with re-weighing has hitherto been carried out manually and is therefore very work-intensive and time-consuming. Carrying out the process automatically has not been possible hitherto.

DE-C-37 39 950 discloses a process for filling bottles with gases automatically in accordance with a weight specification. For this purpose, a rotary head for opening and closing the bottle valve, and a filling head for introducing the gas, are arranged on the balance. During the filling of the gas bottle, gas is introduced into the bottle, and weighing is subsequently carried out, in several steps until the predefined final weight has been reached. However, the filling method described is not suitable for the production of precision gas mixtures, since a gas hose, a compressed-air hose and a power supply cable lead away from the balance, and influence the weighing.

The object of the present invention is therefore to provide a process with which gravimetric test gas production with re-weighing can be automated. The invention is also based on the object of providing an apparatus for carrying out this process.

As far as the process is concerned, this object is achieved by the features of Claim 1.

The process according to the invention permits the automatic production of a test gas by the gravimetric process with re-weighing. The bottle valve, which is to be actuated manually and is usually a valve provided with
5 a hand wheel, has connected to it a further, controllable valve, which makes it possible to open and close the bottle automatically under control, without actuating the hand wheel. The connection of the gas feed to the bottle is produced by means of a controllable adjusting element,
10 that is connected to the balance.

During test gas production, first of all the bottle is evacuated and then the controllable valve is closed. By contrast, the bottle valve can remain open during the entire production process. After a first
15 weighing of the evacuated bottle, the connection between the gas feed and the bottle is made in a gas-tight manner, and thus the connection between the gas feed and the balance is also produced. After the controllable valve has been opened, the first component of the test
20 gas is introduced. The amount introduced is monitored automatically by weighing the bottle and, after the required amount has been reached, the gas feed is interrupted and the valve is closed. The accuracy of the test-gas-component mass ascertained in this way and the
25 deviation of this mass from the predefined value determine the preparative accuracy of the process. In order to verify the gas composition, re-weighing is carried out. For this purpose, according to the invention the seal between the gas feed and the valve is released by the
30 adjusting element, the gas feed is separated from the balance and re-weighing is then carried out. These process steps are repeated until all the constituents of the test gas have been introduced and re-weighed in accordance with the predefined specification.

35 The controllable valve is advantageously connected directly to the bottle. However, it is also possible to fit, between the valve and the bottle, further elements which permit a gas flow, for example

lines or measuring instruments, such as manometers or flow meters. The only essential factor is for the bottle to be sealed off in a gas-tight manner from the environment when the valve is closed.

5 It is also possible for further elements which permit a gas flow to be arranged between the gas feed and the controllable valve. The only important factor is for the connection to be releasable, that is to say interruptible, and for a gas-tight seal with respect to the
10 environment to be achieved in the connected state.

 The releasable connection between the gas feed and the controllable valve is expediently made or broken by an automatically actuated lifting or pulling cylinder. For example, it is possible to press the gas feed onto
15 the valve, which is provided with a seal, by means of a pneumatically or electrically actuated cylinder in order to make the connection, and to pull the gas feed back again in order to break the connection.

 The gas feed can also be pressed onto the seal by
20 other suitable means, such as, for example, an eccentric or a toggle lever. It is likewise possible to guide the gas feed by other means, for example a linearly moveable band that is provided with a holding device for the gas feed, in such a way that the connection between the gas
25 feed and the controllable valve is made or broken.

 The gas feed is preferably designed to be flexible such that it can be advanced up to the corresponding mating piece in order to be connected to the bottle, and can be removed some way from the said mating piece at the
30 time of separation. On the other hand, however, it is expedient to design the gas feed in such a way that, when it is connected to the balance, it does not exert any additional weight on the balance. For this purpose, a flexible, but self-supporting design of the gas feed, for
35 example as a thin tube, has proven to be suitable. It is also possible to compensate for the weight of the gas feed, for example, via a deflecting means and a counterweight. In addition, the weight of the gas feed can also

30.04.96 - Gellner/(ed)

be calculated from the weighing results by the control unit.

For exact re-weighing, the gas feed must be separated both from the bottle and from the balance. In the case of a self-supporting design of the gas feed, or in the case of a device for compensating for the weight of the gas feed, the release of the connection between the gas feed and the bottle is advantageously associated with the disconnection of the gas feed from the balance.

It is also advantageous to separate the gas feed from the balance, or to connect it to the balance, by a controllable lifting or pulling cylinder which is not connected to the balance. In this case, the weight of the gas feed, when the latter is separated from the balance, is borne by this cylinder.

During the re-weighing of the bottle, all the connections between the balance and the environment have to be released in order to ensure exact weighing. In addition to the gas feed, these are, in particular, lines which are used for the power supply and control of the controllable valve and to the controllable adjusting element. It is therefore advantageous if the energy to actuate the controllable valve and the adjusting element is supplied by at least one self-contained power supply that is located on the balance. This dispenses with otherwise necessary supply lines, which may have an influence on the re-weighing. For example, an electrical battery which supplies the necessary energy for all the valves and devices to be actuated can be provided on the balance.

Depending on the design of the elements to be controlled, other energy stores or combinations of different energy stores may be provided in addition to an electrical energy store. For example, the regulation and control of all the elements to be actuated can advantageously be carried out electrically, whereas the actual actuation is carried out pneumatically. Accordingly, in this case, in addition to an electrical battery, use will

30.04.96 - Gellner/(ed)

also be made of a pneumatic energy store, for example a gas cylinder under a positive pressure.

However, a self-contained power supply for all the elements that are located on the balance and are to be actuated, such as, for example, the controllable valve, the adjusting element or further adjustable valves and devices, is not absolutely necessary. It is likewise possible to supply the necessary energy for actuating the elements from outside as required. For example, such electrically adjustable elements can be designed to be self-maintaining, so that they remain in the adjusted state after the electrical energy supply has been disconnected. This makes it possible for the electrical supply lines to be removed from the balance again after the elements to be controlled have been appropriately actuated. Any negative influence on the weighing, in particular during the re-weighing, is thus likewise avoided. Such electrical supply lines can be connected to the devices located on the balance via so-called blade contacts, for example.

In order to control the overall test gas production, a control unit is provided which has the task of carrying out all the necessary control actions during the test gas production in accordance with a predefined formulation and of coordinating these actions with one another. This includes opening and closing the valve arranged between the gas feed and the bottle and the valves of the gas supply device, which is generally located alongside the balance, as well as controlling the adjusting element. In addition, the control unit expediently monitors and regulates the pressure relationships in the gas feed lines and, in the case of pneumatic control, also those in the control lines, as well as all the weighings. Numerous further monitoring and regulating tasks, as well as the arithmetic further processing of weighing results, can likewise be undertaken preferably by the control unit as well, so that a completely automatic sequence is achieved.

The entire control unit may be arranged either on the balance or alongside the balance. Furthermore, it is also possible to fit only specific parts of the control unit on the balance.

5 It is advantageous not to arrange the control unit on the balance. Since the control unit has to control both elements on the balance and those alongside the balance, a device for transmitting the control signals from and to the balance is needed in any case,
10 irrespective of the arrangement of the control unit. The arrangement of the control unit alongside the balance has the advantage that the total weight which the balance has to bear is lower, which means that a balance with a higher weighing accuracy can be chosen. Furthermore, an
15 arrangement of this type permits manual intervention, if required, in the automatically progressing production process, without the weighings being influenced as a result.

 The signal transmission between the control unit
20 located alongside the balance and the elements which are to be controlled and are located on the balance, or between the control unit located on the balance and the elements which are to be controlled and are not located on the balance, is expediently carried out without
25 contact, in order to avoid any influence on the weighing. For this purpose, optical transmission using so-called optocouplers is expedient. The light transmitters used are light-emitting diodes (LED), which for the most part radiate infra-red light or visible light. The light
30 receivers used are photodiodes, phototransistors or photo-darlington transistors.

 In order to prevent the penetration of atmospheric air, and in particular of moisture, into the gas feed, it has proven to be advantageous to flush the gas
35 feed with an inert gas when it is separated from the bottle. After the gas feed has been separated from the controllable valve, it is advantageously removed from the mating piece which is to be connected to it only to such

a small extent that, although, on the one hand, the gas feed is completely disconnected from the balance, on the other hand the mating piece is also swept by the inert gas stream carried by the gas feed. This therefore also prevents the penetration of air into the gas line region as far as the controllable valve.

In addition to the process for gravimetric test gas production with re-weighing, the invention also relates to an apparatus for carrying out this process, having a balance for weighing the gas container with contents and a gas feed for feeding the test gas components.

According to the invention, provision is made for a balance for weighing a gas container with and without contents, a gas feed for introducing the test gas components into the gas container, a controllable valve that is connected to the gas container, and a connection which is provided between the gas feed and the controllable valve and can be released and made by a controllable adjusting element that is connected to the balance.

It is expedient for the adjusting element that is connected to the balance to be constructed as a controllable lifting or pulling cylinder.

A self-contained power supply that is located on the balance is advantageous. Use is expediently made of an electrical battery for the supply of electrical energy, and of a compressed-gas container for the supply of pneumatic energy.

In the event of using pneumatic control of elements to be controlled, it is important that no control gas escapes, in order not to falsify the weighing. In this case, therefore, a low-pressure gas container is advantageously arranged on the balance, this container intercepting control gases exhausted by elements located on the balance, for example valves.

The proposal according to the invention has numerous advantages in comparison with the prior art. As a result of the complete automation of the gravimetric

test gas production, the use of operating personnel is reduced in a cost-effective manner. In addition, the test gas production is accelerated, so that significantly more bottles can be filled with lower operating outlay. The
5 gravimetric production with re-weighing allows final gas analytical tests for verifying the composition to be dispensed with. Random gas analytical sample tests are carried out occasionally merely in order to monitor satisfactory functioning of the process.

10 Until now, it was necessary for the composition of the test gases to be ascertained, after their production, by means of a physical/chemical analysis against a test gas standard. Test gas standards of this type are generally produced by gravimetric production by means of
15 re-weighing. In the case of previous verification, the accuracy of the test gas composition is therefore determined by the accuracy of the analysis and the accuracy of the standard. In the case of the inventive method, the accuracy of the composition is determined by the re-
20 weighing. The test gases produced therefore correspond in qualitative terms to the test gas standards produced hitherto. The proposed process thus also has qualitative advantages, in addition to the quantitative advantages, in comparison with previously known processes.

25 The proposal according to the invention is to be explained below by way of example with reference to the schematic drawing.

 The single figure shows an apparatus according to the invention for gravimetric test gas production.

30 Located on the balance 1 is the bottle 2 to be filled, which is connected to the moveable connector 6 in terms of a gas path via the controllable, pneumatically actuated valve 3, the flexible line 4 and the coupling 5. Fastened to the connector 6 is a capillary 7, which
35 allows the lowest possible influence on the weighing and via the other end of which the filling gases are fed in. Alongside the balance, indicated merely by dashed lines in the drawing, are the gas supply, a gas metering

30.04.96 - Gellner/(ed)

system, an overfilling safeguard and a PC-supported control system 8.

5 The connector 6 is connected in a manner suitable for the filling pressure to the bottle 2 to be filled, by the pneumatically actuated lifting cylinder 9 closing the coupling 5. The coupling 5 comprises a chambered O-ring, which is pressed against a mating piece. The mass contact between the connector 6 and the balance 1 is eliminated by the connector 6 being lifted a few millimetres by the
10 pulling cylinder 10, which is not connected to the balance, when the coupling 5 is open. The capillary 7 is constructed as a thin metal tube, so that it is sufficiently flexible to be connected to the line 4 and released from it. On the other hand, however, the capillary 7 is also designed to be self-supporting, so that,
15 when the coupling 5 is made, the said capillary does not exert any additional pressure on the balance 1. By contrast, when the capillary 7 is connected, effects on the weighings as a result of stresses occurring in the
20 capillary 7 are unavoidable.

Also located on the balance 1 is a self-contained power supply, which is formed by an electrical battery 11 and a high-pressure gas cylinder 12. The high-pressure gas cylinder 12 is filled with a suitable gas, for example
25 nitrogen or compressed air, via the coupling 13 and the non-return valve 14. The pressure in the high-pressure gas cylinder 12 can be monitored by means of the manometer 15. The operating pressure for the valves 3 and 22 and for the lifting and pulling cylinders 9 and 10, respectively, is
30 set using a pressure reducer 16. The control valves 17, 18 and 19 are designed as electrically actuated 2-way valves. The control signals for controlling these valves are transmitted optically from the signal generator 20 to the switching amplifier 21, which switches the valves 17, 18,
35 19 in accordance with a program. The signal generator 20 has various light-emitting diodes, emitting infra-red light and visible light, as light transmitters. Photo-diodes are integrated in the switching amplifier 21 as

light receivers. The switching amplifier 21 is electrically connected to the battery 11. The low-pressure container 23 intercepts the control air exhausted by the valves 18 and 19 and thus prevents any reduction in weight on the balance 1. At a time that is favourable for the weighing, the control air exhausted is deliberately discharged to the atmosphere via the valve 22. The valves 3 and 22 are designed in such a way that they are closed when no pressure is applied. The lifting cylinder 9 is relieved of load when no pressure is applied.

The process according to the invention is to be explained in more detail below by way of example with reference to the production of a binary test gas mixture.

The evacuated bottle 2 to be filled is connected to the valve 3, the coupling 5 is closed by means of the lifting cylinder 9 and the valve 3 is opened. The gas path from the capillary 7 to the bottle valve 24 is evacuated and thereby tested for tightness. The bottle valve 24 is then opened.

All the following process steps proceed automatically under control, without any manual intervention being needed. The valve 3 is closed, the control air being expanded into the atmosphere via the valve 22 until pressure equalization takes place. The capillary 7, the flexible line 4 and the connector 6 are subsequently brought to atmospheric pressure or a slight positive pressure, via the capillary 7, using inert gas. The coupling 5 is released, the connector 6 is lifted by the cylinder 10 and hence separated from the balance 1. In order to avoid the penetration of atmospheric air and, above all, moisture, the connector 6 is continuously flushed with inert gas via the capillary 7. Because of the slight parallel displacement of the connector 6 of only a few millimetres, the balance-side part of the coupling 5 is also swept by inert gas. The first weighing takes place in this state.

The coupling 5 is closed using the cylinder 9. In addition, the valve 22 is closed, in order to prevent

control air from escaping. Via the capillary 7, the gas path from the gas feed 6, 7, via the flexible line 4, as far as the valve 3, is evacuated. The valve 3 is opened, and a second weighing, now with the gas feed connected, is carried out. According to the formulation, the appropriate amount of the first component of the test gas is introduced. After the desired amount has been introduced, the valve 3 is closed, the control air being intercepted in the low-pressure container 23. The capillary 7, the connector 6 and the line 4 are relieved of pressure and evacuated. Weighing is then carried out in order to monitor the amount introduced. If the filling weight has not yet been reached, the first test gas component is led in once more via the gas feed 6, 7, the valve 3 is opened and the missing amount is introduced. The valve 3 is then closed again, the gas path 4, 6, 7 is relieved of pressure and evacuated, and a monitoring weighing is carried out. If the predefined end weight has been reached, the gas feed 6, 7 and the line 4 are flooded with inert gas as far as the valve 3, and the coupling 5 is opened. The control air is once more intercepted in the container 23. The introduced amount of the first component can be determined exactly from the following re-weighing. The difference between the two weighings without the capillary 7 connected differs from the difference between the weighings with the capillary 7 connected on account of stresses in the capillary 7. Only the first is suitable to verify the mass of the component introduced. The control air is then blown out again via the valve 22. Renewed weighing supplies a lower result and thus confirms that the mass of the control air cannot be neglected.

The coupling 5 is closed and, following the evacuation of the gas path 4, 6, 7, weighing is carried out again. Introduction of the second component is carried out in a manner similar to the described process for introducing the first component. The mass of the second component introduced is obtained precisely from the final re-weighing.

Patent Claims

1. Process for gravimetric test gas production by means of re-weighing, the following process steps being carried out automatically one after another:
- 5 a. weighing an evacuated gas container (2) on a balance (1),
- b. connecting a gas feed (7) to a controllable valve (3), that is connected to the gas container (2), by means of a controllable adjusting element (9)
- 10 that is connected to the balance (1),
- c. automatically opening the controllable valve (3),
- d. introducing the first test gas component, the amount introduced being monitored automatically by weighing the gas container (2) and, after the
- 15 required amount has been reached, the controllable valve (3) being closed,
- e. releasing the connection between the gas feed (7) and the controllable valve (3) by means of the adjusting element (9), and automatically separating the gas feed (7) from the balance (1),
- 20 f. re-weighing the gas container (2),
- g. repeating the steps b. to f. for each further test gas component to be introduced into the gas container (2).
- 25 2. Process according to Claim 1, the connection between the gas feed (7) and the controllable valve (3) being made or broken by an automatically actuated lifting or pulling cylinder (9).
3. Process according to either of Claims 1 and 2, the gas feed (7) being connected to the balance (1), or
- 30 separated from it, by a controllable lifting or pulling cylinder (10) which is not connected to the balance (1).
4. Process according to one of Claims 1 to 3, the energy to actuate the valve (3) and the adjusting element (9) being supplied by at least one self-contained power
- 35 supply that is located on the balance (1).
5. Process according to one of Claims 1 to 4, the



valve (3) and the adjusting element (9) being controlled by a control unit (8) which is not located on the balance (1).

5 6. Process according to one of Claims 1 to 5, signals being transmitted from the control unit (8) to the balance (1) without contact.

7. Process according to one of Claims 1 to 6, the gas feed (7) being flushed with an inert gas when it is separated from the gas container (2).

10 8. Apparatus for gravimetric test gas production by means of re-weighing, having a balance (1) for weighing a gas container (2) with and without contents, a gas feed (7) for introducing the test gas components into the gas container (2), a controllable valve (3) that is connected
15 to the gas container (2), and a connection which is provided between the gas feed (7) and the controllable valve (3) and can be released and made by a controllable adjusting element (9) that is connected to the balance (1).

20 9. Apparatus according to Claim 8, having an adjusting element (9) constructed as a lifting or pulling cylinder for making and breaking the connection between the gas feed (7) and the valve (3).

25 10. Apparatus according to either of Claims 8 and 9, having a controllable lifting or pulling cylinder (10), which is not connected to the balance (1), for separating the gas feed (7) from the balance (1).

30 11. Apparatus according to one of Claims 8 to 10, having a self-contained power supply arranged on the balance (1).

12. Apparatus according to Claim 11, having an electrical battery (11) arranged on the balance (1).

13. Apparatus according to Claim 11, having a compressed-gas container (12) arranged on the balance (1).

35 14. Apparatus according to Claim 11, having a low-pressure container (23) arranged on the balance (1).

15. Apparatus according to one of Claims 8 to 14, having a control unit (8), which is not located on the



G 96/055 = G547

- 16 -

06.05.96 - Gellner/(ed)

balance (1), for controlling the valve (3) and the
controllable adjusting unit (9).

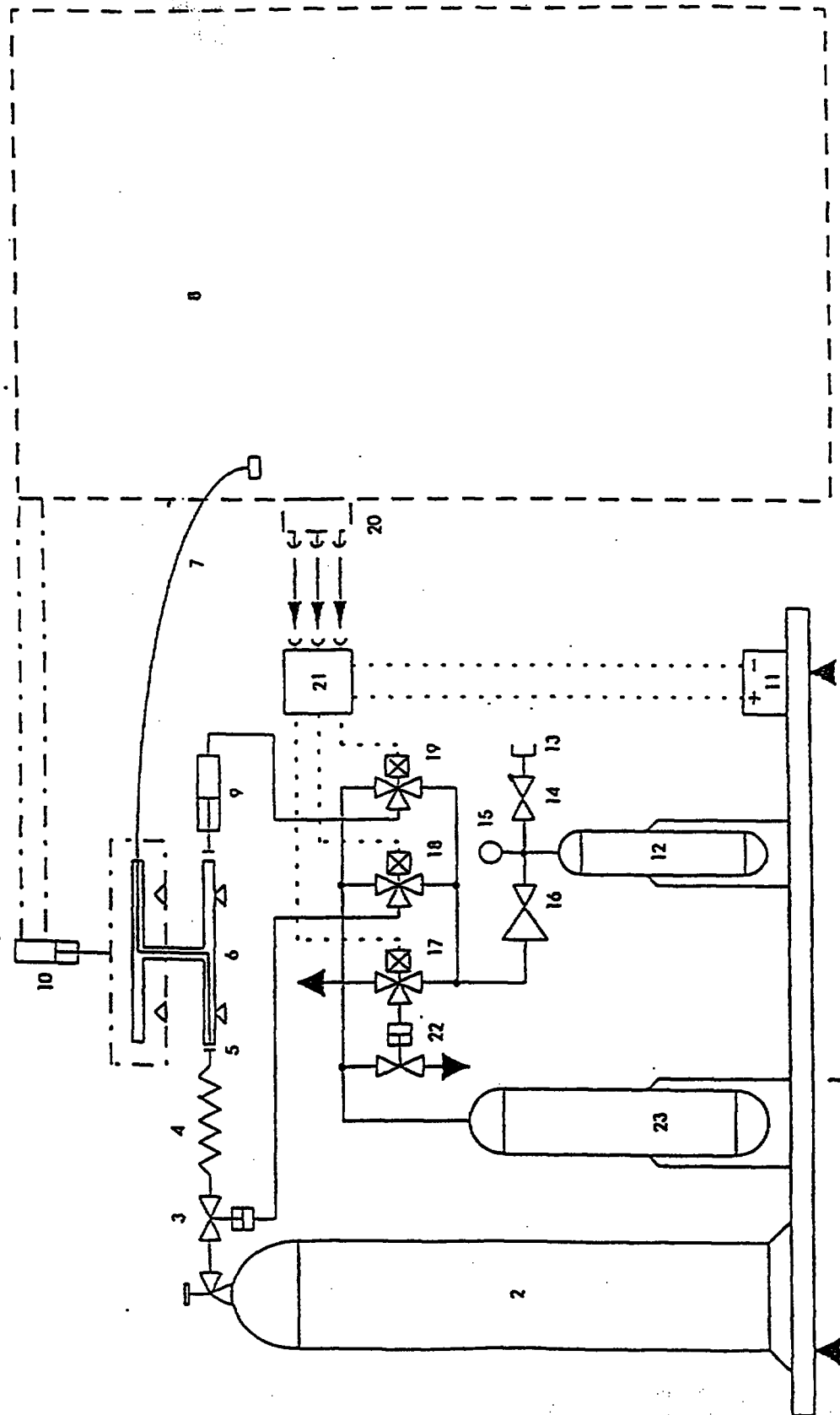


* C L M S *

Abstract

Process and apparatus for gravimetric test gas production by means of re-weighing

The invention relates to a process and an apparatus for gravimetric test gas production by means of re-weighing. In order to achieve complete automation of the test gas production, it is proposed to weigh an evacuated gas container, provided with a controllable valve, on a balance, to connect a gas feed to the valve by means of a controllable adjusting element that is connected to the balance, to open the controllable valve automatically, to introduce the first test gas component, the amount introduced being monitored automatically by weighing and, after the required amount has been reached, the controllable valve being closed, to release the connection between the gas feed and the controllable valve by means of the adjusting element, and to separate the gas feed automatically from the balance, and to re-weigh the gas container. These steps are repeated correspondingly for each further test gas component to be introduced into the gas container.



PCT
 WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
 Internationales Büro
 INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
 INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

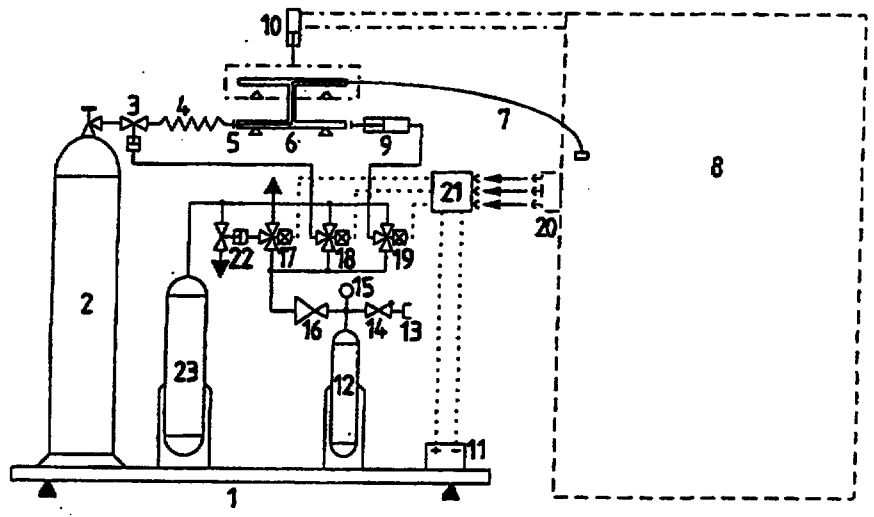
(51) Internationale Patentklassifikation ⁶ : F17C 5/00	A1	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 97/42447 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 13. November 1997 (13.11.97)		
<table style="width:100%;"> <tr> <td style="width:50%; vertical-align: top;"> (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP97/02276 (22) Internationales Anmeldedatum: 5. Mai 1997 (05.05.97) (30) Prioritätsdaten: 196 18 268.9 7. Mai 1996 (07.05.96) DE (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): LINDE AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; Abraham-Lincoln-Strasse 21, D-65189 Wiesbaden (DE). (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): SCHÖN, Helmut [DE/DE]; Glogauer Strasse 41, D-85276 Pfaffenhofen (DE). (74) Gemeinsamer Vertreter: LINDE AKTIENGESELLSCHAFT; Zentrale Patentabteilung, D-82049 Höllriegelskreuth (DE). </td> <td style="width:50%; vertical-align: top;"> (81) Bestimmungsstaaten: AU, CN, CZ, HU, PL, SG, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i> </td> </tr> </table>			(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP97/02276 (22) Internationales Anmeldedatum: 5. Mai 1997 (05.05.97) (30) Prioritätsdaten: 196 18 268.9 7. Mai 1996 (07.05.96) DE (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): LINDE AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; Abraham-Lincoln-Strasse 21, D-65189 Wiesbaden (DE). (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): SCHÖN, Helmut [DE/DE]; Glogauer Strasse 41, D-85276 Pfaffenhofen (DE). (74) Gemeinsamer Vertreter: LINDE AKTIENGESELLSCHAFT; Zentrale Patentabteilung, D-82049 Höllriegelskreuth (DE).	(81) Bestimmungsstaaten: AU, CN, CZ, HU, PL, SG, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i>
(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP97/02276 (22) Internationales Anmeldedatum: 5. Mai 1997 (05.05.97) (30) Prioritätsdaten: 196 18 268.9 7. Mai 1996 (07.05.96) DE (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): LINDE AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; Abraham-Lincoln-Strasse 21, D-65189 Wiesbaden (DE). (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): SCHÖN, Helmut [DE/DE]; Glogauer Strasse 41, D-85276 Pfaffenhofen (DE). (74) Gemeinsamer Vertreter: LINDE AKTIENGESELLSCHAFT; Zentrale Patentabteilung, D-82049 Höllriegelskreuth (DE).	(81) Bestimmungsstaaten: AU, CN, CZ, HU, PL, SG, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i>			

(54) Title: **PROCESS AND DEVICE FOR GRAVIMETRIC TEST GAS PRODUCTION BY MEANS OF REWEIGHING**

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR GRAVIMETRISCHEN PRÜFGASHERSTELLUNG MITTELS RÜCKWÄGUNG**

(57) Abstract

The invention relates to a process and device for gravimetric test gas production by means of reweighing. In order fully to automate test gas production it is proposed to weigh an evacuated gas container fitted with a controllable valve on a balance, to connect a gas supply to the valve via a controllable adjuster fitted to the balance, to open the controllable valve automatically, to fill the first test gas component. The quantity allowed in is automatically checked by weighing, and after the required quantity has been filled the controllable valve is closed, the connection between the gas supply and the controllable valve is released by means of the adjuster, the gas supply is separated from the balance automatically and the gas container reweighed. These steps are suitably repeated for each test gas component to be fed into the gas container.



(57) Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur gravimetrischen Prüfgasherstellung mittels Rückwägung. Um eine durchgängige Automatisierung der Prüfgasherstellung zu erreichen, wird vorgeschlagen, einen mit einem steuerbaren Ventil versehenen, evakuierten Gasbehälter auf einer Waage zu wiegen, eine Gaszuführung mittels eines mit der Waage verbundenen, steuerbaren Verstellelements mit dem Ventil zu verbinden, das steuerbare Ventil automatisch zu öffnen, die 1. Prüfgaskomponente einzufüllen, wobei die Einfüllmenge automatisch durch Wägung kontrolliert wird, und nach Erreichen der erforderlichen Menge das steuerbare Ventil geschlossen wird, die Verbindung zwischen der Gaszuführung und dem steuerbaren Ventil mittels des Verstellelementes zu lösen und die Gaszuführung automatisch von der Waage zu trennen und eine Rückwägung des Gasbehälters durchzuführen. Für jede weitere in den Gasbehälter einzufüllende Prüfgaskomponente werden diese Schritte sinngemäß wiederholt.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland			TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	ML	Mali	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MN	Mongolei	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MR	Mauretanien	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MW	Malawi	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	MX	Mexiko		
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CG	Kongo	KE	Kenia	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CM	Kamerun			PL	Polen		
CN	China	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CU	Kuba	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CZ	Tschechische Republik	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
DE	Deutschland	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DK	Dänemark	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
EE	Estland	LR	Liberia	SG	Singapur		