



(11) **EP 1 213 050 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
14.09.2011 Patentblatt 2011/37

(51) Int Cl.:
B01F 3/04 (2006.01) B01F 3/02 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: **01128688.7**

(22) Anmeldetag: **01.12.2001**

(54) **Herstellung von Kalibrier- und Prüfgasgemischen mittels Ink-Jet**

Production of a calibration and test gas mixture using an Ink-Jet

Fabrication de mélanges de gaz de calibrage et de contrôle au moyen d'un Ink-Jet

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR**

(30) Priorität: **07.12.2000 DE 10060722**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
12.06.2002 Patentblatt 2002/24

(73) Patentinhaber:
• **Air Liquide Deutschland GmbH**
40235 Düsseldorf (DE)
Benannte Vertragsstaaten:
DE GB
• **Messer Group GmbH**
65843 Sulzbach (DE)
Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE CH CY DK ES FI FR GR IE IT LI LU MC NL
PT SE TR**

(72) Erfinder:
• **Klebe, Ulrich**
47647 Kerken/Aldekerk (DE)

• **Kunkel, Randolph**
47055 Duisburg (DE)

(74) Vertreter: **Kahlhöfer, Hermann et al**
KNH Patentanwälte
Kahlhöfer Neumann Rößler Heine
Postfach 10 33 63
40024 Düsseldorf (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 528 386 WO-A-95/01137
DE-A- 19 736 020 DE-A- 19 858 366

• **PATENT ABSTRACTS OF JAPAN** vol. 017, no. 561
(C-1119), 8. Oktober 1993 (1993-10-08) & JP 05
161702 A (MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD),
29. Juni 1993 (1993-06-29)
• **PATENT ABSTRACTS OF JAPAN** vol. 017, no. 142
(C-1038), 23. März 1993 (1993-03-23) & JP 04
314448 A (MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD),
5. November 1992 (1992-11-05)

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 1 213 050 B1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft Vorrichtung und Verfahren zur Herstellung von Kalibrier- und Prüfgasgemischen mit Anteilen dampfförmiger, flüchtiger Komponenten.

[0002] Es wird ein druckluftbetriebenes Dosiersystem für Geruchstoffe (Essenzen) in der US 5 610 674 beschrieben, womit verschiedene Geruchstoffe gezielt in eine Atemmaske abgegeben werden.

[0003] DE 198 58 366 A1 betrifft ein Verfahren zum Herstellen und Abfüllen von Prüf- und Kalibriergasgemischen unter Verwendung eines Kapillardiffusions-Dosiersystems.

[0004] EP 0 528 386 A2 betrifft eine Kalibrierungsvorrichtung wobei zwei Hase unter Verwendung von hochpräzisen Massendurchflussreglern gemischt werden.

[0005] WO 95/01137 A1 betrifft eine Vorrichtung zum dosierten Einbringen von flüssigen Komponenten in einen Gasstrom mittels eines Tröpfchendispenzers.

[0006] DE 197 36 020 A1 offenbart ein Verfahren zum dosierten Beimengen von Wirkstoffen zu einem Gasstrom mittels Inkjet-Verfahren.

[0007] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, Vorrichtungen und ein Verfahren zur Herstellung von Kalibrier- und Prüfgasgemische mit einer quantitativen, leicht und exakt reproduzierbaren Dosierung flüssiger flüchtiger Bestandteile in einen Gasstrom bereitzustellen.

[0008] Gelöst wurde die Aufgabe durch ein Verfahren mit den Merkmalen von Anspruch 1 beziehungsweise durch Vorrichtungen mit den in Anspruch 2 und 3 beschriebenen Merkmalen.

[0009] Bei dem sogenannten Ink-Jet-Verfahren wird durch einen angelegten Spannungsimpuls eine bestimmte Menge einer Flüssigkeit unter Ausnutzung des piezoelektrischen Effektes oder durch resistives Erhitzen durch eine Düse gespritzt. Das Verfahren ist von den Tintenstrahl Druckern her bekannt. Die Dosierung von Flüssigkeit erfolgt beispielsweise durch eine Düse eines Piezo-elektrischen Dispensers oder durch eine Düse eines Dispensers mit Mikroventil (z. B. Mikromagnetventil). Flüssigkeitsdispenser, die in eine Vorrichtung gemäß der Erfindung eingebaut werden können, werden z. B. in "Nachrichten aus der Chemie, Dezember 2000, Wiley-VCH, S. 1566-1567, beschrieben, worauf hiermit Bezug genommen wird. Es können mehrere Flüssigkeitsdispenser kombiniert werden, deren Düsen beispielsweise in einem Array angeordnet werden. Insbesondere durch den Einsatz mehrerer Flüssigkeitsdispenser, die vorteilhaft mit einer Steuereinheit verbunden sind, können sehr komplexe Präzisionsgasgemische hergestellt werden.

[0010] Das Ink-Jet-Verfahren wird erfindungsgemäß zur Herstellung von Prüf- und Kalibriergasgemischen aus einem oder mehreren Gasen und dem Dampf mindestens einer Flüssigkeit eingesetzt. Die Flüssigkeiten sind erfindungsgemäß flüchtig. Mit Hilfe des Ink-Jet-Verfahrens wird eine Flüssigkeit in ein Gas (reines Gas oder Gasgemisch) sehr genau dosiert. Es werden flüchtige, bei Raumtemperatur und Normaldruck flüssige Kompo-

nenten, wie flüssige Kohlenwasserstoffe (z.B. C₅ - Kohlenwasserstoffe und höher), Aromaten, Alkohole, Ether, Ketone u.a. verwendet. Mit Hilfe einer Vorrichtung auf Basis des Ink-Jet-Verfahrens lassen sich auf einfache Weise durch Variation der Einspritzhäufigkeit oder Einspritzmenge einer flüssigen Komponente, insbesondere einer leichtflüchtigen Komponente, Gasgemische erzeugen. Z.B. erfolgt die Herstellung eines Gasgemisches mit dampfförmigen Anteilen einer leichtflüchtigen Komponente (VOC) durch Dosierung der Komponente mittels "Ink-Jet" in einen Gasstrom (reines Gas oder Gasgemisch), wobei die Gasströmungsgeschwindigkeit zur Einstellung der gewünschten Konzentration der flüchtigen Komponente in dem Gas in der Regel variiert oder angepaßt wird.

[0011] Die Vorrichtung und das Verfahren eignen sich insbesondere zur Herstellung von kleinen Gasgemischmengen bei der Kalibrierung in einem Meßgerät oder Analysengerät.

[0012] Die Erfindung wird anhand der Zeichnung erläutert.

Fig. 1 zeigt ein Schema einer Vorrichtung zur Herstellung eines Gasgemisches.

[0013] Von einer Druckgasquelle 1, z. B. eine Druckgasleitung oder eine Druckgasflasche mit einem Gas, wird Gas in der Regel zu einem Druckminderer 3 (optional) geführt, wo der Druck des Gases auf einen niederen Druck (Gebrauchsdruck) reduziert wird. Von der Gasquelle 1 führt eine Gasleitung 4 zu einem Verbraucher 9 (z. B. Meßgerät oder Abfülleinrichtung). An der Gasleitung 4 ist die Flüssigkeitsdosiereinheit mit Flüssigkeitsvorratskammer 5 (z. B. Reservoir für VOC), Flüssigkeitsweg 6 und Flüssigkeitsdosierdüse 7 angeordnet. Der Flüssigkeitsweg 6 kann entfallen, beispielsweise bei einem Flüssigkeitstank 5 mit integrierter Düse 7. Mit der Flüssigkeitsdosiereinheit wird Flüssigkeit in die Gasleitung 4 über die Düse 7 abgegeben. Die Flüssigkeitsdosiereinheit, insbesondere die Dosierdüse 7, ist mit einer Steuereinheit 10 verbunden, die die Flüssigkeitsdosierung steuert, z. B. über Spannungsimpulse. Die Flüssigkeitsdosierung erfolgt in einen Gasstrom. Der Gasstrom mit der zugemischten, verdampfenden Flüssigkeit wird zu einem Verbraucher 9 geleitet. In der Gasleitung 4 kann eine Mischstrecke oder Mischvorrichtung zwischen Mündung der Düse 7 und Verbraucher 9 angeordnet werden.

[0014] Bei der Herstellung von Prüfgasen oder Kalibriergasen wird das hergestellte Gasgemisch in der Regel in Druckgasbehältern (z. B. Druckgasflaschen, Druckdosen oder Druckgaspatronen) gespeichert. Zu diesem Zweck wird das Gasgemisch verdichtet und in einen oder mehreren Druckgasbehältern abgefüllt. In Fig. 1 sind dieser oder diese Druckgasbehälter als Verbraucher 9 bezeichnet. Zur Verdichtung des Gasgemisches wird in der Gasleitung 4 z. B. ein Kompressor angeordnet.

Bezugszeichen**[0015]**

- | | | |
|----|---|----|
| 1 | Gasquelle (z. B. Druckgasbehälter oder Gasversorgung) | 5 |
| 2 | frei | |
| 3 | Druckminderer | |
| 4 | Gasleitung | |
| 5 | Flüssigkeitsvorratskammer (z. B. Reservoir VOC) | 10 |
| 6 | Flüssigkeitsweg oder Flüssigkeitsleitung | |
| 7 | Düse | |
| 8 | frei | |
| 9 | Verbraucher oder Gasspeicher | |
| 10 | Steuerung | |
| 11 | Steuerleitung | |

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Kalibrier- oder Prüfgasgemisches aus einem oder mehreren Gasen und dem Dampf mindestens einer Flüssigkeit, wobei eine flüchtige Flüssigkeit unter Verwendung eines Ink-Jet-Verfahrens, bei dem durch einen angelegten Spannungsimpuls eine bestimmte Menge einer Flüssigkeit unter Ausnutzung des piezoelektrischen Effektes oder durch resistives Erhitzen durch eine Düse gespritzt wird, in einen Gasstrom aus einer Druckgasquelle zudosiert wird und das hergestellte Gasgemisch verdichtet in einen Druckgasbehälter abgefüllt wird oder einem Messgerät oder einem Analysegerät (9) zugeführt wird.
2. Vorrichtung zur Herstellung eines Kalibrier- oder Prüfgasgemisches aus einem oder mehreren Gasen und dem Dampf mindestens einer Flüssigkeit, mit einer Druckgasquelle (1) und einer Gasleitung (4), wobei die Gasleitung (4) die Druckgasquelle (1) mit einem Kompressor und einer Abfülleinrichtung für Druckgasbehälter verbindet, wobei an der Gasleitung (4) zwischen Druckgasquelle (1) und Kompressor eine Ink-Jet-Flüssigkeitsdosiereinheit angeordnet ist, welche durch einen angelegten Spannungsimpuls eine bestimmte Menge einer flüchtigen Flüssigkeit unter Ausnutzung des piezoelektrischen Effektes oder durch resistives Erhitzen durch eine Düse in die Gasleitung (4) spritzt.
3. Vorrichtung umfassend ein Messgerät oder ein Analysegerät und eine Vorrichtung zur Herstellung eines Kalibrier- oder Prüfgasgemisches aus einem oder mehreren Gasen und dem Dampf mindestens einer Flüssigkeit, mit einer Druckgasquelle (1) und einer Gasleitung (4) wobei die Gasleitung (4) die Druckgasquelle (1) mit dem Messgerät oder Analysegerät verbindet, wobei an der Gasleitung (4) zwischen Druckgasquelle (1) und Messgerät oder Analysege-

rät eine Ink-Jet-Flüssigkeitsdosiereinheit angeordnet ist, welche durch einen angelegten Spannungsimpuls eine bestimmte Menge einer flüchtigen Flüssigkeit unter Ausnutzung des piezoelektrischen Effektes oder durch resistives Erhitzen durch eine Düse in die Gasleitung (4) spritzt.

4. Vorrichtung nach Anspruch 2 oder 3, bei der der Ink-Jet-Flüssigkeitsdosiereinheit (5, 6, 7) eine Tintenstrahlendruckerpatrone zugrunde liegt.

Claims

1. Method for producing a calibration or test gas mixture from one or more gases and the vapour of at least one liquid, wherein a volatile liquid is metered into a gas stream from a compressed gas source using an inkjet process in which a specific amount of liquid is sprayed through a nozzle as a result of an applied voltage pulse by using the piezoelectric effect or by resistive heating and the gas mixture produced is filled into a compressed gas container or fed to a measuring instrument or an analyser (9) in a compressed state.
2. Device for producing a calibration or test gas mixture from one or more gases and the vapour of at least one liquid, with a compressed gas source (1) and a gas line (4), wherein the gas line (4) connects the compressed gas source (1) to a compressor and a filling device for compressed gas containers, wherein arranged on the gas line (4) between the compressed gas source (1) and the compressor is an inkjet liquid metering unit, which sprays a specific amount of a volatile liquid through a nozzle into the gas line (4) as a result of an applied voltage pulse by using the piezoelectric effect or by resistive heating.
3. Device comprising a measuring instrument or analyser and a device for producing a calibration or test gas mixture from one or more gases and the vapour of at least one liquid, with a compressed gas source (1) and a gas line (4), wherein the gas line (4) connects the compressed gas source (1) to the measuring instrument or analyser, wherein arranged on the gas line (4) between the compressed gas source (1) and the measuring instrument or analyser is an inkjet liquid metering unit, which sprays a specific amount of a volatile liquid through a nozzle into the gas line (4) as a result of an applied voltage pulse by using the piezoelectric effect or by resistive heating.
4. Device according to Claim 2 or 3, in which the inkjet liquid metering unit (5, 6, 7) is based on an inkjet printer cartridge.

Revendications

1. Procédé pour la fabrication d'un mélange de gaz de calibrage ou d'essai à partir d'un ou plusieurs gaz et de la vapeur d'au moins un liquide, un liquide volatil étant introduit de manière dosée dans un flux de gaz d'une source de gaz sous pression en utilisant un procédé à jet d'encre avec lequel, grâce à une impulsion de tension appliquée, une quantité déterminée d'un liquide est injectée à travers une buse en utilisant l'effet piézoélectrique ou grâce à un échauffement résistif, et le mélange de gaz fabriqué étant mis de manière comprimée dans un récipient de gaz sous pression ou bien étant amené à un appareil de mesure ou un appareil d'analyse (9).

5
10
15

2. Dispositif pour la fabrication d'un mélange de gaz de calibrage ou d'essai à partir d'un ou plusieurs gaz et de la vapeur d'au moins un liquide, avec une source de gaz sous pression (1) et une conduite de gaz (4), la conduite de gaz (4) reliant la source de gaz sous pression (1) à un compresseur et un dispositif de remplissage pour des récipients de gaz sous pression, une unité de dosage de liquide à jet d'encre étant disposée sur la conduite de gaz (4) entre la source de gaz sous pression (1) et le compresseur, laquelle, grâce à une impulsion de tension appliquée, injecte une quantité déterminée d'un liquide volatil à travers une buse dans la conduite de gaz (4) en utilisant l'effet piézoélectrique ou grâce à un échauffement résistif.

20
25
30

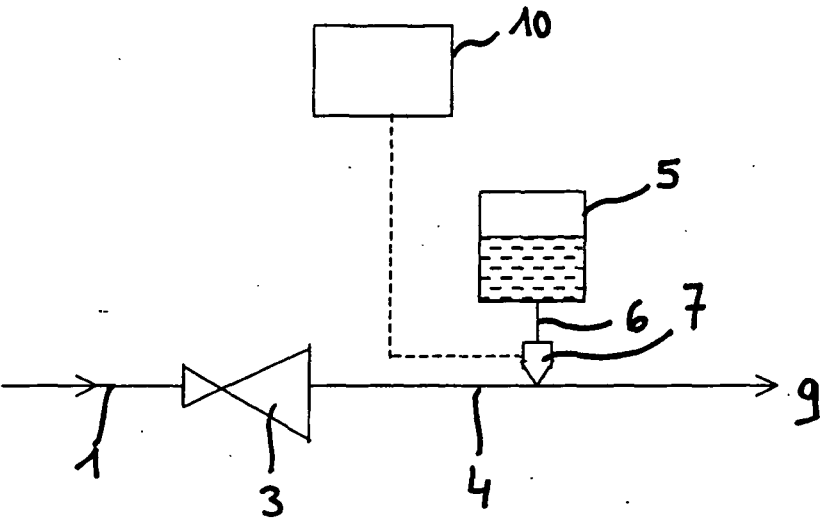
3. Dispositif comprenant un appareil de mesure ou un appareil d'analyse et un dispositif pour fabriquer un mélange de gaz de calibrage ou d'essai à partir d'un ou plusieurs gaz et de la vapeur d'au moins un liquide, avec une source de gaz sous pression (1) et une conduite de gaz (4), la conduite de gaz (4) reliant la source de gaz sous pression (1) à l'appareil de mesure ou à l'appareil d'analyse, une unité de dosage de liquide à jet d'encre étant disposée sur la conduite de gaz (4) entre la source de gaz sous pression (1) et l'appareil de mesure ou l'appareil d'analyse, laquelle, grâce à une impulsion de tension appliquée, injecte une quantité déterminée d'un liquide volatil à travers une buse dans la conduite de gaz (4) en utilisant l'effet piézoélectrique ou grâce à un échauffement résistif.

35
40
45

4. Dispositif selon la revendication 2 ou 3, dans lequel une cartouche d'imprimante à jet d'encre est à la base de l'unité de dosage de liquide à jet d'encre (5, 6, 7).

50
55

Fig. 1



IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- US 5610674 A [0002]
- DE 19858366 A1 [0003]
- EP 0528386 A2 [0004]
- WO 9501137 A1 [0005]
- DE 19736020 A1 [0006]

In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur

- Nachrichten aus der Chemie. Wiley-VCH, Dezember 2000, 1566-1567 [0009]