

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 908 665 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
02.11.2006 Patentblatt 2006/44

(51) Int Cl.:
F17C 13/02 ^(2006.01) **F17C 13/00** ^(2006.01)
F17C 1/00 ^(2006.01)

(21) Anmeldenummer: **98117220.8**

(22) Anmeldetag: **11.09.1998**

(54) **Messgasbehälter**

Gas container for measuring

Conteneur de gaz pour mesurer

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE FR GB IT LI

(30) Priorität: **09.10.1997 DE 19744559**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
14.04.1999 Patentblatt 1999/15

(73) Patentinhaber:
• **Air Liquide Deutschland GmbH**
40235 Düsseldorf (DE)
Benannte Vertragsstaaten:
DE GB
• **Messer Group GmbH**
65843 Sulzbach (DE)
Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH FR IT LI

(72) Erfinder:
• **Pongraz, Johann**
47259 Duisburg (DE)
• **Klebe, Ulrich**
47647 Kerken (DE)

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

(56) Entgegenhaltungen:
WO-A-91/03679 **FR-A- 1 159 016**
FR-A- 1 352 976 **US-A- 4 059 424**
US-A- 5 370 269 **US-A- 5 388 720**

EP 0 908 665 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft einen Druckgasbehälter mit einer oder mehreren Öffnungen zum Anschluß von Meßfühlern.

[0002] Gasgemische werden am häufigsten mittels des manometrischen Verfahrens hergestellt. Dieses Verfahren wird in dem Sonderdruck 23/94 aus Berichte aus Technik und Wissenschaft 69/1993 "Prüfgase - Präzisionsgemische zum Kalibrieren von Meßgeräten" von Dr. K. Wilde und K. Studtrucker, Firma Linde - Technische Gase, beschrieben.

[0003] Das manometrische Verfahren beruht auf der Messung der Druckänderung nach Zugabe der einzelnen Gaskomponenten. Um die gewünschte Zusammensetzung der Gas Mischung zu erreichen, werden die Gaskomponenten nacheinander bis zu einem definierten Druck in die Druckgasflasche gefüllt, wobei die Druckerhöhung bei einem Füllschritt wenigstens mehrere bar beträgt. Gasgemische mit einer Komponente im Spurenbereich werden mittels Muttergemischen hergestellt, welche in der Druckgasflasche im Überdruck vorgelegt und mit der Hauptkomponente bis zum Enddruck aufgefüllt werden. Die Druckmessung erfolgte bisher vor der Druckgasflasche im Gasleitungsweg. Aufgrund von Druckabfällen bei Verengungen im Gasleitungsweg, insbesondere am Gasflaschenventil, kann der gemessene Druck von dem Druck in der Gasflasche erheblich abweichen (bei Anlegen von einem Überdruck oder einem Unterdruck). Eine präzise Druckmessung während der Gasabfüllung ist daher nicht mit der gewünschten Zuverlässigkeit möglich.

[0004] Aus der US 3,593,735, welche als nächstliegender Stand der Technik angesehen wird und dem einleitenden Teil von Anspruch 1 entspricht, ist ein Verfahren zur Mischung von Gasen bekannt, bei dem in einem Mischtank Helium und Sauerstoff gemischt werden um ein Atemgas für einen Taucher bereitzustellen. Die Mischung erfolgt durch zwei ineinander verlegte Spiralen, die perforierte Wände aufweisen und die von jeweils einem der Gase durchströmt werden. Der Mischtank weist zudem Anschlüsse für Messgeräte auf.

[0005] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, Voraussetzungen für eine genaue Druckmessung beim Abfüllen von Gasen in Druckgasbehälter und bei der Herstellung von Gasgemischen in Druckgasbehältern zu schaffen.

[0006] Gelöst wurde die Aufgabe durch einen Druckgasbehälter mit den Merkmalen von Anspruch 1.

[0007] Der Druckgasbehälter ist vorzugsweise eine Druckgasflasche, z. B. eine handelsübliche Druckgasflasche mit 50, 40, 20, 10, 5, 2, 1 oder 0,5 Liter Flaschenvolumen, die mit einer oder mehreren Öffnungen neben der Öffnung für das Flaschenventil versehen ist. Die Öffnungen dienen zur Aufnahme von z. B. Ventilen, Temperaturfühlern, Druckaufnehmern oder Manometern.

[0008] Erfindungsgemäße Druckgasbehälter, insbe-

sondere Druckgasflaschen und Druckdosen, werden im folgenden als Meßbehälter bezeichnet.

[0009] Druckgasflaschen werden gewöhnlich aus Sicherheitsgründen nicht mit zusätzlichen Öffnungen (z. B. Bohrungen) versehen. Die Modifizierung von Druckgasbehältern gemäß der Erfindung unter Beachtung von Sicherheitsvorkehrungen bzw. Sicherheitsanforderungen ist zu Meßzwecken vertretbar. Beispielsweise ist der Einsatz von modifizierten Druckgasflaschen im Niederdruckbereich, d. h. bis zu 1 bar, oder im Druckbereich von 1 bis 6 bar ohne größere Gefahr möglich. Auch im Hochdruckbereich, z. B. 10 bis 350 bar, ist der Einsatz von modifizierten Druckgasflaschen unter entsprechenden Sicherheitsvorkehrungen möglich.

[0010] Der Meßbehälter wird in der Anwendung (z. B. zur Druckmessung) vorteilhaft parallel zu anderen Druckgasbehältern angeschlossen. Besonders vorteilhaft ist, wenn der Meßbehälter aus einem Druckgasbehälter hergestellt wird, der den parallel angeschlossenen Druckgasbehältern entspricht. Bei Gleichartigkeit der Behälter herrschen dann in dem Meßbehälter die gleichen Bedingungen wie in den Druckgasbehältern der Gasabfüllung. Der Meßbehälter ist problemlos in einen Abfüllstand integrierbar.

[0011] Der Meßbehälter eignet sich beispielsweise zur Messung von Druck und/oder Temperatur. Durch mehrere Öffnungen mit Anschlüssen für Temperaturfühler, die in die Druckgasflasche hineinreichen und z. B. entlang der Längsachse angeordnet sind, kann z. B. ein Temperaturgradient, der bei der Gasabfüllung entstehen kann, ermittelt werden. Temperaturmeßfühler (z. B. Thermoelemente) dienen z. B. zur Erfassung von Temperaturprofilen an oder in der Flasche. Insbesondere kann die Gastemperatur direkt gemessen werden.

[0012] Öffnungen können auch zur Gastentnahme für Analysezwecke eingesetzt werden, z. B. in Verbindung mit Hochdruckdosierventilen oder Absperrventilen. Anhand mehrerer Öffnungen, z. B. entlang der Längsachse des Druckgasbehälters, kann die örtliche Gaszusammensetzung bestimmt werden, insbesondere zur Prüfung der Homogenität von Gasgemischen oder zur Ermittlung von Gasschichtungen bei der Gasgemischherstellung. Die Gaszusammensetzung kann anhand von entnommenen Gasproben oder online ermittelt werden. Analyseverfahren sind z. B. Massenspektrometrie oder Infrarotspektroskopie, insbesondere FT-IR-Spektroskopie.

[0013] Die Öffnungen können auch zur Aufnahme von Sonden zur Untersuchung der Innenoberfläche von Druckgasbehältern dienen (z. B. Endoskop; spektroskopische Oberflächenuntersuchungen; Gasanalysen mittels Massenspektrometrie). Beispielsweise können Adsorptions- und Desorptionsvorgänge zur Qualitätskontrolle erfaßt werden (z. B. Änderung der Gaszusammensetzung anhand Massenspektrometrie).

[0014] Bevorzugt sind die Öffnungen in der Druckgasbehälterwand mit einem Gewinde versehen, z. B. konische Gewinde wie NPT 1/16 Zoll bis NPT 1/4 Zoll. 1/16

und ¼ Zoll-Gewinde können z. B. bei mindestens 5 mm Wanddicke angebracht werden. Gewindeöffnungen sind für den Einsatz im Hochdruckbereich besonders geeignet. Gelötete oder geschweißte Anschlüsse werden im allgemeinen im Niederdruckbereich (z. B. bei dünnwandigen Behältern wie Druckdosen) eingesetzt.

[0015] Der Meßbehälter ist besonders vorteilhaft einsetzbar für eine präzise Druckmessung bei manometrischen Verfahren zur Herstellung von Gasgemischen. Insbesondere bei Gasdosierverfahren mit Partialdruckmessung, z. B. für Drücke unterhalb von 1000 mbar, sorgt der Meßbehälter mit Druckmeßeinrichtung für exakte und übertragbare Meßwerte für die Druckgasbehälter bei der Gasabfüllung. Beispielsweise muß bei der direkten Herstellung von Prüfgasgemischen mit einer Nebenkompone-
5 10 te im Spurenbereich muß der Partialdruck der Nebenkompone- te in den Druckgasbehältern präzise bestimmt werden.

[0016] Üblicherweise sind die Vakuummeßröhren an den Abfüllständen relativ nahe im Ansaugbereich der Vakuum-
20 pumpen angeordnet. (Überdruckmeßgeräte befinden sich in der Regel im Abfüllrohrleitungssystem). Hierbei wird der Druck in der Druckgasflasche nicht ausreichend genau gemessen. Dieses Problem wird mit dem parallel zu den Füll-Druckgasflaschen angeschlossenen Meßbehälter ("Dummy-Flasche") gelöst, der bevorzugt mit einer oder mehreren gasartunabhängigen Absolut-
25 druckmeßröhren ausgerüstet ist und damit den realen Druck in jeder Druckgasflasche wiedergibt. Zum Schutz der Vakuummeßröhren bei der Herstellung von Hochdruckgasgemischen kann entweder der Meßbehälter von der Abfüll-Gasleitung abgesperrt werden oder es kann ein Absperrventil zwischen Meßbehälter und Meßgerät angebracht werden, das geschlossen wird, sobald der zulässige Meßdruckbereich überschritten wird. Es kann von Vorteil sein, mehrere Meßbehälter einzu-
30 setzen, z. B. ein Meßbehälter zur Messung im Niederdruckbereich und ein Meßbehälter im Mittel- und Hochdruckbereich.

[0017] Die üblicherweise eingesetzten Vakuummeßröhren, z. B. Thermovac, Pirani- oder Penning-
35 Meßröhren besitzen aufgrund des Meßprinzips eine stark gasartabhängige Druckmessung. Hinzu kommt, daß die Druckanzeige bei diesen Meßgeräten nicht linear ist. In Verbindung mit dem Meßbehälter werden Meßsysteme bevorzugt, die eine gasartunabhängige, absolute Druckmessung erlauben.

[0018] Eine gasartunabhängige, absolute Druckmessung kann beispielsweise mit Druckmeßgeräten wie Kapazitätsmanometern (z. B. Gerät mit der Bezeichnung 600 Barocel® der Firma Edwards, USA; Meßbereiche: 0-10, 0-100, 0-1000 mbar) erfolgen. Bei diesen Kapazitätsmanometern lenkt der Eingangsdruck eine dünne, radial im Gehäuse eingeschweißte Membrane gegenüber einer festen Elektrode aus, dabei bilden beide Elektroden
40 45 einen Kondensator. Dies führt zu einer Kapazitätsänderung, die nach elektronischer Signalverarbeitung über die Steuer- und Anzeigeelektronik direkt proportional

zum Druck ist. Als Ausgangssignal wird eine lineare Gleichspannung geliefert. Die Bezugselektrode befindet sich in einem Referenz-Ultra-Hochvakuumraum, der durch chemische Getter langzeitstabil ist.

5 **[0019]** Gasartunabhängige Meßröhren zur kapazitive Messung sind für Drücke von beispielsweise 0,0001 mbar bis 1000 mbar erhältlich.

[0020] Der Meßbehälter enthält vorteilhaft einen Anschluß eine externe Evakuiermöglichkeit zum schnellen
10 Kalibrieren von Vakuum-Meßröhren: Der Anschluß wird beispielsweise seitlich an Wand einer Druckgasflasche angebracht.

[0021] Der Einsatz der Meßbehälter ist vorteilhaft bei allen manometrischen Verfahren zur Herstellung von Gasgemischen, insbesondere bei der Druckmessung bei
15 Verfahren zur Herstellung von Gasgemischen in Druckgasbehältern, wo in mindestens einem Schritt zunächst ein Druck eines Gases grob vorgegeben wird (Grobdruck) und dann ein kleinerer präziser Druck (Feindruck) in dem Druckgasbehälter mit Hilfe eines Vakuums eingestellt wird.

[0022] Der Feindruck liegt beispielsweise im Bereich von 0,0001 bis 1000 mbar bei 15 °C.

[0023] Der Einsatz des Meßbehälters ist besonders von Vorteil bei der Herstellung eines Gasgemisches mit einer Hauptkomponente und einer Nebenkompone-
25 te, die in kleiner Konzentration, z. B. im Spurenbereich, vorliegt.

[0024] Bei der Herstellung binärer Gasgemische erfolgt die Befüllung und Dosierung vorteilhaft zuerst mit der Gaskomponente, die in dem herzustellenden Gasgemisch in der geringsten Konzentration vorliegt (Nebenkompone-
30 te), da der erste Dosierschritt in dem Verfahren mit der größten Genauigkeit ausgeführt werden kann.

[0025] Der gespülte, konditionierte und evakuierte Druckgasbehälter wird mit der ersten Gaskomponente befüllt. Hier zeigt sich der Vorteil der Verwendung der ersten Gaskomponente als Gas für das Spülen und die
35 40 Konditionierung des Druckgasbehälters: der Druckgasbehälter braucht zur ersten Dosierung nicht evakuiert zu werden. Sollte sich das Spülen mit der ersten Gaskomponente aus wirtschaftlichen Gründen verbieten, so wäre es von Vorteil, wenn wenigstens der Spülschritt des letzten Spülvorganges mit der ersten Gaskomponente erfolgt. Die Befüllung mit der ersten Gaskomponente erfolgt zunächst bis zu einem Grobdruck, der größer ist als der eigentliche Dosierdruck, durch den die Menge der Gaskomponente bestimmt wird. Der Grobdruck liegt im
45 50 allgemeinen bei einem Druck im Bereich von 0,1 bis 10 bar, bevorzugt im Bereich von 0,1 bis 5 bar und besonders bevorzugt im Bereich von 0,8 bis 1,5 bar, je nach einzustellendem Feindruck. Der Feindruck und der Grobdruck sollten so weit auseinanderliegen, daß eine Dosierung mittels Vakuum gut durchgeführt werden kann. Das ist beispielsweise gegeben, wenn der Feindruck etwa 10 Prozent unter dem Wert des Grobdruckes liegt. Besonders wenn der Feindruck unter 100 millibar, insbesonde-

re unter 10 millibar, liegt, erfolgt die Änderung des Druckes bei Anlegen des Vakuums langsam, so daß der gewünschte Wert des Feindruckes sehr genau eingestellt werden kann. Bei Feindrücken über 10 millibar kann die Einstellung des Feindruckes durch eine Drosselung (Ventil) in der Vakuumleitung erleichtert werden. Die Dosierung von weiteren Gaskomponenten erfolgt additiv wie bei üblichen manometrischen Verfahren durch Befüllung bis zu einem vorgegebenen Dosierdruck. Die Befüllung mit der anteilig größten Gaskomponente (Hauptkomponente) wird vorteilhaft als letzter Schritt durchgeführt, dabei wird diese Gaskomponente bis zu dem letzten Dosierdruck, das ist der Fülldruck des Druckbehälters mit dem fertigen Gasgemisch, aufgefüllt.

[0026] Bei herzustellenden Gasgemischen mit mehreren Nebenkomponten mit kleinen Partialdrücken erlaubt der Meßbehälter aufgrund der präzisen Druckmessung auch eine direkte Gasdosierung (additive Gasdosierung) im Vakuum (d. h. bei einem Druck unter einem bar).

[0027] Mit der Gasdosierung mittels Vakuum oder additiven Gasdosierung im Vakuum und einer präzisen Druckbestimmung mittels des Meßbehälters ist es nunmehr möglich, kostengünstig und unter geringem, zeitlich akzeptablem Aufwand Gasgemische, insbesondere mit einer oder mehreren Nebenkomponten im Konzentrationsbereich zwischen 10 ppb und 5000 ppm, insbesondere im Bereich zwischen 10 ppb und 100 ppm, sehr exakt zudosieren.

[0028] Konditionierung und Befüllung der Druckgasbehälter mit den Gaskomponenten können gleichzeitig mit mehreren Druckgasbehältern (z. B. 1 bis 100 Druckgasbehälter) am Abfüllstand erfolgen. Auf die Bevorratung von Muttergemischen sowie auf aufwendige gravimetrische Dosierungen kann verzichtet werden, so daß Gasgemische mit Gaskomponenten geringer Konzentration direkt hergestellt werden können.

[0029] Es wird die Herstellung eines binären Gasgemisches (Gasgemisch aus Haupt- und Nebenkomponten) im folgenden als Beispiel beschrieben.

[0030] Eine Druckgasflasche, die thermisch konditioniert und mit einem Druck bis zu 3 bar mit einem Konservierungsgas (z. B. Stickstoffgas) befüllt wurde, wird durch Ablassen von Gas auf einen Innendruck von etwa Atmosphärendruck gebracht. Anschließend wird die Druckgasflasche mit einer Vakuumpumpe (z. B. ölfreie Membranpumpe) auf einen Druck von etwa 10 millibar evakuiert. Das entspricht einer Drucksenkung um ca. 2 Zehnerpotenzen. Die evakuierte Druckgasflasche wird mit dem Gas der einzuspeisenden Nebenkomponten bis auf einen Druck im Bereich von 800 bis etwa 1000 millibar geflutet. Zum Spülen der Druckgasflasche mit der Nebenkomponten wird das Evakuieren und Fluten mit dem Gas der Nebenkomponten zweimal, dreimal oder mehrmals durchgeführt, je nach der Anforderung an die Reinheit und je nach Zusammensetzung des Gasgemisches. Das Spülen wie auch die nachfolgenden Schritte erfolgen bevorzugt bei Raumtemperatur (20 bis

25° C). Die Druckgasflasche ist nun mit dem Gas der Nebenkomponten etwa bei Atmosphärendruck gefüllt und die innere Oberfläche mit dem Gas der Nebenkomponten in ein Gleichgewicht gebracht. Die Druckgasflasche ist damit konditioniert. Die eigentliche Dosierung der Nebenkomponten erfolgt durch Evakuieren (Entnahme von Gas) auf den gewünschten Feindruck, der dem Partialdruck der Nebenkomponten in dem fertigen, komprimierten Gasgemisch entspricht. Der notwendige Druck kann theoretisch (z. B. anhand einer Gasgleichung wie ideales Gasgesetz oder anhand eines Berechnungsmodells) oder empirisch (z. B. anhand von Gasanalysen) ermittelt werden. Ist der Feindruck der Nebenkomponten eingestellt, so ist die Dosierung der Nebenkomponten abgeschlossen. Auf diese Weise können Nebenkomponten z. B. zwischen 10^{-4} und 1000 millibar sehr exakt vorgelegt werden. Die Hauptkomponente des Gasgemisches wird nun auf den Enddruck (Fülldruck) in der Druckgasflasche, beispielsweise 200 bar, aufgedrückt. Dies kann mittels eines Kompressors oder durch Anschluß eines Vorratsbehälters einer Gasversorgung (Gas der Hauptkomponente) mit höherem Druck (z. B. 350 bar) erfolgen. Das Auffüllen mit der Hauptkomponente kann auch gravimetrisch kontrolliert werden.

[0031] Beispiel für ein binäres Gasgemisch:

- 1.) Nebenkomponten: Sauerstoff, Feindruck: 10 mbar
- 2.) Hauptkomponente: Stickstoff, Dosierdruck= Fülldruck: 200 bar
- 3.) Ergebnis: Gasgemisch von 0,005 vol.-% (50 ppm) Sauerstoff in Stickstoff.

[0032] Die Figur zeigt schematisch einen Meßbehälter 1 mit Beispielen von Meßeinrichtungen 2 (2a, 2b, 2c und 2d: Temperaturfühler) und 3 (3a, 3b: Gasleitung mit Absperrventil und Druckmeßgerät, z. B. Manometer), Gasentnahmeeinrichtung 4 und Anschlußstutzen 7. Der Meßbehälter ist parallel zu einem zweiten Druckgasbehälter 5 (oder weiteren Druckgasbehältern) angeordnet. Die Temperaturfühler 2a bis 2d sind zum Beispiel in einer Reihe angeordnet für die Messung des Temperaturprofils entlang der Meßpunkte. Die Temperaturmeßpunkte können z. B. in Längsrichtung (hier vertikal) einer Druckgasflasche oder kreisförmig (hier horizontal) angeordnet sein. Die Druckmeßeinrichtungen 3a und 3b sind vorteilhaft mit einem Absperrventil versehen. Als Druckmeßgeräte können beispielsweise ein Kapazitätsmanometer für die Vakuummessung und ein Manometer für höhere Druckbereiche angeschlossen sein. Die Gasentnahmestelle 4 dient zur Entnahme von Gasproben zur Analyse oder zum on-line Anschluß von Analysegeräten (z. B. Massenspektrometer oder IR-Spektrometer). Der Anschlußstutzen 7 dient vorzugsweise zur separaten Evakuierung des Meßbehälters zur Kalibrierung von Vakuummeßgeräten. Meßbehälter 1 und Druckgasbehälter 5 sind über eine Leitung mit einer Vakuumpumpe 6 (Pfeile zeigen die Richtung des Gasflusses bei Anlegen

von Vakuum) und/oder einer Gasquelle 6 (z. B. Kompressor mit Vorratsgasbehältern).

[0033] Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Befüllung von Druckgasbehältern mit Gas oder der Herstellung von Gasgemischen in Druckgasbehältern, wobei eine physikalische oder chemische Untersuchung mittels eines Meßbehälters erfolgt.

[0034] Physikalische Untersuchungen sind z. B. Druck- oder Temperaturmessung. Chemische Untersuchungen sind z. B. Analysen zur Ermittlung der Gaszusammensetzung, die physikalische Methoden beinhalten können. Als chemische Untersuchungen werden auch Analysen mittels Infrarotspektroskopie oder Massenspektrometrie angesehen.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Befüllen mindestens eines Druckgasbehälters mit einem Gasgemisch, wobei ein Messbehälter ausgebildet ist, der eine Ventilöffnung und neben der Ventilöffnung eine oder mehrere Öffnungen aufweist, wobei ein Gasgemisch umfassend eine erste und mindestens eine weitere Gaskomponente in dem mindestens einem Druckgasbehälter hergestellt wird und die mindestens eine Öffnung zum Anschluss von Messeinrichtungen für eine physikalische oder chemische Untersuchung dient, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Messbehälter parallel zu dem mindestens einen Druckgasbehälter angeschlossen ist.
2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die mindestens eine Öffnung zum Anschluss von einem Sensor, Messgerät oder Analysegerät oder zur Entnahme von Proben oder zur Aufnahme einer Sonde, und/oder zum Anschluss eines oder mehrerer Thermoelemente, ein oder mehrerer Vakuummessgeräte oder ein oder mehrerer Druckmessgeräte, und/oder zur Befestigung oder Positionierung von einem oder mehrerer Sensoren oder Sonden im Innenraum des Druckgasbehälters dient.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, bei dem eine oder mehrere Nebengaskomponenten so direkt dosiert werden, dass deren Konzentration in einem Konzentrationsbereich zwischen 10 ppb und 5000 ppm, insbesondere in einem Konzentrationsbereich zwischen 10 ppb und 100 ppm liegt.
4. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, bei dem die Gasdosierung mittels Vakuum oder additiv erfolgt.
5. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, bei dem eine anteilig größte Gaskomponente zuletzt in den Druckgasbehälter gefüllt wird.

6. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, bei dem ein Temperaturgradient oder eine Gaszusammensetzung bestimmt oder eine Druckmessung durchgeführt oder eine Homogenität des Gasgemisches geprüft oder eine Gasschichtung bei der Gemischherstellung ermittelt wird.

Claims

1. Method for filling at least one compressed-gas container with a gas mixture, a measurement vessel being formed which has a valve opening and, next to the valve opening, one or more openings, a gas mixture being produced which comprises a first gas component and at least one further gas component in the at least one compressed-gas container, and the at least one opening serving for connecting measurement devices for a physical or chemical test, **characterized in that** the measurement vessel is connected in parallel to the at least one compressed-gas container.
2. Method according to Claim 1, in which the at least one opening serves for connecting a sensor, measurement instrument or analysis instrument or for removing samples or for accommodating a probe, and/or for connecting one or more thermal elements, one or more vacuum measurement instruments or one or more pressure measurement instruments, and/or for fastening or positioning one or more sensors or probes in the interior of the compressed-gas container.
3. Method according to Claim 1 or 2, in which one or more supplementary gas components are metered so directly that their concentration lies in a concentration range between 10 ppb and 5000 ppm, in particular in a concentration range between 10 ppb and 100 ppm.
4. Method according to one of the preceding claims, in which the gas is metered by means of vacuum or additively.
5. Method according to one of the preceding claims, in which a gas component which is largest in proportional terms is filled into the compressed-gas container last.
6. Method according to one of the preceding claims, in which a temperature gradient or a gas composition is defined or a pressure measurement is carried out or a homogeneity of the gas mixture is tested or a gas stratification during the production of the mixture is determined.

Revendications

1. Procédé pour remplir au moins un réservoir de gaz sous pression avec un mélange de gaz, dans quel cas un réservoir jaugeur est réalisé qui a une ouverture de soupape et outre l'ouverture de soupape, une ou une pluralité d'ouvertures, dans quel cas un mélange de gaz comportant un premier et au moins un composant de gaz supplémentaire, est produit dans l'au moins un réservoir de gaz sous pression et l'au moins une ouverture sert à raccorder des dispositifs de mesure pour un examen physique ou chimique, **caractérisé en ce que** le réservoir jaugeur est raccordé parallèlement par rapport à l'au moins un réservoir de gaz sous pression. 5 10 15
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'au moins une ouverture sert à raccorder un capteur, un appareil de mesure ou un appareil d'analyses ou à prélever des échantillons ou à loger une sonde et/ou à raccorder un ou une pluralité de thermoéléments, un ou une pluralité d'appareils de mesure du vide ou un ou une pluralité d'indicateurs de pression, et/ou à fixer ou à positionner un ou une pluralité de capteurs ou de sondes à l'intérieur du réservoir de gaz sous pression. 20 25
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel un ou une pluralité de composants de gaz secondaires est dosée si directement que leur concentration se trouve dans une gamme de concentration entre 10 ppb et 5000 ppm, en particulier dans une gamme de concentration entre 10 ppb et 100 ppm. 30
4. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le dosage du gaz est effectué à l'aide de vide ou de façon additive. 35
5. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel un composant de gaz, qui proportionnellement est le plus grand, est introduit en dernier lieu dans le réservoir de gaz sous pression 40
6. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel un gradient de température ou une composition de gaz est déterminée ou une mesure de pression est effectuée ou une homogénéité du mélange de gaz est examinée ou une disposition par couches de gaz est détectée dans la fabrication du mélange. 45 50

55

