

19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

11) N° de publication :

2 919 725

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

21) N° d'enregistrement national :

07 56901

51) Int Cl⁸ : G 01 N 1/38 (2006.01), G 01 N 33/00

12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22) Date de dépôt : 02.08.07.

30) Priorité :

43) Date de mise à la disposition du public de la demande : 06.02.09 Bulletin 09/06.

56) Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :

71) Demandeur(s) : L'AIR LIQUIDE SOCIETE ANONYME
POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCE-
DES GEORGES CLAUDE — FR.

72) Inventeur(s) : ZNAMENSKI DMITRY, PERRIN
JEROME et PAOLI HERVE.

73) Titulaire(s) :

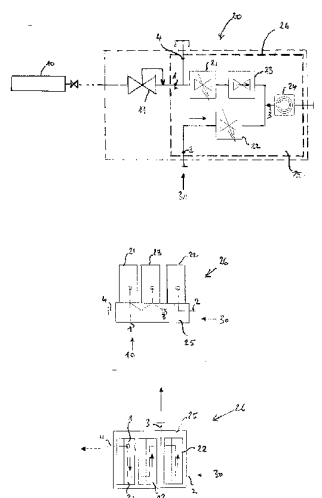
74) Mandataire(s) :

54) DISPOSITIF DE DILUTION D'UN FLUIDE.

57) Dispositif (20) de dilution d'un fluide dans un fluide de dilution.

Selon l'invention, ledit dispositif comprend, au moins, un premier régulateur (21) de débit massique destiné à réguler le débit massique du fluide à diluer et un second régulateur (22) de débit massique destiné à réguler le débit massique du fluide de dilution, lesdits régulateurs (21, 22) de débit massique étant réalisés selon une technologie de micro-électromécanique.

Application aux gaz purs ou mélanges de gaz pour les laboratoires et les équipements d'analyses.



FR 2 919 725 - A1



La présente invention concerne un dispositif de dilution d'un fluide dans un fluide de dilution.

L'invention trouve une application particulièrement avantageuse dans le domaine des gaz purs ou mélanges de gaz, notamment les mélanges étalons, destinés aux laboratoires et aux équipements d'analyse et de contrôle, comme les stations de surveillance de la qualité de l'air par exemple.

Les analyses de contrôle concernant des fluides tels que les gaz sont effectuées au moyen d'appareils, appelés analyseurs, aptes à fournir la concentration des fluides à analyser en certaines espèces chimiques gazeuses : monoxyde de carbone, oxydes d'azote, gaz sulfureux, etc.

Dans ce but, les analyseurs doivent être étalonnés de manière à pouvoir construire leur courbe de réponse en fonction de la concentration en espèces chimiques recherchées à partir de points particuliers dont on connaît a priori la concentration. Pour cela, il faut bien entendu disposer d'un ensemble de mélanges étalons de concentration connue.

Il se pose alors une première difficulté qui réside dans le fait que les mélanges étalons de gaz réactifs peuvent être fabriqués et conservés sur une longue durée à condition que leur concentration ne soit pas trop faible, supérieure au ppm par exemple. Or, l'étalonnage des analyseurs requiert des concentrations beaucoup plus basses, de l'ordre de la centaine de ppb. Conditionner des mélanges à de telles concentrations est possible mais pose de nombreuses contraintes techniques, demandant notamment des procédés spécifiques.

Une deuxième difficulté vient de ce qu'une courbe d'étalonnage précise d'un analyseur exige un grand nombre de points, d'où la nécessité de disposer d'un nombre équivalent de mélanges étalons de concentration différente.

Aussi, un but de l'invention est de proposer un dispositif de dilution d'un fluide dans un fluide de dilution, qui permettrait d'apporter une solution au double problème mentionné ci-dessus de pouvoir fabriquer et conserver les mélanges étalons à une concentration suffisamment grande tout en offrant une très large gamme de concentrations d'étalonnage, et ceci sans avoir recours à des mélanges étalons préconditionnés.

Ce but est atteint, conformément à l'invention, du fait que ledit dispositif comprend, au moins, un premier régulateur de débit massique destiné à réguler le débit massique du fluide à diluer et un second régulateur de débit massique destiné à réguler le débit massique du fluide de dilution, lesdits
5 régulateurs de débit massique étant réalisés selon une technologie de micro-électromécanique.

On comprend ainsi que la dilution du fluide à diluer est réalisée par mélange contrôlé avec le fluide de dilution. La concentration du fluide dilué sortant du dispositif conforme à l'invention est ajustée en réglant les deux
10 régulateurs de débit massique de manière à obtenir des valeurs de concentration compatibles avec les besoins de l'utilisateur.

Un premier avantage qui découle directement de l'invention est que le fluide à diluer peut être fabriqué et conservé dans des bouteilles à des concentrations supérieures à celles nécessaires à l'étalonnage, puisque la
15 dilution requise est effectuée hors des bouteilles de fluide à diluer. Le dispositif de dilution de l'invention est alors connecté à la tête de bouteille de fluide à diluer et reçoit par ailleurs le fluide de dilution d'une autre bouteille ou d'un réseau de distribution.

Un second avantage consiste en ce que la dilution est réalisée sur site,
20 c'est-à-dire au point d'utilisation, sans qu'il soit nécessaire d'y transporter plusieurs bouteilles de concentration différente.

D'autre part, la conception du dispositif de dilution conforme à l'invention selon une technologie de micro-électromécanique, comme la technologie MEMS (« Micro Electro Mechanical System »), permet une
25 réalisation du système avec un haut degré d'intégration conduisant à des dimensions très faibles, compatibles avec le volume disponible à l'intérieur des chapeaux de bouteille actuellement utilisés.

On obtient ainsi un ensemble de dilution compact et très simple d'utilisation, constitué d'une bouteille de fluide à diluer dont le chapeau inclut
30 le dispositif de dilution de l'invention. Il suffit alors de connecter ledit système à une source de fluide de dilution et de régler les débits massiques au moyen des régulateurs prévus à cet effet dans le dispositif.

Selon un mode de réalisation de l'invention, lesdits régulateurs de débit massique sont assemblés sur un support comprenant un réseau de canaux reliant, d'une part, le premier régulateur de débit massique à une entrée de fluide à diluer et à une sortie de fluide dilué, et, d'autre part, le second régulateur de débit massique à une entrée de fluide de dilution et à ladite sortie de fluide dilué.

Afin d'assurer l'isolation du circuit du fluide à diluer, l'invention prévoit qu'une vanne d'arrêt réalisée selon une technologie de micro-électromécanique est disposée sur ledit support en aval dudit premier régulateur de débit massique.

Avantageusement, un système d'homogénéisation du fluide dilué est placé sur ladite sortie de fluide dilué. En particulier, ledit système d'homogénéisation est réalisé selon une technologie de micro-électromécanique et disposé sur ledit support.

Dans le but d'éviter les effets dommageables d'une augmentation de pression anormale, il est prévu par l'invention que ledit support comprend en outre une sortie de court-circuit du premier régulateur de débit massique.

Enfin, de manière avantageuse, le dispositif de dilution conforme à l'invention comprend un détendeur du fluide à diluer disposé en amont du premier régulateur de débit massique. On peut ainsi ajuster la pression du fluide à diluer à l'entrée du système à une valeur compatible avec le fonctionnement nominal des régulateurs de débit massique de technologie MEMS par exemple.

La description qui va suivre en regard des dessins annexés, donnés à titre d'exemples non limitatifs, fera bien comprendre en quoi consiste l'invention et comment elle peut être réalisée.

La figure 1 est un schéma d'un dispositif de dilution conforme à l'invention.

La figure 2a est une vue de côté d'un bloc de régulateurs d'un dispositif de dilution conforme à l'invention.

La figure 2b est une vue de dessus du bloc de régulateurs de la figure 2a.

Sur la figure 1 est représenté un dispositif 20 de dilution d'un fluide, tel qu'un gaz ou un mélange contenu dans une bouteille 10, ce dispositif étant destiné par exemple à l'étalonnage d'un analyseur pour le contrôle ou la surveillance de la concentration de substances chimiques dans un milieu gazeux, comme l'atmosphère dans le cas de la surveillance de la qualité de l'air.

Pour réaliser l'étalonnage recherché, il faut pouvoir délivrer en sortie du dispositif 20 de dilution, sous différentes concentrations, le gaz ou mélange contenu dans la bouteille 10. On prendra l'exemple d'un mélange NO/N₂ dont on veut faire varier la concentration en monoxyde d'azote dans une gamme de concentrations très faibles, s'exprimant en ppb.

Au lieu d'avoir recours à plusieurs bouteilles contenant le mélange NO/N₂ à différentes concentrations, le dispositif 20 montré sur la figure 1 permet de n'utiliser qu'une seule bouteille 10 à une concentration plus élevée de quelques ppm, avec les avantages que cela représente en termes de conservation du mélange dans la durée.

Les concentrations recherchées pour l'étalonnage sont obtenues par dilution du mélange initial fourni par la bouteille 10 avec un gaz de dilution, ici de l'azote, provenant d'une source extérieure 30, la dilution étant effectuée dans des proportions variables d'une manière qui va maintenant être expliquée en détail.

Comme le montre la figure 1, le mélange initial NO/N₂ à concentration fixe traverse un premier régulateur 21 de débit massique assurant une régulation précise du débit massique du mélange contenu dans la bouteille 10. Le gaz de dilution N₂ pénètre dans le dispositif 20 par une entrée 2 et traverse un deuxième régulateur 22 de débit massique contrôlant le flux de gaz dans la ligne de dilution. Les deux flux gazeux se mélangent à la sortie 3 de gaz dilué, la qualité du mélange étant garanti, si besoin, en fin de circuit par un système 24 d'homogénéisation tel qu'une boucle de mélange, connue en soi.

Ainsi, en ajustant les débits massiques des deux régulateurs 21, 22, on peut obtenir sur la sortie 3 des proportions variables du gaz à diluer et du gaz

de dilution, et donc des concentrations différentes de monoxyde d'azote dans l'azote, conformément au but recherché.

En pratique, le facteur de dilution et les valeurs de concentration sont, de préférence, contrôlés électroniquement, soit manuellement, soit automatiquement au moyen d'une unité de commande électronique, non représentée, comprenant deux contrôleurs pour les deux régulateurs 21, 22 de débit massique et une interface homme-machine.

On peut voir également sur la figure 1 la présence d'une vanne 23 d'arrêt en aval du premier régulateur 21 chargé d'assurer l'isolation du circuit de gaz connecté à la bouteille 10. Cette disposition représente un gain en termes de sécurité et permet une meilleure préservation du mélange NO/N₂ contenu dans la bouteille 10.

Les figures 1, 2a et 2b montrent que les régulateurs 21, 22 de débit massique et la vanne 23 d'arrêt sont réalisés selon une technologie de micro-électromécanique de type MEMS par exemple.

Les performances actuelles de ce type de composants permettent d'obtenir une dilution par un facteur de 10 à 2000 fois avec une précision de l'ordre de 5%.

Comme l'indiquent plus particulièrement les figures 2a et 2b, ces trois composants sont assemblés sur un support métallique 25 réalisé dans un acier inoxydable ou dans un alliage à base de nickel, compatible avec la mise en oeuvre de gaz de haute pureté et de haute résistance chimique. Le support 25 ainsi que les régulateurs 21, 22 et la vanne 23 d'arrêt constituent un bloc 26 auquel peut être adjointe la boucle 24 de mélange.

Avec cette technologie, on peut réaliser un bloc 26 contenu dans un cube de 5 cm de côté. Ces dimensions sont cohérentes avec le volume disponible à l'intérieur d'un chapeau de tête de bouteille standard.

Le support 25 est usiné de manière à obtenir un réseau de micro-canaux, visible sur les figures 2a et 2b, permettant, d'une part, de relier le premier régulateur 21 à l'entrée 1 de gaz à diluer et la sortie 3 de gaz dilué en passant par la vanne 23 d'arrêt, et, d'autre part, de relier le deuxième régulateur 22 à l'entrée 2 de gaz de dilution et à ladite sortie 3.

L'entrée 2 du bloc 26 est prévue pour recevoir le gaz de dilution au moyen d'une autre bouteille munie d'un détendeur qui peut être avantageusement transportée à côté de la bouteille 10 de gaz à diluer sur un même chariot, ou au moyen d'un réseau de distribution de gaz. Une autre variante consiste à utiliser une double bouteille, la bouteille 10 de gaz à diluer étant dans ce cas contenue dans la bouteille de gaz de dilution. Les deux bouteilles incluses l'une dans l'autre sont alors équipées chacune d'un détendeur.

Le support 25 peut être usiné par attaque chimique (« etching ») de deux structures planes complémentaires, ou par perçage (« drilling ») suivi d'un électro-polissage.

Une sortie supplémentaire 4, représentée sur les figures 1, 2a et 2b, peut être ménagée dans le support 25 en amont du premier régulateur 21. Le rôle de cette sortie 4 est de court-circuiter les composants de technologie MEMS en cas par exemple d'une élévation de pression anormale. Cette sortie 4 joue alors le rôle de soupape.

Comme le montre la figure 1, une pré-détente du gaz à diluer est obtenue au moyen d'un détendeur 11 placé en amont de l'entrée 1 du bloc 26. La fonction de ce détendeur 11 est de ramener la valeur de la pression du gaz stocké dans la bouteille 10 de sa pression de stockage, qui peut atteindre 350 bars, à une valeur présélectionnée compatible avec les conditions de fonctionnement du premier régulateur 21 de technologie MEMS. Typiquement, une valeur de pression nominale de travail en sortie du détendeur 11 est comprise entre 6 et 8 bars.

Le détendeur 11 peut être intégré au dispositif 20 de dilution, lequel fait alors partie intégrante du robinet de la bouteille 10.

Selon une variante, le bloc 26 comprenant les deux régulateurs 21, 22 de débit massique, la vanne 23 d'arrêt, et éventuellement la boucle 24 de mélange, constitue un système indépendant qui peut être directement connecté en aval du robinet de la bouteille 10, en particulier un Robinet Détendeur Intégré, ou RDI, déjà existant et adapté à la qualité des gaz mis en œuvre dans les laboratoires et les équipements de contrôle et d'analyse.

Une des possibilités offertes par ce dernier type d'assemblage est de pouvoir remplacer un bloc 26 comprenant tous les composants montés sur son support 25, avec l'avantage de pouvoir effectuer :

- 5 - une mise à niveau du système, notamment un changement de gamme du facteur de dilution,
- la réalisation d'opérations de maintenance sur le bloc 26, comme la réparation de défaillances éventuelles.

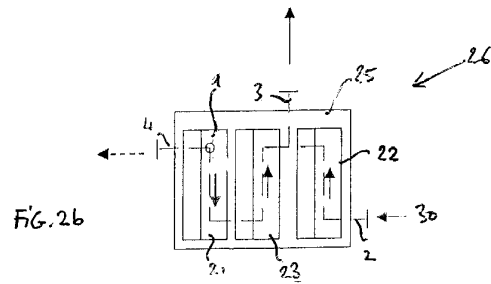
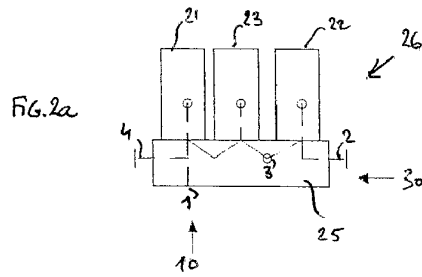
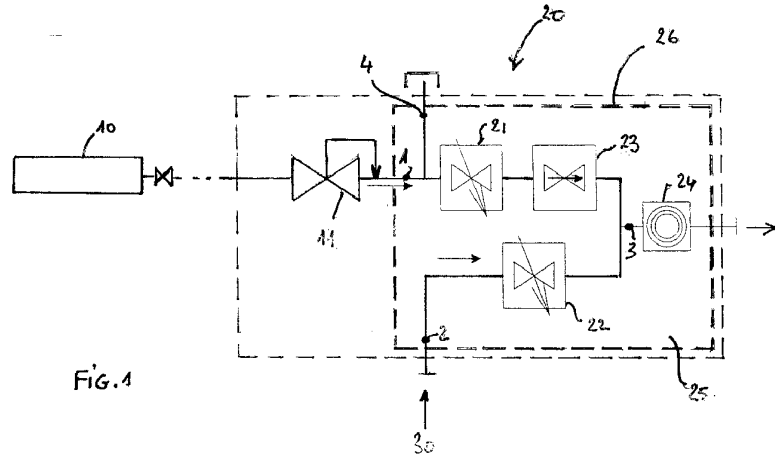
Le reste du robinet, incluant le détendeur 11, n'est pas concerné et peut être maintenu en place pour :

- 10 - recevoir un nouveau bloc 26 MEMS en remplacement d'un autre bloc venant d'être démonté,
- offrir uniquement une fonction de régulation de pression, dans un mode de fonctionnement dit « de secours ».

REVENDEICATIONS

1. Dispositif (20) de dilution d'un fluide dans un fluide de dilution, caractérisé en ce que ledit dispositif comprend, au moins, un premier régulateur (21) de débit massique destiné à réguler le débit massique du fluide à diluer et un
5 second régulateur (22) de débit massique destiné à réguler le débit massique du fluide de dilution, lesdits régulateurs (21, 22) de débit massique étant des régulateurs de type micro-électromécanique.
2. Dispositif selon la revendication 1, dans lequel lesdits régulateurs (21, 22) de débit massique sont assemblés sur un support (25) comprenant un réseau
10 de canaux reliant, d'une part, le premier régulateur (21) de débit massique à une entrée (1) de fluide à diluer et à une sortie (3) de fluide dilué, et, d'autre part, le second régulateur (22) de débit massique à une entrée (2) de fluide de dilution et à ladite sortie (3) de fluide dilué.
3. Dispositif selon la revendication 2, dans lequel une vanne (23) d'arrêt
15 réalisée selon une technologie de micro-électromécanique est disposée sur ledit support (25) en aval dudit premier régulateur (21) de débit massique.
4. Dispositif selon l'une des revendications 2 ou 3, dans lequel un système
(24) d'homogénéisation du fluide dilué est placé sur ladite sortie (3) de fluide dilué.
- 20 5. Dispositif selon la revendication 4, dans lequel ledit système (24) d'homogénéisation est réalisé selon une technologie de micro-électromécanique et disposé sur ledit support (25).
6. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 2 à 5, dans lequel ledit support (25) comprend en outre une sortie (4) de court-circuit du premier
25 régulateur (21) de débit massique.
7. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, comprenant un détenteur (11) du fluide à diluer disposé en amont du premier régulateur (21) de débit massique.

1/1



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 696875
FR 0756901

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
Y	US 5 239 856 A (METTES JACQUES [US] ET AL) 31 août 1993 (1993-08-31) * abrégé; figure 1 * * colonne 5, ligne 46 - colonne 6, ligne 22 * -----	1-7	G01N1/38 G01N33/00
Y	US 2004/159351 A1 (ZNAMENSKY DMITRY [US] ET AL) 19 août 2004 (2004-08-19) * abrégé; figure 7 * * alinéa [0079] - alinéa [0086] * -----	1-3,6,7	
Y	EP 0 294 723 A (HITACHI LTD [JP]) 14 décembre 1988 (1988-12-14) * abrégé; figures 3,4 * -----	4,5	
A	US 6 314 986 B1 (ZHENG DAO-HONG [GB] ET AL) 13 novembre 2001 (2001-11-13) * abrégé; figure 8 * * colonne 21, ligne 45 - colonne 22, ligne 13 * * colonne 22, ligne 20 - colonne 22, ligne 36 * -----	1-7	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
A	EP 1 640 058 A (FLOWTEC AG [CH]) 29 mars 2006 (2006-03-29) * abrégé; figure 1 * * alinéa [0024] - alinéa [0033] * -----	1	G01N B01F
A	EP 1 116 513 A (PRAXAIR TECHNOLOGY INC [US]) 18 juillet 2001 (2001-07-18) * abrégé; figure 1 * * alinéa [0022] - alinéa [0024] * -----	1	
A	WO 02/062697 A (NP NANOPRODUKTER AB [SE]; LANGSTEDT GOERAN [SE]) 15 août 2002 (2002-08-15) * le document en entier * -----	1	
-/--			
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
30 avril 2008		Runser, Claude	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un		à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date	
autre document de la même catégorie		de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		
		& : membre de la même famille, document correspondant	



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

FA 696875
FR 0756901

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	US 6 283 440 B1 (EVANS JOHN [US]) 4 septembre 2001 (2001-09-04) * abrégé; figure 5 * -----	1	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
		30 avril 2008	Runser, Claude
<p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14) 3

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0756901 FA 696875**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 30-04-2008

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5239856	A	31-08-1993	AUCUN
US 2004159351	A1	19-08-2004	AU 2003288636 A1 22-07-2004 EP 1578546 A2 28-09-2005 WO 2004058425 A2 15-07-2004 JP 2006512545 T 13-04-2006 US 2007151616 A1 05-07-2007
EP 0294723	A	14-12-1988	DE 3876503 D1 21-01-1993 DE 3876503 T2 13-05-1993 JP 63304133 A 12-12-1988 US 4905497 A 06-03-1990 US 4977776 A 18-12-1990
US 6314986	B1	13-11-2001	CA 2254101 A1 14-05-1999 DE 69836254 T2 03-05-2007 EP 0916891 A2 19-05-1999 ES 2274558 T3 16-05-2007 JP 3732662 B2 05-01-2006 JP 11218297 A 10-08-1999
EP 1640058	A	29-03-2006	AUCUN
EP 1116513	A	18-07-2001	BR 0100060 A 21-08-2001 CA 2330813 A1 13-07-2001 CN 1323650 A 28-11-2001 KR 20010077978 A 20-08-2001 MX PA01000430 A 19-06-2003
WO 02062697	A	15-08-2002	AUCUN
US 6283440	B1	04-09-2001	AUCUN