



CONFÉDÉRATION SUISSE

OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

⑪ CH 658 913 A5

⑤① Int. Cl.4: G 01 N 30/12

Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein

Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

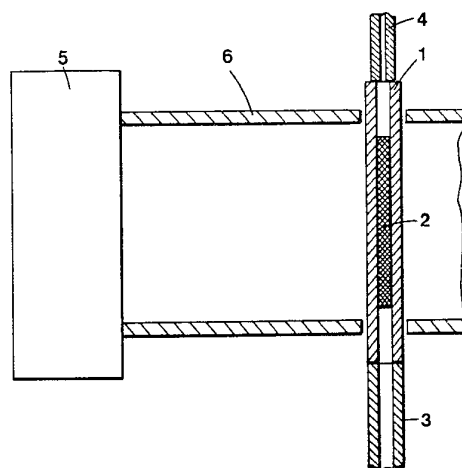
⑫ **FASCICULE DU BREVET** A5

⑳ Numéro de la demande: 5176/81	㉗ Titulaire(s): Jiri Rektarik, Genève
㉒ Date de dépôt: 11.08.1981	㉘ Inventeur(s): Rektarik, Jiri, Genève
㉔ Brevet délivré le: 15.12.1986	
㉞ Fascicule du brevet publié le: 15.12.1986	㉙ Mandataire: Roland Nithardt, Yverdon

⑤④ **Dispositif de désorption des substances volatiles par micro-ondes pour analyse par chromatographie gazeuse.**

⑤⑦ Du charbon actif (2), chargé de substances volatiles à analyser est placé dans un tube (1) en matière à faible coefficient de perte diélectrique. Dès l'enclenchement d'un générateur de micro-ondes (5), le charbon actif est chauffé très rapidement et les substances volatiles sont conduites dans une colonne chromatographique (3) par un gaz de balayage admis par un tube (4).

Ce dispositif permet de concilier les exigences de rapidité de chauffage et de quantité de charbon actif traité.



REVENDICATIONS

1. Dispositif de désorption des vapeurs et des gaz par micro-ondes pour l'analyse par chromatographie gazeuse, caractérisé par une enceinte ayant une entrée et une sortie et destinée à contenir une matière adsorbante ayant un coefficient de perte diélectrique permettant son chauffage par micro-ondes, la sortie de l'enceinte étant destinée à être raccordée à l'entrée d'une colonne de chromatographie gazeuse, un conduit d'admission d'un gaz de balayage raccordé à l'entrée de cette enceinte et des moyens pour exposer la matière adsorbante à un faisceau de micro-ondes, l'enceinte étant constituée d'une matière solide ayant un coefficient de perte diélectrique suffisamment faible pour ne pas être chauffée appréciablement par le faisceau de micro-ondes.

2. Utilisation du dispositif selon la revendication 1 pour la désorption de vapeurs et de gaz adsorbés sur du charbon actif.

On utilise couramment des matières solides adsorbantes, notamment du charbon actif, pour concentrer des vapeurs ou des gaz en vue de leur analyse par chromatographie gazeuse. Pour obtenir une bonne résolution dans la colonne de chromatographie, la désorption des substances adsorbées doit être aussi rapide que possible. A cet effet, on utilise en général un dispositif dans lequel un mince tube contenant la matière adsorbante chargée est brusquement introduit dans un manchon préchauffé électriquement. La matière adsorbante chauffée est balayée par un courant d'azote et l'azote chargé de substances désorbées est conduit directement dans la colonne chromatographique. Ce dispositif permet de traiter des quantités de matière adsorbante de l'ordre de quelques milligrammes. La vitesse de désorption est limitée en raison du fait que le chauffage de la matière adsorbante se fait par conduction à travers la paroi du tube qui la contient et que la température maximale du corps de chauffe est limitée par le point de ramollissement du tube contenant la matière adsorbante. En général, on utilise un tube en verre de borosilicate dont le point de ramollissement est d'environ 500° C. Berg, dans son article (Central Institute of Industrial Research P.b. 350, Blindern, Oslo 3, Norvège), utilise une température de 280° C, ce qui est insuffisant pour une désorption approchant 100% comme il a été démontré par Colenutt et Thornburn dans l'article cité ci-dessous.

B.A. Colenutt et S. Thoburn (Chromatographia, tome 12, N° 8, août 1979, page 519) ont appliqué le principe du chauffage au point Curie pour la désorption de substances adsorbées sur du charbon actif. Cette méthode permet un chauffage très rapide jusqu'à des températures pouvant atteindre 770° C, mais les quantités de charbon actif traité ne dépassent pas 5 milligrammes par opération,

ce qui est insuffisant pour certaines analyses chromatographiques. De surcroît, cette méthode ne garantit pas non plus un chauffage uniforme de tout l'adsorbant, vu que le chauffage se fait progressivement de l'extérieur à l'intérieur de l'adsorbant.

En général, en utilisant le chauffage par conduction, on risque de chauffer les pièces voisines de l'adsorbant (comme les joints et autres parties en matières plastiques) qui peuvent à leur tour désorber des substances volatiles et interférer ainsi avec les substances à analyser.

Le but de la présente invention est de réaliser une désorption aussi rapide que la désorption par chauffage au point Curie, mais par un chauffage réparti uniformément dans tout l'adsorbant, sans chauffer d'autres matières que l'adsorbant lui-même et avec la possibilité de traiter des quantités pratiquement illimitées de matière adsorbante en une fois.

Pour atteindre ce but, l'invention propose le dispositif défini dans la revendication 1, fondé sur le principe du chauffage diélectrique par micro-ondes.

Ce principe de chauffage a déjà été appliqué au chauffage de matières diélectriques ayant adsorbé de l'humidité, afin de doser cette humidité, mais cette application est sans rapport avec l'analyse chromatographique.

La figure unique du dessin représente, schématiquement en coupe axiale et à titre d'exemple, une forme d'exécution du dispositif selon l'invention.

Un tube 1, en matière réfractaire à faible coefficient de perte diélectrique, contient une matière adsorbante 2, chargée de vapeurs ou de gaz adsorbant à analyser chromatographiquement. Cette matière adsorbante doit posséder un coefficient de perte diélectrique suffisant pour permettre son chauffage par micro-ondes dans des conditions où la matière du tube 1 ne dissipe que peu de puissance électrique. Le charbon actif s'est avéré être une matière adsorbante appropriée pour le traitement dans le dispositif selon l'invention.

Le tube 1 est raccordé par son extrémité inférieure à une colonne chromatographique en phase gazeuse 3 et, par son extrémité supérieure, à un tube 4 d'admission d'un gaz inerte de balayage, généralement de l'azote.

Un faisceau de micro-ondes est émis par un générateur 5 et est guidé sur le tube 1 par un guide d'ondes 6.

Dès l'enclenchement du générateur 5, la température de la matière adsorbante 2 contenue dans le tube 1 monte presque instantanément jusqu'à une valeur pouvant atteindre 1000° C, grâce au fait que la chaleur est produite au sein de la matière adsorbante au lieu d'être transmise par conduction et les matières désorbées sont entraînées à une haute concentration par le gaz de balayage. Ainsi, les conditions optimums d'une analyse chromatographique sont réalisées, sans chauffage appréciable des divers éléments du dispositif et sans surchauffe locale du charbon actif et sans qu'une partie quelconque du dispositif atteigne une température à laquelle il pourrait dégager des gaz susceptibles de polluer l'échantillon à analyser.

