

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

11 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 613 247

21 N° d'enregistrement national :

87 04981

51 Int Cl⁴ : B 01 D 17/035, 19/00.

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 6 avril 1987.

30 Priorité :

43 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 40 du 7 octobre 1988.

60 Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

71 Demandeur(s) : RHONE-POULENC RECHERCHES. — FR.

72 Inventeur(s) : Régis Quagliaro ; Michel Maisonneuve.

73 Titulaire(s) : RHONE-POULENC CHIMIE. — FR.

74 Mandataire(s) : Cabinet Beau de Loménie.

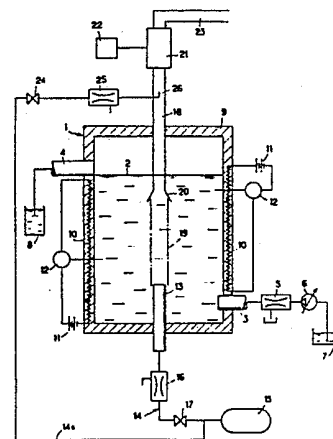
54 Appareil de détection et/ou de mesure par séparation et changement de phase.

57 Détection et mesure d'un produit volatil ou gazeux.

L'appareil comprend :

- . une capacité 1 de rétention temporaire d'une phase li-
quide;
- . une canalisation 3 d'admission de la phase liquide dans la
capacité;
- . une canalisation 4 de sortie par trop-plein de la phase
liquide hors de la capacité, et
- . des moyens de strippage comprenant :
 - .. un moyen d'injection 13,
 - .. une colonne de captation 18 menant à un capteur 21 et
définissant, avec le moyen 13, une colonne immatérielle de
strippage 19.

Application à la détection et à la mesure d'un produit volatil
ou gazeux inclus à une phase liquide.



FR 2 613 247 - A1

D

APPAREIL DE DETECTION ET/OU DE MESURE PAR SEPARATION ET CHANGEMENT DE PHASE

La présente invention est relative au domaine technique de la détection de présence d'un ou de plusieurs produits volatils ou gazeux dans une phase liquide vis-à-vis de laquelle ce ou ces produits volatils représentent une concentration qu'il convient de pouvoir détecter et/ou mesurer et/ou contrôler.

Le domaine technique concerné est, plus particulièrement, celui de l'analyse en ligne continue, à partir d'une phase liquide produite par le déroulement d'un procédé industriel de production ou de transformation de biens ou de produits intermédiaires ou définitifs.

L'invention concerne, plus particulièrement, le domaine de la détection de traces de produits organiques volatils par extraction par voie gazeuse, généralement connue sous le terme générique de "stripping" ou "strippage".

L'objectif de la présente invention est de proposer une structure d'appareil de détection et/ou de mesure capable de délivrer un signal de sortie stable permettant son utilisation, directement en ligne et de façon continue, non seulement pour la détection d'au moins un composé gazeux ou volatil, mais aussi pour la mesure du ou des composés détectés.

Un autre objectif de l'invention est de proposer un appareil de structure particulièrement simple et modulaire, à usage, notamment, industriel, pouvant être réalisé de façon fiable, à un prix intéressant.

Un objectif supplémentaire de l'invention est de proposer un appareil capable de fonctionner dans des conditions d'extraction par voie gazeuse exigeant des variations éventuellement importantes du débit de gaz d'extraction.

Pour atteindre les objectifs ci-dessus, l'appareil selon l'invention est caractérisé en ce qu'il comprend :

- une capacité de rétention temporaire d'une phase liquide,
- une canalisation d'admission de la phase liquide

- dans la capacité,
- une canalisation de sortie par trop-plein de la phase liquide hors de la capacité,
 - et des moyens de strippage comprenant :
 - 05 . un moyen d'injection s'ouvrant directement à la partie basse de la capacité et raccordé à une source de fluide gazeux,
 - 10 . une colonne de captation s'étendant depuis la partie haute de la capacité menant à un capteur et s'ouvrant en alignement mais à distance du moyen avec lequel elle définit, dans la phase liquide, une colonne immatérielle de strippage.

15 Diverses autres caractéristiques ressortent de la description faite ci-dessous en référence aux dessins annexés qui montrent, à titre d'exemples non limitatifs, des formes de réalisation de l'objet de l'invention.

20 La fig. 1 est une coupe-élévation schématique d'un exemple de réalisation d'un appareil de détection conforme à l'invention, appliqué à un effluent aqueux chargé de produits volatils ou gazeux.

La fig. 2 est une vue schématique illustrant une autre forme de réalisation d'un appareil.

25 Selon la fig. 1, l'appareil conforme à l'invention comprend une capacité 1, en forme de récipient ou de vase fermé, destinée à être partiellement remplie par un effluent aqueux à contrôler 2. L'effluent est amené par une canalisation d'admission 3 débouchant à la partie basse de la capacité 1, de laquelle il est extrait par une canalisation de sortie 4 formant trop-plein. La
30 canalisation d'admission 2 est pourvue d'un régulateur de débit 5 qui est disposé en aval d'une pompe 6, ou autre moyen analogue, chargé d'entraîner une circulation du fluide aqueux depuis une source 7 quelconque, en direction de la capacité 1. La canalisation de sortie 4 aboutit à un réservoir de collecte 8. L'effluent à
35 contrôler transite donc, temporairement, dans la capacité 1, à

l'intérieur de laquelle son niveau est maintenu sensiblement constant.

La capacité 1 est associée à des moyens de régulation de la température de l'effluent aqueux occupant le volume interne de la capacité. Ces moyens de régulation font intervenir, par exemple, une construction à double paroi, séparée par une matière 9 isolante thermiquement. Les moyens de régulation comprennent, également, par exemple, des résistances électriques 10 alimentées, individuellement ou simultanément, par une ou plusieurs sources 11 d'énergie électrique à travers un ou plusieurs thermostats réglables 12.

La capacité 1 est associée à des moyens d'extraction, par voie gazeuse, des produits volatils ou gazeux, incorporés à l'effluent 2. Ces moyens d'extraction comprennent une buse d'injection 13 débouchant à la partie basse de la capacité 1 et, de préférence, en alignement avec, sinon un axe de révolution de la capacité 1, du moins un axe préférentiel de direction verticale. La buse 13 débouche dans la capacité 1 par une section ouverte dépourvue de générateur de bulles ou d'autres moyens de fractionnement de la veine gazeuse délivrée à l'intérieur du volume d'effluent aqueux. La buse d'injection 13 est raccordée à une canalisation d'amenée 14 issue d'un réservoir 15 de fluide gazeux d'extraction. La canalisation d'amenée 14 est contrôlée par un régulateur de débit 16 disposé en aval d'un robinet 17.

Les moyens d'extraction comprennent, par ailleurs, une colonne de captation 18 portée par le dessus de la capacité 1, de manière à s'étendre à l'intérieur de cette dernière pour, dans cet exemple particulier, plonger, en partie, dans l'effluent aqueux 2. La colonne de captation 18 est disposée pour être placée en alignement vertical avec la buse d'injection 13, de façon que son extrémité basse ouverte soit située à distance de cette dernière. La colonne de captation 18 définit ainsi, à l'intérieur de l'effluent aqueux 2, avec la buse d'injection 13, une colonne d'extraction immatérielle 19, tel que cela est illustré en traits mixtes à la fig. 1. De préférence, l'extrémité basse ouverte de la

colonne de captation 18 est pourvue d'un convergent collecteur 20 dont la grande base ouverte est orientée en direction de l'extrémité supérieure ouverte de la buse d'injection 13.

05 La colonne de captation 18 porte, extérieurement à la capacité 1, un capteur 21, de tout type convenable, choisi en relation avec les produits volatils ou gazeux devant être extraits. Le capteur 21 est relié à un transmetteur de fonctionnement 22 chargé de fournir un signal d'asservissement, directement ou indirectement, exploitable.

10 L'appareil décrit ci-dessus fonctionne de la façon suivante.

L'effluent aqueux, devant être contrôlé, est délivré à débit constant à l'intérieur de la capacité 1 par la canalisation d'admission 3. L'effluent 2 remplit la capacité 1 jusqu'au niveau 15 défini par la canalisation de sortie par trop-plein 4. Cette quantité constante d'effluent 2, bien que continuellement renouvelée par apport d'un débit constant, est maintenue à une température sensiblement constante, par l'intermédiaire des moyens 20 10 et 11, ainsi que par les réglages des thermostats 12 qui permettent d'ajuster la température, en fonction des produits gazeux ou volatils à extraire, cette possibilité de réglage permettant de disposer d'une aptitude d'extraction sélective.

Les conditions de séjour momentané et de transit de l'effluent aqueux dans la capacité 1 sont maintenues constantes, de 25 sorte qu'il est possible de procéder à un strippage par voie gazeuse en injectant, à l'intérieur de l'effluent 2, le fluide gazeux délivré, à débit constant, par la canalisation d'amenée 14. La veine de fluide gazeux, issue de la buse 13, se fractionne naturellement en bulles qui suivent un cheminement vertical 30 ascendant, le long de la colonne immatérielle 19, au sein de laquelle chacune d'elles traverse l'effluent aqueux 2. Au cours de cette migration verticale ascendante, selon des conditions de déplacement déterminées et constantes, les bulles sont amenées à entraîner du milieu liquide des produits gazeux ou volatils qu'il 35 contient. Les bulles gazeuses, chargées des produits entraînés,

sont collectées par le convergent 20 les conduisant dans la colonne de captation qui les dirige vers le capteur 21, au sein duquel se réalise la quantification des produits entraînés par le fluide gazeux évacué, ensuite, par une canalisation 23.

05 Les moyens mis en oeuvre selon l'invention permettent de disposer de conditions d'extraction stables, favorables à une mise en oeuvre de l'appareil en analyse en ligne en continu, même pour des détections de produits volatils ou gazeux voisins de traces.

L'existence d'une buse d'injection 13, qui peut être de section utile constante, permet, en outre, de faire varier, dans 10 une grande mesure, les conditions de débit et de pression du fluide gazeux d'extraction. Ceci confère une grande souplesse d'utilisation à l'appareil qui peut ainsi être mis en oeuvre dans de nombreuses conditions différentes d'utilisation, notamment, 15 industrielles.

La construction, comme donnée ci-dessus, permet, par ailleurs, de réaliser un appareil simple, relativement bon marché et d'une grande fiabilité, permettant de s'affranchir des contraintes dues aux variations de température.

20 Pour accroître les possibilités d'applications et de mises en oeuvre, il peut être prévu de doter la canalisation d'amenée 14 d'une canalisation de dérivation 14a, contrôlée par un robinet 24 et un régulateur de débit 25 et aboutissant à un bec d'injection 26 disposé à l'intérieur de la colonne de captation 25 18. Le bec 26 peut ainsi assurer la fourniture, à l'intérieur de la colonne de captation, d'un gaz de dilution délivré à débit constant pour faire varier la concentration, en amont du capteur 21, en fonction des caractères spécifiques des produits volatils ou gazeux à détecter.

30 L'obtention de conditions de séparation stables, par les moyens mis en oeuvre ci-dessus, permet d'utiliser l'appareil de détection en tant qu'appareil de mesure, par l'intermédiaire du capteur dans l'exemple décrit. Dans un tel cas, on procède à un étalonnage en substituant, à la phase aqueuse, un échantillon connu 35 contenant des quantités croissantes des produits à déterminer.

L'appareil selon l'invention peut aussi être utilisé pour détecter et/ou mesurer des traces d'eau dans une phase liquide organique.

05 Une autre façon de procéder à la fonction de mesure consiste, comme illustré à la fig. 2, à disposer, sur la canalisation d'admission 3 et sur la canalisation de sortie par trop-plein 4, des moyens 27 et 28 de mesure différentielle de l'un au moins des caractères de l'effluent aqueux pour apprécier la fonction de strippage au sein de la capacité 1. Les moyens 27 et 10 28 sont reliés à un comparateur 29, chargé de fournir un signal exploitable ou utile à un appareil de mesure ou d'exploitation 30. La mesure différentielle peut faire intervenir différents procédés, connus de l'homme de l'art, en fonction du caractère devant être contrôlé. Les moyens de mesure 27 et 28 peuvent être 15 disposés à l'intérieur de deux chambres 31 et 32 alimentées, directement ou indirectement, par les canalisations 3 et 4. La chambre 31 est, de préférence, associée à des moyens 33 de régulation de la température de l'effluent aqueux séjournant temporairement dans cette chambre.

20 Dans cet exemple de réalisation, l'étalonnage de l'appareil est effectué, comme dit précédemment.

Outre la détection et/ou la mesure d'un composé volatil ou gazeux, dans une phase liquide, l'exemple de réalisation selon la fig. 2 rend possible de détecter et de mesurer des produits 25 gazeux contenus dans un échantillon gazeux délivré par la buse 13 dans la phase liquide, qui constitue alors l'élément vecteur.

L'invention n'est pas limitée aux exemples décrits et représentés, car diverses modifications peuvent y être apportées sans sortir de son cadre. En particulier, la colonne de captation 30 peut être munie, intérieurement, d'une garniture de dévésiculation chargée d'homogénéiser le fluide gazeux incluant les produits pris en charge. De même, dans certains cas, la colonne de captation peut ne pas plonger dans la phase liquide. De même, on ne sortirait pas du cadre de l'invention en disposant en série au 35 moins deux appareils selon la fig. 1 et/ou la fig. 2.

REVENDEICATIONS :

- 1 - Appareil de détection et/ou de mesure par séparation et changement de phase d'au moins un composé, volatil ou gazeux, par rapport à une phase liquide ou à une phase gazeuse,
- 05 caractérisé en ce qu'il comprend :
- une capacité (1) de rétention temporaire d'une phase liquide,
 - une canalisation (3) d'admission de la phase
 - 10 liquide dans la capacité,
 - une canalisation (4) de sortie par trop-plein de la phase liquide hors de la capacité,
 - et des moyens de strippage comprenant :
 - . un moyen d'injection (13) s'ouvrant
 - 15 directement à la partie basse de la capacité (1) et raccordé à une source (15) de fluide gazeux,
 - . une colonne de captation (18) s'étendant depuis la partie haute de la capacité menant à un capteur (21) et s'ouvrant en
 - 20 alignement mais à distance du moyen (13) avec lequel elle définit, dans la phase liquide, une colonne immatérielle de strippage (19).
- 2 - Appareil selon la revendication 1, caractérisé en ce
- 25 qu'il comprend :
- une capacité (1) associée à des moyens (10,11, 12) de régulation de la température de la phase
 - liquide,
 - une canalisation d'admission (3) contrôlée par un
 - 30 régulateur de débit,
 - et des moyens d'injection (13) raccordés à une canalisation (14) contrôlée par un régulateur de débit (16).
- 3 - Appareil selon la revendication 1 ou 2, caractérisé
- 35 en ce que la canalisation (14) comporte, en amont du régulateur de

débit (16) une canalisation de dérivation (14a) contrôlée par un robinet (24) et par un régulateur de débit (25) et raccordée à un bec (26) d'injection et de dilution débouchant à l'intérieur de la colonne de captation (18) en amont du capteur (21).

05 4 - Appareil selon la revendication 1, caractérisé en ce que la colonne de captation (18) s'ouvre à sa partie basse par un convergent-collecteur (20) dont la grande base ouverte est dirigée vers l'ouverture des moyens d'injection (13).

10 5 - Appareil selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il comprend, en plus, des moyens (27, 28) de mesures différentielles disposés en amont et en aval de la capacité.

15 6 - Appareil selon la revendication 5, caractérisé en ce que les moyens de mesures différentielles comprennent des capteurs (27, 28) reliés à des moyens comparateurs (29) et plongeant dans des chambres de mesure (31, 32) alimentées, respectivement, par la canalisation d'admission et par la canalisation (4) de sortie par trop-plein.

20 7 - Appareil selon la revendication 6, caractérisé en ce que la chambre de mesure (31), alimentée par la canalisation d'admission (3), est disposée en aval du régulateur de débit (5) et comporte des moyens (33) de régulation de la température de la phase liquide.

25 8 - Application de l'appareil selon l'une des revendications 1 à 7 à la détection et/ou la mesure de traces de produits organiques volatils dans un effluent aqueux.

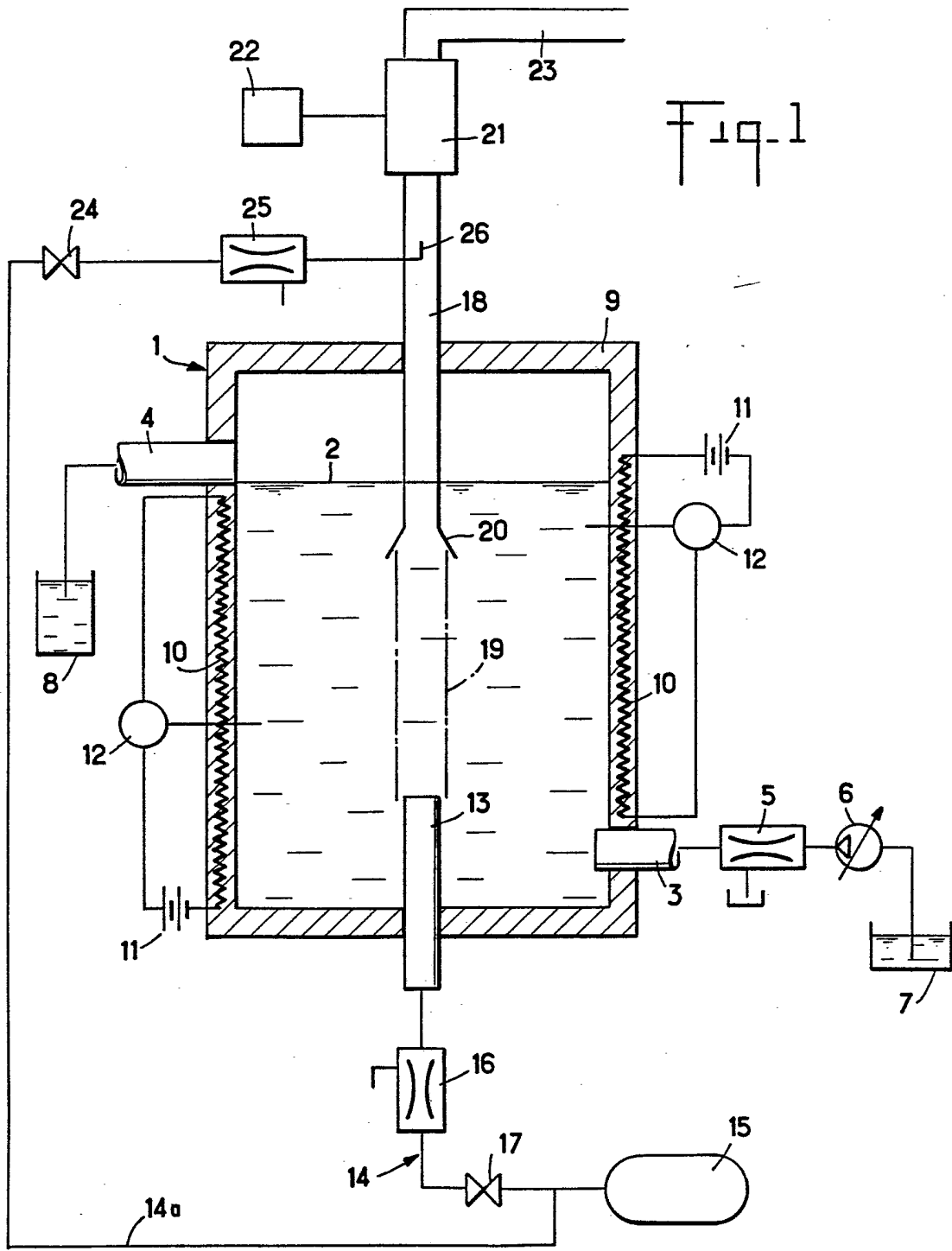
30 9 - Application de l'appareil, selon l'une des revendications 1 à 7, à la détection et/ou la mesure de traces d'eau dans une phase liquide organique.

35

35

1/2

Fig. 1



2/2

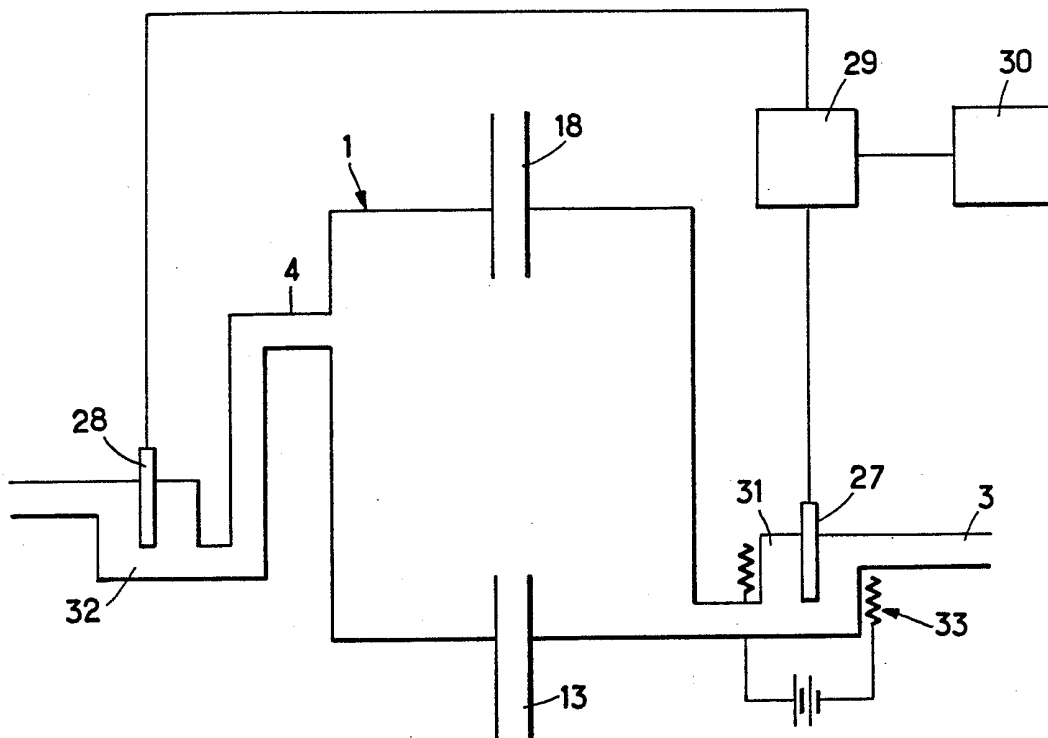


Fig. 2