Office de la Propriété Intellectuelle du Canada
Un organisme d'Industrie Canada

Canadian Intellectual Property Office
An agency of Industry Canada

CA 2489006 A1 2003/12/24

(21) 2 489 006

(12) DEMANDE DE BREVET CANADIEN
CANADIAN PATENT APPLICATION

(13) A1

(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2003/06/11
(87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2003/12/24
(85) Entrée phase nationale/National Entry: 2004/12/08
(86) N° demande PCT/PCT Application No.: FR 2003/001757
(87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2003/106950
(30) Priorité/Priority: 2002/06/12 (0208069) FR

(51) Cl.Int.$^{7}$/Int.Cl.$^{7}$ G01K 17/20, G01F 23/24, G01K 17/00

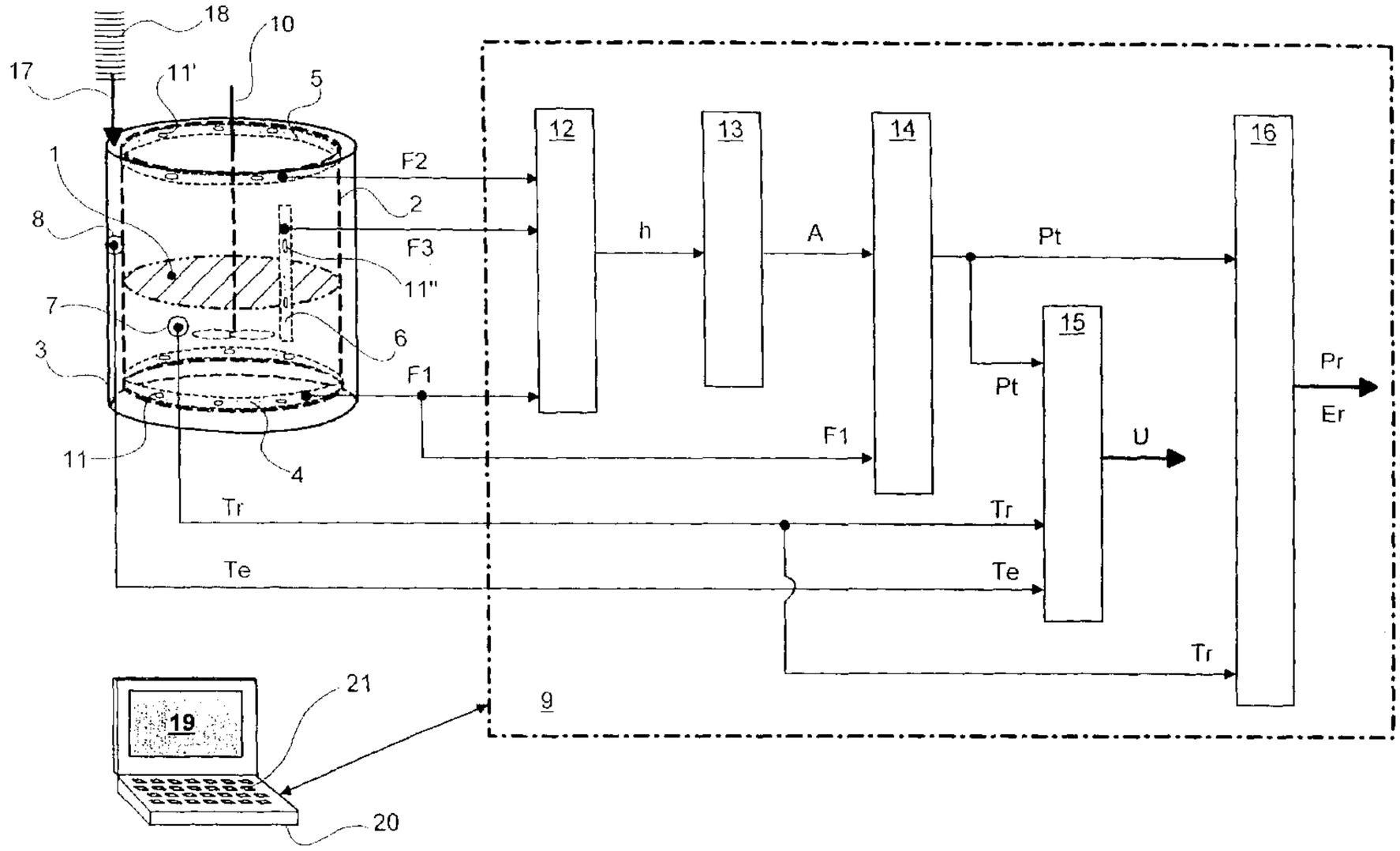
(71) Demandeurs/Applicants:
ESPRIMONT, ERIC ALAIN, FR;
ESPOSITO, THOMAS ANTONIO, FR

(72) Inventeurs/Inventors:
ESPRIMONT, ERIC ALAIN, FR;
ESPOSITO, THOMAS ANTONIO, FR

(74) Agent: OGILVY RENAULT

(54) Titre : METHODE METTANT EN OEUVRE DES CAPTEURS DE FLUX POUR EVALUER LA PUISSANCE D'UNE REACTION THERMIQUE A L'INTERIEUR D'UNE ENCEINTE, ET DISPOSITIF POUR LA MISE EN OEUVRE D'UNE TELLE METHODE

(54) Title: METHOD USING FLUX SENSORS TO DETERMINE THE OUTPUT OF A THERMAL REACTION WITHIN A HOUSING AND DEVICE FOR CARRYING OUT SUCH A METHOD




(57) Abrégé/Abstract:
La méthode de l'invention consiste à utiliser des capteurs de flux (4, 5, 6) de chaleur pour déterminer la surface d'échange A entre un réactif (1) et une enceinte (2) le contenant, en vue de déterminer les caractéristiques de l'enceinte (2) et de la réaction thermique étudiée. Ces capteurs de flux (4, 5, 6) sont disposés sur l'enceinte (2) en des zones de contact et de non-contact de cette dernière (2) avec le réactif (1), de manière à déterminer en continu et en temps réel la surface précise d'échange A entre l'enceinte (2) et le réactif (1), par proportion des mesures effectuées par chacun de ces capteurs de flux (4, 5, 6), et de manière à déterminer le coefficient d'échange thermique U entre l'enceinte (2) et le réactif (1), à partir de la surface d'échange A et de mesure de température Tr et Te respectivement du réactif (1) et de la paroi de l'enceinte (2), notamment thermostaté dans le cas d'application à un calorimètre.

CA 02489006 2004-12-08

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle
Bureau international

(43) Date de la publication internationale
24 décembre 2003 (24.12.2003)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 03/106950 A1

(51) Classification internationale des brevets[7] :
G01K 17/20, 17/00, G01F 23/24

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR03/01757

(22) Date de dépôt international : 11 juin 2003 (11.06.2003)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
0208069 12 juin 2002 (12.06.2002) FR

(71) Déposants et
(72) Inventeurs : **ESPRIMONT, Eric, Alain** [FR/FR]; 7bis, rue Carnot Prolongée, F-91430 Igny (FR). **ESPOSITO, Thomas, Antonio** [FR/FR]; 16 rue de l'Ecole polytechnique, 75005 PARIS (FR).

(74) Mandataire : **VERDIER, Louis**; Cabinet @ Argos Innovation & Associés, 5bis, avenue Gilles, F-94340 Joinville le Pont (FR).

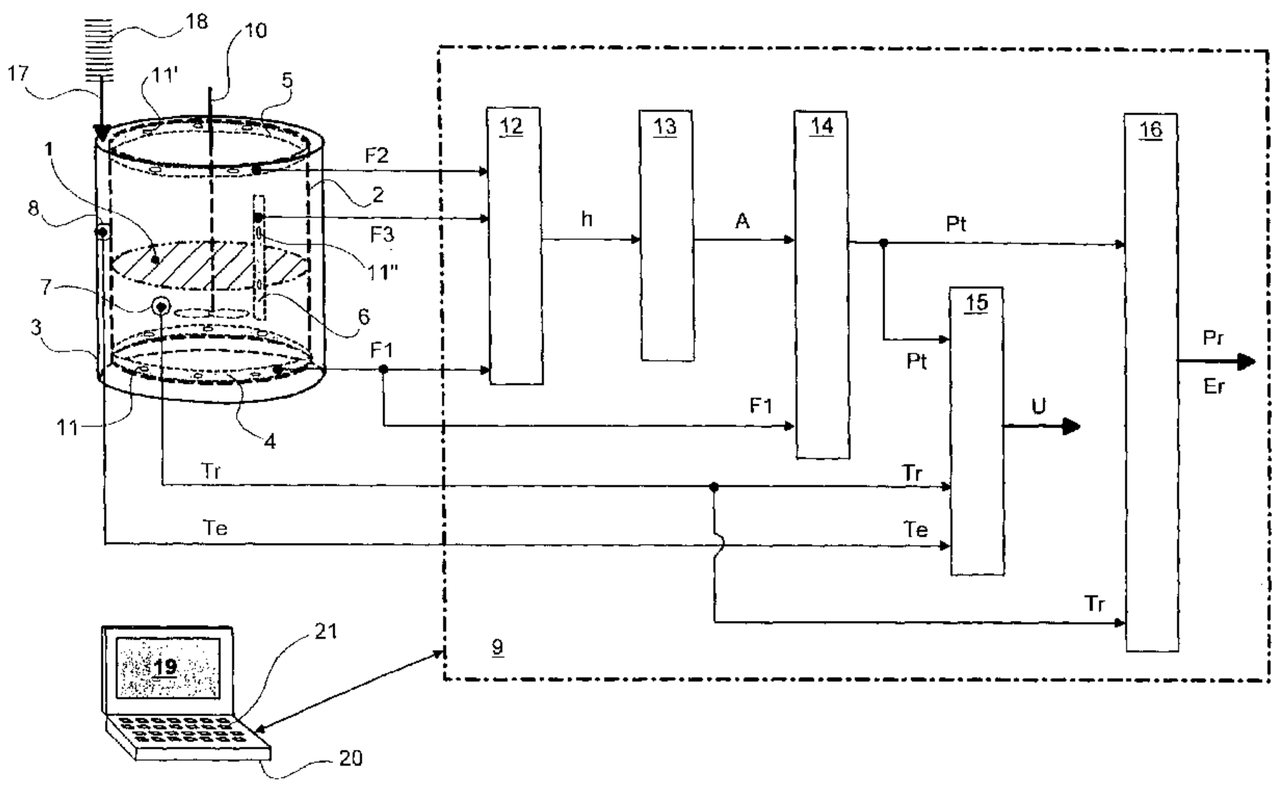
(81) États désignés *(national)* : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés *(régional)* : brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

*[Suite sur la page suivante]*

(54) **Title:** METHOD USING FLUX SENSORS TO DETERMINE THE OUTPUT OF A THERMAL REACTION WITHIN A HOUSING AND DEVICE FOR CARRYING OUT SUCH A METHOD

(54) **Titre :** METHODE METTANT EN OEUVRE DES CAPTEURS DE FLUX POUR EVALUER LA PUISSANCE D'UNE REACTION THERMIQUE À L'INTERIEUR D'UNE ENCEINTE, ET DISPOSITIF POUR LA MISE EN OEUVRE D'UNE TELLE METHODE




(57) **Abstract:** The method comprises using thermal flux sensors (4, 5, 6) to determine the exchange surface <u>A</u> between a reagent (1) and housing (2) containing the above, with the aim of determining the characteristics of the housing (2) and the thermal reaction studied. Said flux sensors (4, 5, 6) are arranged on the housing (2) in contact and non-contact zones for the above (2) with the reagent (1), such as to continuously determine in real time the precise surface of exchange between the housing (2) and the reagent (1) as a proportion of the measurements taken by each flux sensor (4, 5, 6) and in such a manner as to determine the thermal exchange coefficient <u>U</u> between the housing (2) and the reagent (1) from the exchange surface <U>A</U> and a measurement of the temperature <u>Tr</u> and <u>Te</u> of the reagent (1) and the wall of the housing (2) respectively, particularly when thermostatted, as in the case of the application to a calorimeter.

*[Suite sur la page suivante]*

WO 03/106950 A1

WO 03/106950 A1

**Publiée :**
— *avec rapport de recherche internationale*

*En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.*

**(57) Abrégé :** La méthode de l'invention consiste à utiliser des capteurs de flux (4, 5, 6) de chaleur pour déterminer la surface d'échange A entre un réactif (1) et une enceinte (2) le contenant, en vue de déterminer les caractéristiques de l'enceinte (2) et de la réaction thermique étudiée. Ces capteurs de flux (4, 5, 6) sont disposés sur l'enceinte (2) en des zones de contact et de non-contact de cette dernière (2) avec le réactif (1), de manière à déterminer en continu et en temps réel la surface précise d'échange A entre l'enceinte (2) et le réactif (1), par proportion des mesures effectuées par chacun de ces capteurs de flux (4, 5, 6), et de manière à déterminer le coefficient d'échange thermique U entre l'enceinte (2) et le réactif (1), à partir de la surface d'échange A et de mesure de température Tr et Te respectivement du réactif (1) et de la paroi de l'enceinte (2), notamment thermostaté dans le cas d'application à un calorimètre.

**Méthode mettant en œuvre des capteurs de flux de chaleur pour évaluer la puissance d'une réaction thermique à l'intérieur d'une enceinte et dispositif pour la mise en œuvre d'une telle méthode.**

L'invention est du domaine de la métrologie et plus particulièrement du domaine de la mesure des quantités de chaleur. Elle a pour objet une méthode pour évaluer la puissance d'une réaction thermique à l'intérieur d'une enceinte, telle que celle d'un réacteur d'un calorimètre. Elle a aussi pour objet un dispositif pour la mise en œuvre d'une telle méthode.

On rappelle qu'il est courant d'évaluer et d'analyser des réactions thermiques produites à l'intérieur d'une enceinte. Ces réactions thermiques sont par exemple produites par des réactions chimiques d'un réactif, ou par la chaleur dégagée par des réactions biologiques, telles que celles résultant de l'activité de microorganismes, ou encore par des réactions physiques, telles que celles résultant de la cristallisation ou de la transition de forme de substances polymorphiques, ou enfin par des productions volontaires d'énergie, telles que des réactions nucléaires.

Plus particulièrement dans le cadre d'un calorimètre, l'enceinte est placée dans un milieu thermiquement contrôlé, pour maintenir à température désirée un réactif contenu à l'intérieur de l'enceinte. Ce réactif est maintenu en agitation, par l'intermédiaire d'un organe agitateur ou par mise en mouvement de l'enceinte elle-même. Les moyens de maintien à température désirée sont par exemple obtenus au moyen d'une enveloppe entourant l'enceinte pour la circulation d'un fluide caloporteur thermostaté.

L'évolution et l'analyse de la réaction thermique à l'intérieur de l'enceinte, vise plus particulièrement à déterminer sa puissance et le coefficient d'échange thermique entre la paroi de l'enceinte et le réactif.

Une première technique connue consiste à mesurer les températures interne et externe de l'enceinte au moyen de thermomètres. La puissance de la réaction thermique prend en compte la différence entre les deux températures mesurées, la surface d'échange et le coefficient d'échange thermique entre le réactif et la paroi de l'enceinte. Selon cette technique, la surface d'échange est évaluée au jugé et le coefficient d'échange thermique est déterminé préalablement par calibration en plongeant dans le réactif une résistance électrique chauffante. On pourra par exemple se reporter au brevet US5174655 (WILFRIED LITZ & all).

Un premier inconvénient de cette technique réside dans une prise en compte arbitraire de la surface d'échange que l'on estime au jugé selon le niveau du réactif à l'état de repos à l'intérieur de l'enceinte. Il en résulte une approximation préjudiciable pour la fiabilité et l'exactitude du résultat obtenu quant à la détermination de la puissance de la réaction thermique.

Un deuxième inconvénient réside dans l'utilisation inadéquate d'un moyen de chauffage du réactif préalablement à son agitation avec, soit des conséquences indésirables sur les caractéristiques physico-chimiques du réactif avant la réaction étudiée, soit l'étape préalable de détermination du coefficient par une opération spécifique de calibration.

Une deuxième technique connue consiste à utiliser une résistance chauffante placée dans le fluide caloporteur circulant entre l'enceinte et son enveloppe. Lorsque la réaction étudiée est exothermique, la résistance chauffante produit moins de chaleur pour maintenir constante la température du réactif. La puissance de la réaction est alors évaluée à partir de la diminution de puissance correspondante de la résistance chauffante. On pourra par exemple se reporter au brevet US4130016 (LYNN C. WALKER).

Un premier inconvénient majeur de cette technique est qu'elle est inapplicable aux réactions endothermiques.

Un deuxième inconvénient réside dans l'inertie thermique de l'enceinte à l'encontre d'une analyse possible de variations thermiques rapides et/ou d'amplitudes importantes.

Une troisième technique consiste à effectuer un bilan thermique dans la zone de circulation du fluide caloporteur. Pour cela, il est par exemple utilisé un condenseur dans lequel le fluide caloporteur se condense après chauffage. La mesure de la quantité de fluide condensé permet de déterminer la puissance de la réaction thermique. On pourra par exemple se reporter au brevet EP0275042 (WESTINGHOUSE ELECTRIC CORPORATION).

Un inconvénient de cette technique réside dans l'imprécision de l'analyse de la réaction thermique à l'intérieur de l'enceinte, évaluée par l'intermédiaire du fluide caloporteur, ce qui implique des

approximations de mesure liées notamment aux pertes thermiques cumulées entre l'enceinte et les moyens utilisés pour effectuer le bilan thermique.

Par ailleurs et là encore, il en résulte une approximation préjudiciable pour la fiabilité et l'exactitude du résultat obtenu quant à la détermination de la puissance de la réaction thermique.

Le but global de la présente invention est de proposer une méthode pour évaluer en continu, en temps réel, de manière fiable et précise, la puissance d'une réaction thermique à l'intérieur d'une enceinte et le coefficient d'échange thermique entre le réactif et cette enceinte. Elle a aussi pour but de proposer un dispositif pour mettre en œuvre cette méthode.

De manière générale, la démarche inventive de la présente invention a consisté à proposer une méthode et son dispositif de mise en œuvre pour déterminer de manière précise et fiable, en temps réel et en continu, la surface d'échange entre le réactif et l'enceinte, pour finalement permettre d'analyser dans les mêmes conditions les caractéristiques de l'enceinte et de la réaction thermique étudiée.

Cette démarche a plus particulièrement consisté à rompre les habitudes prises dans le domaine, et à utiliser des capteurs de flux de chaleur pour déterminer de manière précise, fiable, en continu et en temps réel, la surface d'échange entre le réactif et l'enceinte.

Il résulte de cette démarche qu'à partir de l'utilisation de moyens simples, constitués de capteurs de flux de chaleur, il est rendu possible d'analyser une réaction thermique, tant endothermique qu'exothermique, et des réactions au cours desquelles les propriétés physico-chimiques des réactifs sont susceptibles d'évoluer rapidement et/ou avec des amplitudes importantes.

En outre, il est rendu possible d'analyser, en continu et en temps réel, une réaction thermique à l'intérieur d'une enceinte avec des variations provoquées volontaires de la température du réactif, pour en étudier l'évolution.

Grâce à une telle exploitation inhabituelle des capteurs de flux de chaleur, tels que des thermopiles délivrant des informations logiques de tension, il est rendu possible d'obtenir des mesures fiables de flux de chaleur à travers la paroi de l'enceinte, permettant de calculer avec des moyens de calcul numériques automatisés de manière précise, en continu et en temps réel, en premier lieu le niveau du réactif à l'intérieur d'une enceinte, en deuxième lieu la surface d'échange entre le réactif et la paroi de l'enceinte, puis la puissance thermique transmise par l'enceinte et le coefficient d'échange thermique entre le réactif et la paroi de l'enceinte, et enfin la puissance et l'énergie de la réaction thermique.

On notera encore un résultat avantageux de l'invention qui réside dans l'absence d'étalonnage préalable, tel que selon l'art antérieur, des moyens mis en œuvre pour la méthode de l'invention, à savoir les capteurs de mesure de flux de chaleur.

Au-delà de la calorimétrie, il est apparu un besoin qui réside dans la connaissance précise et fiable, en temps réel et en continu, du niveau d'un liquide contenu dans une enceinte, assimilable à un réactif du genre susvisé quant à son évolution thermique.

Un autre résultat atteint par la présente invention est de proposer une méthode et son dispositif de mise en œuvre permettant de mesurer, entre deux instants donnés $t_0$ et $t_1$, la variation de distance, suite à une réaction thermique, prise entre deux points quelconques d'un réactif contenu dans une enceinte, à l'instant $t_0$ et $t_1$.

Des applications particulières de la mise en œuvre de la méthode de l'invention consiste notamment à mesurer la variation spontanée du niveau réel h d'un réactif contenu dans une enceinte, notamment un seuil de sécurité, suite à des variations naturelles ou provoquées de l'environnement extérieur de cette enceinte, telle que cuve de stockage d'un produit sensible, ou encore la dilatométrie d'un matériau.

Selon la présente invention, il est proposé une méthode de détermination d'une surface d'échange A entre un réactif et la paroi d'une enceinte le contenant, en vue notamment de déterminer la puissance $P_r$

d'une réaction thermique à l'intérieur de l'enceinte et le coefficient d'échange thermique U entre le réactif et la paroi de l'enceinte.

Selon un premier aspect de l'invention, la méthode proposée consiste à mesurer un premier flux de chaleur $F_1$ par unité de surface pris dans une zone de la paroi en contact certain avec le réactif, à mesurer un deuxième flux de chaleur $F_2$ par unité de surface pris dans une zone de la paroi en absence certaine de contact avec le réactif, à mesurer un troisième flux de chaleur $F_3$ par unité de surface pris dans une zone de la paroi comprenant en chevauchement continu à la fois une zone quelconque de la paroi en contact certain avec le réactif voisine d'une zone quelconque de la paroi en absence de contact certain avec le réactif, puis à calculer, par proportion entre les mesures effectuées des premier, deuxième et troisième flux de chaleur, le niveau réel h du réactif à l'intérieur de l'enceinte.

Ces dispositions sont telles qu'à partir du niveau réel h du réactif calculé et, relativement à une quelconque géométrie donnée de l 'enceinte, la surface réelle d'échange A entre le réactif et la paroi de l'enceinte le contenant, peut être déterminer, en continu et en temps réel.

Selon un autre aspect de la méthode proposée par l'invention, la puissance $P_t$ transmise par l'enceinte peut être déterminée en mesurant le premier flux $F_1$ de chaleur par unité de surface et en déterminant ladite surface d'échange A entre le réactif et la paroi de l'enceinte, préférentiellement selon la méthode susvisée dans un premier aspect de l'invention.

Ces dispositions sont telles que la puissance transmise $P_t$ par l'enceinte peut être calculée en continu et en temps réel, avec une précision et une fiabilité préférentiellement obtenues à partir de celles de la surface d'échange A, à partir de la mesure du premier flux $F_1$ de chaleur par unité de surface ramenée à la totalité de la surface d'échange A entre le réactif et la paroi de l'enceinte.

A partir des données fiables recueillies par la méthode de l'invention, il est ensuite proposé dans une étape secondaire de déterminer le coefficient d'échange thermique U entre le réactif et la paroi de

l'enceinte en mesurant la température $T_r$ du réactif et la température $T_e$ de la paroi de l'enceinte, en déterminant la surface réelle d'échange A entre le réactif et la paroi de l'enceinte, et en calculant la puissance $P_t$ transmise par l'enceinte.

Ces dispositions sont telles que le coefficient d'échange thermique U entre le réactif et la paroi de l'enceinte peut être calculé en continu et en temps réel, avec une précision et une fiabilité obtenues à partir de celles de la surface d'échange A., préférentiellement déterminée par la méthode générale de l'invention.

On comprendra que le coefficient d'échange thermique U entre le réactif et la paroi de l'enceinte est alors calculé à la manière connue de l'homme de l'art, à partir de la puissance transmise $P_t$ par l'enceinte, de la surface d'échange thermique A entre le réactif et la paroi de l'enceinte et de la différence de température entre la température du réactif et la température de la paroi de l'enceinte.

On notera cependant un résultat avantageux propre à la mise en œuvre de la méthode de l'invention, qui réside dans la détermination directe du coefficient d'échange thermique entre le réactif et la paroi de l'enceinte, sans étape préalable susceptible de perturber le réactif.

Il résulte encore des dispositions de l'invention une observation en continu et en temps réel des modifications des propriétés physico-chimiques du réactif comme, par exemple, une augmentation de sa viscosité pendant la réaction thermique étudiée.

Il résulte enfin de ces dispositions la possibilité de simuler avec une très grande précision des réactions thermiques dans des réacteurs de plus grande taille.

A partir des données fiables recueillies par la méthode de l'invention, la puissance de la réaction $P_r$, est déterminée en mesurant l'évolution de la température du réactif au cours du temps de réaction, en déterminant la puissance transmise $P_t$ par l'enceinte et en évaluant les pertes thermiques de l'enceinte. Ces pertes thermiques, communément appelées « pertes de ciel de l'enceinte », sont des éléments connus de l'homme de l'art.

Ces dispositions sont telles que la puissance de la réaction $P_r$ puisse être calculée, en continu et en temps réel, avec une précision et une fiabilité obtenues à partir de celles de la surface d'échange A., préférentiellement déterminée par la méthode générale de l'invention.

On comprendra que la puissance $P_r$ de la réaction peut être calculée à la manière connue de l'homme de l'art, à partir de la masse et des caractéristiques physico-chimiques du réactif, de l'évolution de la température $T_r$ du réactif au cours du temps, de la puissance transmise $P_t$ par l'enceinte et des pertes thermiques de l'enceinte.

On comprendra aussi que l'on obtient l'énergie de la réaction, à la manière connue de l'homme de l'art, par intégration au cours du temps de la puissance de la réaction mesurée en continu tout au long de la réaction thermique.

Selon encore la présente invention au regard d'un dispositif pour la mise en œuvre de la méthode proposée dans sa généralité, celui-ci comprend :

- une enceinte prévue pour recevoir le réactif,
- un premier capteur de flux de chaleur pour mesurer le premier flux de chaleur $F_1$ par unité de surface, ce capteur étant disposé sur la paroi extérieure de l'enceinte en une zone opposée à sa face interne, en contact certain avec le réactif,
- un deuxième capteur de flux de chaleur pour mesurer le deuxième flux de chaleur $F_2$ par unité de surface, ce capteur étant disposé sur la paroi extérieure de l'enceinte en une zone opposée à sa face interne, en absence certaine de contact avec le réactif,
- un troisième capteur de flux de chaleur pour mesurer le troisième flux de chaleur $F_3$ par unité de surface, ce capteur étant disposé sur la paroi extérieure de l'enceinte en une zone opposée à sa face interne à la fois en présence et en absence de contact avec le réactif .

Un tel dispositif comprend en outre et avantageusement des premiers moyens électroniques de calcul du niveau h du réactif à partir d'informations logiques de tension fournies par les premier,

deuxième et troisième capteurs de flux, et des deuxièmes moyens électroniques de calcul de la surface réelle d'échange A entre le réactif et la paroi de l'enceinte, à partir d'informations logiques fournies par les premiers moyens électroniques et à partir des premiers moyens de mémoire des caractéristiques géométriques de l'enceinte préalablement saisies.

Selon une organisation particulière du dispositif de l'invention en calorimétrie, celui-ci comprend en outre une enveloppe entourant l'enceinte pour la circulation d'un fluide autour de cette dernière, ce fluide étant thermostaté par des moyens de production de chaleur, pour un maintien de l'enceinte à une température souhaitée.

Toujours selon cette organisation, le dispositif de l'invention comprend préférentiellement un premier capteur de température placé à l'intérieur de l'enceinte pour mesurer la température $T_r$ du réactif, et un deuxième capteur de température placé à l'intérieur de l'enveloppe pour mesurer la température $T_e$ de la paroi de l'enceinte, notamment obtenue à partir de la mesure de la température du fluide caloporteur à l'intérieur de l'enveloppe, à la manière connue de l'homme de l'art.

Selon une forme de réalisation préférée, le dispositif de l'invention comprend en outre des troisièmes moyens électroniques de calcul de la puissance $P_t$ transmise par l'enceinte et des quatrièmes moyens électroniques de calcul du coefficient d'échange thermique A entre le réactif et la paroi de l'enceinte, à partir des informations logiques en provenance des deuxièmes moyens électroniques de calcul, et à partir des informations logiques en provenance des premier et deuxième capteurs de température.

De préférence encore, le dispositif de l'invention comprend des cinquièmes moyens électroniques de calcul de la puissance $P_r$ de la réaction thermique à partir des informations logiques en provenance des troisièmes moyens électroniques de calcul et du premier capteur de température.

On notera aussi que les premiers, deuxièmes et troisièmes capteurs de flux de chaleur constituent avantageusement des moyens généraux de détermination en continu du niveau h d'un réactif à l'intérieur de l'enceinte, en association avec les premiers moyens de calcul.

On notera encore que les premiers, deuxièmes, troisièmes, quatrièmes et cinquièmes moyens de calcul électroniques sont avantageusement regroupés dans des moyens généraux de mémoires et de calculs électroniques.

On notera enfin que le dispositif de l'invention comprend notamment un calculateur comprenant des moyens généraux de mémoires et de calculs électroniques, des moyens d'affichage des différentes informations logiques mesurées et calculées, tels qu'écran, imprimante, ou analogues, et des moyens de saisie d'informations et de commande des moyens généraux de calcul, tels qu'un clavier ou analogues.

La présente invention sera mieux comprise et des détails en relevant apparaîtront, à la description qui va en être faite d'une forme préférée de réalisation, en relation avec la figure unique de la planche annexée, qui illustre schématiquement un exemple de réalisation d'un dispositif mettant en œuvre une méthode globale de l'invention.

Sur la figure, un dispositif proposé par l'invention comprend dans sa globalité :

- un calorimètre, comprenant une enceinte 2, une enveloppe 3 disposée autour de cette enceinte 2 pour la circulation d'un fluide 17, et des moyens de production de chaleur 18 du fluide 17 pour maintenir le réactif à température désirée,
- des capteurs 4,5,6 de flux de chaleur équipant l'enceinte 2,
- des moyens généraux 9 de mémoires et de calculs électroniques,

Les capteurs 4,5,6 de flux susvisés sont notamment composés :

- d'un premier capteur 4 annulaire, placé en contact et autour de la face extérieure de la paroi de l'enceinte 2, à la base de cette dernière,
- d'un deuxième capteur 5 annulaire, placé en contact et autour de la face extérieure de la paroi de l'enceinte 2, au sommet de cette dernière,
- d'un troisième capteur 6 en bande, placé en contact et le long d'une génératrice de la face extérieure de la paroi de l'enceinte 2, de manière à chevaucher en continu des zones de cette dernière en correspondance avec des

zones de la face interne de la paroi de l'enceinte 2 respectivement en contact et en absence de contact avec le réactif 1.

Par ailleurs, l'enceinte 2 est équipée d'un premier capteur de température 7 mesurant la température $T_r$ du réactif 1 et d'un deuxième capteur de température 8 mesurant la température $T_f$ du fluide contenu dans l'enveloppe 3, pour connaître la température $T_e$ de la paroi de l'enceinte.

Chacun de ces capteurs de flux de chaleur 4,5,6 et de température 7,8 est relié aux moyens électroniques généraux de calcul 9.

On relèvera que l'enceinte 2 est notamment équipée de moyens pour agiter le réactif 1, selon des dispositions connues habituelles dans le domaine, tel qu'un agitateur 10, et de moyens de fixation 11, 11', 11'' des capteurs de flux 4,5,6 sur sa paroi, mettant par exemple en œuvre en association des ergots et des moyens élastiques.

Ce dispositif permet avantageusement :

- dans une première étape, de déterminer par des premiers moyens électroniques de calcul 12, le niveau réel h du réactif, à partir des flux de chaleur F1, F2, F3 mesurés respectivement par les premier, deuxième et troisième capteurs de flux. On relèvera que cette détermination est notamment obtenue à partir de la formule suivante :

$$F_3 = h.F_1 + (1-h).\ F_2$$

- dans une deuxième étape, de déterminer par des deuxièmes moyens électroniques de calcul 13, la surface d'échange A entre le réactif 1 et la paroi de l'enceinte 2. Pour une enceinte cylindrique, telle que représentée par exemple sur la figure, on obtient notamment cette détermination à partir de la formule suivante :

$$A = a + (2.\pi.R\ (F_3 - c.\ F_2)\ /\ (F_1 - F_2))$$

a : Surface d'échange de la base circulaire de l'enceinte (en $m^2$)

R : Rayon du cylindre formant l'enceinte (en m)

c : Hauteur totale du capteur de flux vertical (en m)

- dans une troisième étape, de déterminer par des troisièmes moyens électroniques de calcul 14, la puissance transmise $P_t$ par l'enceinte 2 à partir de la

surface d'échange thermique A et du flux $F_1$. On relèvera que cette détermination est notamment obtenue à partir de la formule suivante :

$$P_t = A \, . \, F_1$$

- dans une quatrième étape, de déterminer par les quatrièmes moyens électroniques de calcul 15, le coefficient d'échange thermique U entre le réactif 1 et la paroi de l'enceinte 2 à partir de la puissance transmise par l'enceinte 2, de la température $T_r$ du réactif 1 et de la température $T_e$ du fluide caloporteur contenue dans l'enveloppe 3. On relèvera que cette détermination est notamment obtenue à partir de la formule suivante :

$$U = P_t / (A \, . \, (T_r - T_e))$$

- dans une cinquième étape, de déterminer par les cinquièmes moyens électroniques de calcul 16, la puissance $P_r$ de la réaction thermique étudiée à partir de la puissance transmise $P_t$ par l'enceinte 2, de l'évolution de la température $T_r$ du réactif 1 au cours du temps, de la masse m du réactif, de la capacité calorifique $C_p$ du réactif 1 et des pertes thermiques de l'enceinte 2. On relèvera que cette détermination est notamment obtenue à partir de la formule suivante :

$$P_r = P_t + m \, . \, C_p \, . \, (dT_r/dt) + \text{pertes}$$

On obtient alors l'énergie de la réaction $E_r$ par intégration au cours du temps de la puissance de la réaction $P_r$.

On notera que le dispositif illustré comprend en outre un calculateur 20 comprenant des moyens généraux 9 de mémoires et de calculs électroniques, des moyens de visualisation tels qu'un écran 19, une imprimante et des moyens de saisie d'informations et de commande 21.

On relèvera aussi que les moyens généraux 9 de mémoires et de calculs électroniques sont organisés sous la forme d'un logiciel.

# REVENDICATIONS

1.- Méthode de détermination d'une surface d'échange A entre un réactif (1) et la paroi d'une enceinte (2) le contenant, en vue notamment de déterminer la puissance $P_r$ d'une réaction thermique à l'intérieur de l'enceinte (2) et le coefficient d'échange thermique U entre le réactif (1) et la paroi de l'enceinte (2), caractérisée :

en ce qu'elle consiste :

- à mesurer un premier flux de chaleur $F_1$ par unité de surface pris dans une zone de la paroi en contact certain avec le réactif (1),
- à mesurer un deuxième flux de chaleur $F_2$ par unité de surface pris dans une zone de la paroi en absence certaine de contact avec le réactif (1),
- à mesurer un troisième flux de chaleur $F_3$ par unité de surface pris dans une zone de la paroi comprenant en chevauchement continu à la fois une zone quelconque de la paroi en contact certain avec le réactif (1) voisine d'une zone quelconque de la paroi en absence de contact certain avec le réactif (1),
- à calculer, par proportion entre les mesures effectuées des premier, deuxième et troisième flux de chaleur, le niveau réel h du réactif (1) à l'intérieur de l'enceinte (2),

de telle sorte qu'à partir du niveau réel h du réactif (1) calculé et, relativement à une quelconque géométrie donnée de l'enceinte (2), on puisse déterminer, en continu et en temps réel, la surface réelle d'échange A entre le réactif (1) et la paroi de l'enceinte (2) le contenant.

2.- Méthode selon la revendication 1 appliquée à la détermination de la puissance $P_t$ transmise par l'enceinte (2) caractérisée :

en ce qu'elle consiste :

- à mesurer le premier flux $F_1$ de chaleur par unité de surface,
- à déterminer ladite surface d'échange A entre le réactif (1) et la paroi de l'enceinte (2),

de telle sorte que la puissance transmise $P_t$ par l'enceinte (2) puisse être calculée, en continu et en temps réel, avec une précision et une fiabilité obtenues à partir de celles de la surface d'échange A.

3.- Méthode selon la revendication 2, appliquée à la détermination du coefficient d'échange thermique U entre le réactif (1) et la paroi de l'enceinte (2) caractérisée :

en ce qu'elle consiste :

- à mesurer la température $T_r$ du réactif (1) et la température $T_e$ de la paroi de l'enceinte (2),
- à déterminer la surface réelle d'échange A entre le réactif (1) et la paroi de l'enceinte (2),
- à calculer la puissance $P_t$ transmise par l'enceinte,

de telle sorte que le coefficient d'échange thermique A entre le réactif (1) et la paroi de l'enceinte (2) puisse être calculé en continu et en temps réel, avec une précision et une fiabilité obtenues à partir de celles de la surface d'échange A.

4.- Méthode selon la revendication 2, appliquée à la détermination de la puissance de la réaction $P_r$, caractérisée :

en ce qu'elle consiste à :

- à mesurer l'évolution de la température $T_r$ du réactif (1) au cours du temps de réaction,
- à déterminer la puissance transmise $P_t$ par l'enceinte (2),
- à évaluer les pertes thermiques de l'enceinte (2),

de telle sorte que la puissance de la réaction $P_r$ puisse être calculée, en continu et en temps réel, avec une précision et une fiabilité obtenues à partir de celles de la surface d'échange A.

5.- Méthode selon la revendication 1, appliquée à la mesure de la variation de niveau h d'un réactif (1) à l'intérieur d'une enceinte (2), jusqu'à un seuil de sécurité.

6.- Dispositif pour la mesure de la surface d'échange A entre un réactif (1) et la paroi d'une enceinte (2) le contenant, pour la mise en œuvre d'une méthode selon la revendication 1, caractérisé :

en ce qu'il comprend :

- une enceinte (2) prévue pour recevoir le réactif (1),
- un premier capteur (4) de flux de chaleur pour mesurer le premier flux de chaleur $F_1$ par unité de surface, ce capteur (4) de flux de chaleur étant disposé sur la paroi extérieure de l'enceinte (2) en une zone opposée à sa face interne, en contact certain avec le réactif (1),
- un deuxième capteur (5) de flux de chaleur pour mesurer le deuxième flux de chaleur $F_2$ par unité de surface, ce capteur (5) de flux de chaleur étant disposé sur la paroi extérieure de l'enceinte (2) en une zone opposée à sa face interne, en absence certaine de contact avec le réactif (1),
- un troisième capteur (6) de flux de chaleur pour mesurer le troisième flux de chaleur $F_3$ par unité de surface, ce capteur (6) de flux de chaleur étant disposé sur la paroi extérieure de l'enceinte (2) en une zone opposée à sa face interne à la fois en présence et en absence de contact avec le réactif (1).

7.- Dispositif selon la revendication 6 caractérisé :

en ce qu'il comprend des premiers moyens (12) électroniques de calcul du niveau h du réactif (1) à partir d'informations logiques de tension fournies par les premier, deuxième et troisième capteurs de flux (4,5,6), et des deuxièmes moyens électroniques (13) de calcul de la surface réelle d'échange A entre le réactif (1) et la paroi de l'enceinte (2).

8.- Dispositif selon la revendication 6 pour la mise en œuvre d'une méthode selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, appliquée à un calorimètre, caractérisé :

en ce qu'il comprend une enveloppe (3) entourant l'enceinte (2) pour la circulation d'un fluide (17) autour de cette dernière, ce fluide étant thermostaté par des moyens de production de chaleur (18), pour un maintien de l'enceinte (2) à une température souhaitée.

9.- Dispositif selon la revendication 8 pour la mise en œuvre d'une méthode selon l'une quelconque des revendications 3 et 4, caractérisé :

en ce qu'il comprend :

- un premier capteur de température (7) placé à l'intérieur de l'enceinte (2) pour mesurer la température $T_r$ du réactif,
- un deuxième capteur de température (8) placé à l'intérieur de l'enveloppe (3) pour mesurer la température $T_e$ de la paroi de l'enceinte (2) à partir de la température $T_f$ du fluide caloporteur thermostaté à l'intérieur de l'enveloppe (3).

10.- Dispositif selon la revendication 9 pour la mise œuvre d'une méthode selon l'une quelconque des revendications 2 et 3 caractérisé :

en ce qu'il comprend des troisièmes moyens (14) électroniques de calcul de la puissance $P_t$ transmise par l'enceinte (2) et des quatrièmes moyens électroniques (15) de calcul du coefficient d'échange thermique A entre le réactif (1) et la paroi de l'enceinte (2), à partir des informations logiques en provenance des deuxièmes moyens (13) électroniques de calcul, et à partir des informations logiques en provenance des premier (7) et deuxième (8) capteurs de température.

11.- Dispositif selon la revendication 9 pour la mise œuvre d'une méthode selon la revendication 4 caractérisé :

en ce qu'il comprend des cinquièmes moyens (16) électroniques de calcul de la puissance $P_r$ de la réaction thermique à partir

des informations logiques en provenance des troisièmes moyens (14) électroniques de calcul et du premier capteur (7) de température.

12.- Dispositif selon l'une quelconque des revendications 6 et 7 pour la mise œuvre d'une méthode selon la revendication 5 caractérisé :

en ce que les premiers (4), deuxièmes (5) et troisièmes (6) capteurs de flux de chaleur constituent des moyens généraux de détermination en continu du niveau h d'un réactif à l'intérieur de l'enceinte (2), en association avec les premiers moyens (12) de calcul.

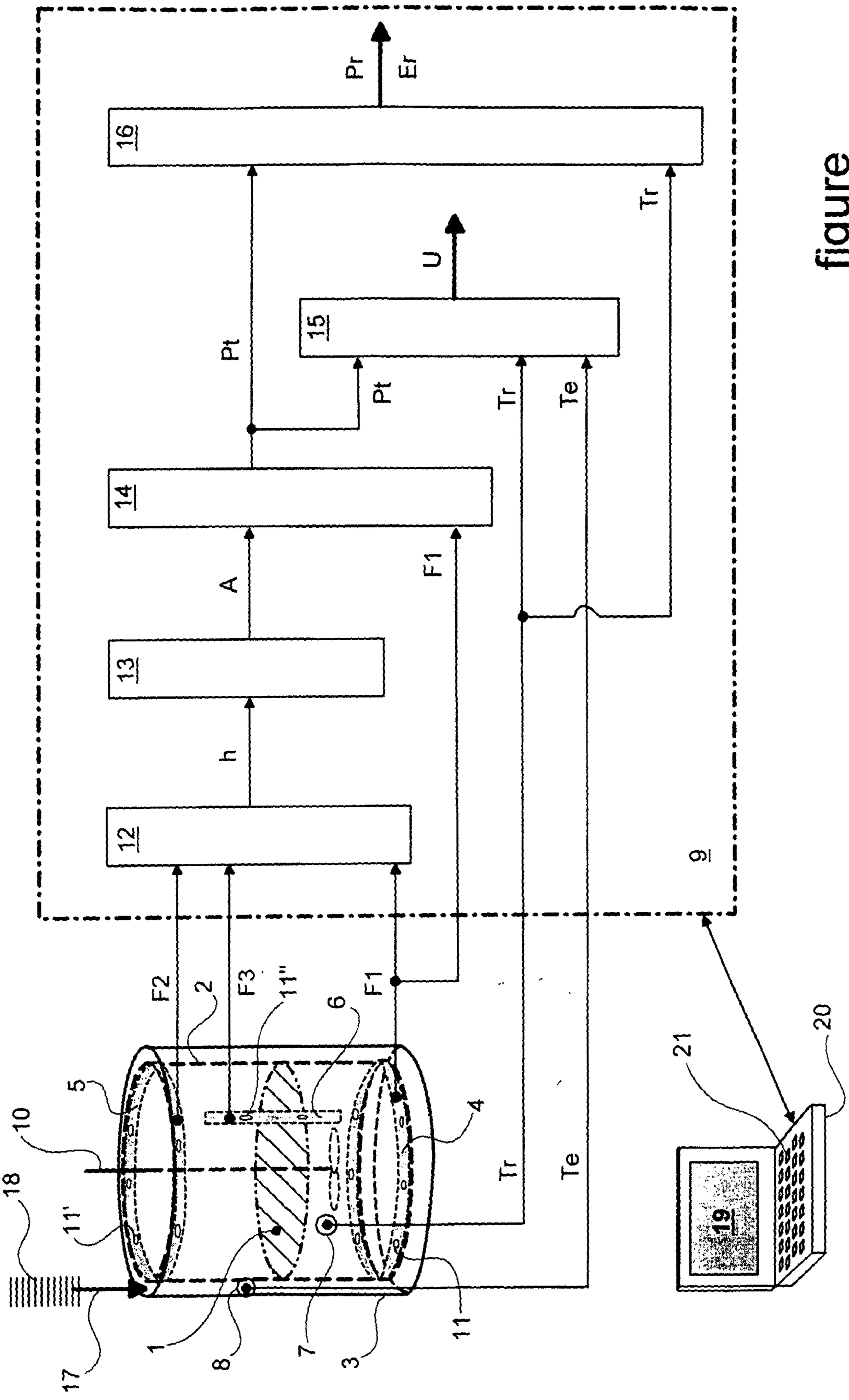
13.- Dispositif selon les revendications 7, 10 et 11 caractérisé :

en ce que les premiers (12), deuxièmes (13), troisièmes (14), quatrièmes (15) et cinquièmes (16) moyens de calcul électroniques sont regroupés dans des moyens généraux (9) de mémoires et calculs électroniques.

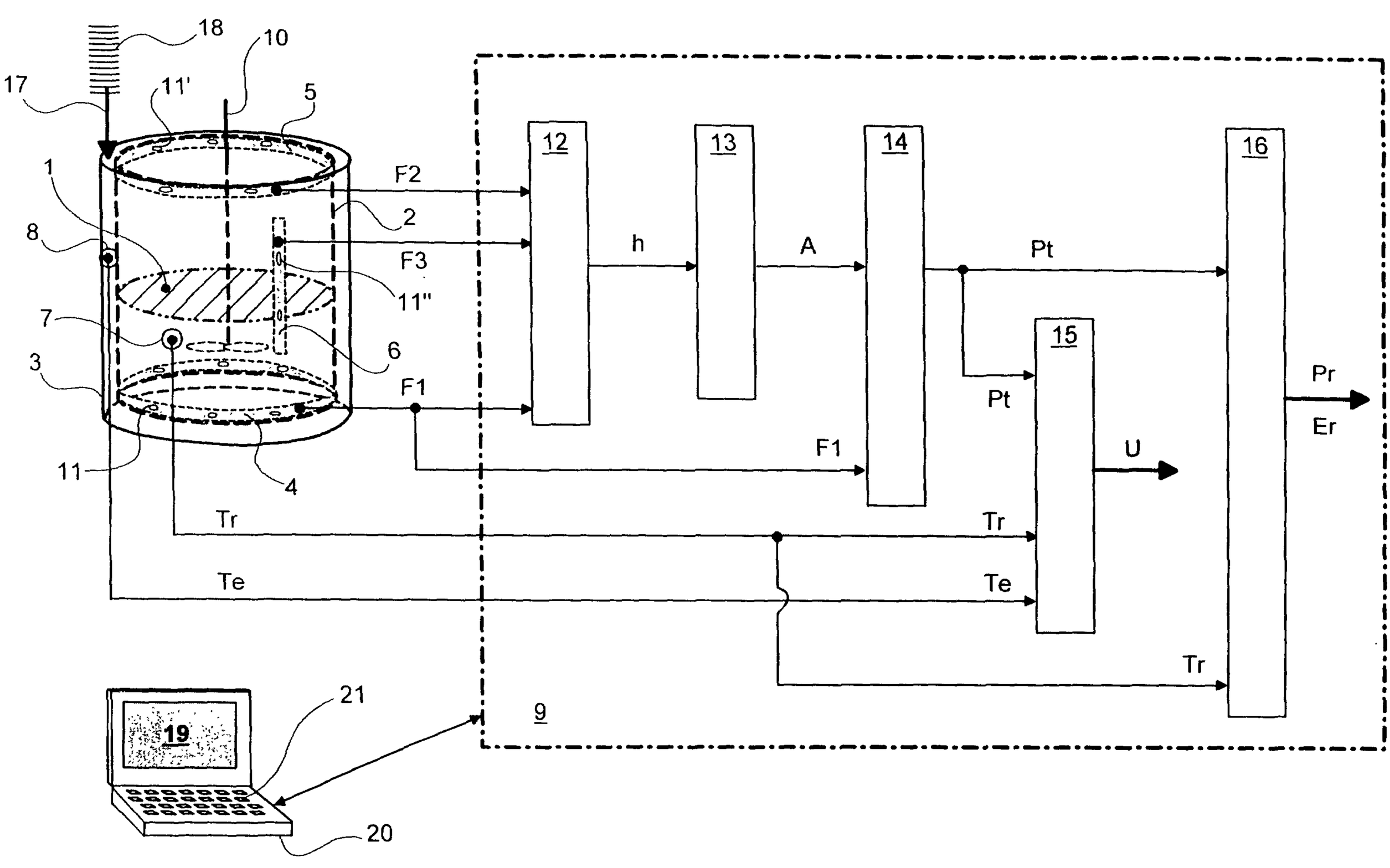
14.- Dispositif selon la revendication 13 caractérisé :

en ce qu'il comprend un calculateur comprenant :

- des moyens généraux (9) de mémoire et de calculs électroniques,
- des moyens de visualisation des différentes informations logiques mesurées et calculées,
- des moyens de saisie d'informations et de commande des moyens généraux (9) de mémoires et de calculs électroniques.


Pr
Er
16
Tr
U
15
Pt
Pt
Tr
Te
14
A
F1
13
h
12
9
F2
2
F3
11"
6
F1
5
4
10
18
11'
17
1
8
7
3
11
Tr
Te
20
21
19

figure


18
10
17
11'
5
1
2
8
F2
F3
11"
7
6
3
F1
11
4
12
13
14
16
h
A
Pt
Pt
15
Pr
Er
U
F1
Tr
Tr
Te
Te
Tr
9
19
21
20