



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

<b>(51) Classification internationale des brevets<sup>3</sup> :</b>  <b>G01N 31/08</b>	<b>A1</b>	<b>(11) Numéro de publication internationale: WO 84/ 04394</b>  <b>(43) Date de publication internationale:</b> 8 novembre 1984 (08.11.84)
<p><b>(21) Numéro de la demande internationale:</b> PCT/FR83/00084</p> <p><b>(22) Date de dépôt international:</b> 29 avril 1983 (29.04.83)</p> <p><b>(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US):</b> ELF FRANCE [FR/FR]; 137 rue de l'Université, F-75007 Paris (FR).</p> <p><b>(72) Inventeur; et</b>  <b>(75) Inventeur/Déposant (US seulement) :</b> RAIMOND, Michel [FR/FR]; 35 rue de la Belle Idée, Grandpuits, F-77720 Mormant (FR).</p> <p><b>(74) Mandataire:</b> HIRSCH, Marc-Roger; 34 rue de Bassano, F-75008 Paris (FR).</p> <p><b>(81) Etats désignés:</b> DE, GB, NL, US.</p> <p><b>Publiée</b>  <i>Avec rapport de recherche internationale.</i></p>		

**(54) Title:** METHOD AND APPARATUS FOR TAKING A SAMPLE FROM A GAS EFFLUENT AND APPLICATION TO CHROMATOGRAPHY

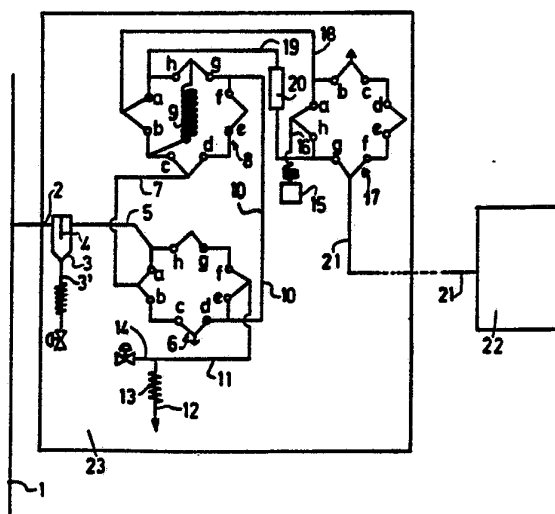
**(54) Titre:** PROCEDE ET APPAREILLAGE DE PRISE D'ECHANTILLON D'UN EFFLUENT GAZEUX ET LEUR APPLICATION A LA CHROMATOGRAPHIE

**(57) Abstract**

Method and apparatus for taking a sample for a chromatographic analysis unit, comprising in addition to the chromatographic analysis apparatus (22) and the set of rotary pneumatic valves (9, 17) which is normally associated thereto, a rotary pneumatic valve (6). To said valve are connected: - the supply conduit (5) for the gas stream to be analysed; - two conduits (7, 10) connecting said valve (6) to the first valve (9) of the afore-mentioned valve set; - an air vent conduit (11) which is associated to means (14) for the injection of drying gas and/or water steam, in counter-current to the flow direction of the vented stream. Application to chromatography in gas phase.

**(57) Abrégé**

Un procédé et un appareillage de prise d'échantillon pour installation d'analyse chromatographique, comportant outre l'appareil d'analyse chromatographique (22) proprement dit et le jeu de vanne pneumatiques rotatives (9, 17) qui lui est normalement associé, une vanne pneumatique rotative (6). A cette vanne, sont reliées: - la conduite (5) d'amenée du courant gazeux à analyser; - deux conduites (7, 10) reliant cette vanne (6) à la première vanne (9) du jeu de vanne précité; - une conduite de mise à l'air (11) qui est associée à des moyens (14) d'injection de vapeur d'eau et/ou de gaz de séchage, à contre-courant du sens d'écoulement du courant mis à l'air. Application à la chromatographie en phase gazeuse.



**UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION**

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

<b>AT</b>	Autriche	<b>KR</b>	République de Corée
<b>AU</b>	Australie	<b>LI</b>	Liechtenstein
<b>BE</b>	Belgique	<b>LK</b>	Sri Lanka
<b>BG</b>	Bulgarie	<b>LU</b>	Luxembourg
<b>BR</b>	Brésil	<b>MC</b>	Monaco
<b>CF</b>	République Centrafricaine	<b>MG</b>	Madagascar
<b>CG</b>	Congo	<b>MR</b>	Mauritanie
<b>CH</b>	Suisse	<b>MW</b>	Malawi
<b>CM</b>	Cameroun	<b>NL</b>	Pays-Bas
<b>DE</b>	Allemagne, République fédérale d'	<b>NO</b>	Norvège
<b>DK</b>	Danemark	<b>RO</b>	Roumanie
<b>FI</b>	Finlande	<b>SD</b>	Soudan
<b>FR</b>	France	<b>SE</b>	Suède
<b>GA</b>	Gabon	<b>SN</b>	Sénégal
<b>GB</b>	Royaume-Uni	<b>SU</b>	Union soviétique
<b>HU</b>	Hongrie	<b>TD</b>	Tchad
<b>JP</b>	Japon	<b>TG</b>	Togo
<b>KP</b>	République populaire démocratique de Corée	<b>US</b>	Etats-Unis d'Amérique

PROCEDE ET APPAREILLAGE DE PRISE D'ECHANTILLON D'UN EFFLUENT  
GAZEUX ET LEUR APPLICATION A LA CHROMATOGRAPHIE

La présente invention a pour objet un perfectionnement aux procédés  
5 d'analyse par chromatographie de gaz et notamment de gaz contenant des  
impuretés solides. Ce perfectionnement s'applique tout particulièrement à  
l'analyse chromatographique d'effluents gazeux tels fumées et notamment  
de fumées, émises par une unité de craquage catalytique, contenant des im-  
puretés solides et s'applique plus précisément à la prise d'échantillons  
10 desdits effluents gazeux en vue de les soumettre à une analyse par chroma-  
tographie.

La présente invention se rapporte également à un perfectionnement aux  
installations d'analyse par chromatographie permettant la mise en oeuvre  
du procédé précité et s'applique plus particulièrement à l'appareillage  
15 de prise d'échantillons de ces installations.

On sait que l'analyse par chromatographie des gaz et notamment de  
fumées nécessite un traitement d'épuration préalable des gaz ou fumées en  
vue d'en éliminer d'une part les particules solides entraînées et d'autre  
part certains constituants susceptibles de corroder ou éroder les con-  
20 duites et également toute trace d'humidité présente. Les procédé et ins-  
tallations connus nécessitent par conséquent une étape et un appareillage  
d'épuration supplémentaire, respectivement pour l'élimination des consti-  
tuants solides, par exemple, par dépoussiérage (à l'aide par exemple de  
filtres, filtres électrostatiques, cyclones), d'une part et d'autre part  
25 des constituants gazeux corrosifs, par exemple par lavage à l'aide d'une  
base (dans un laveur approprié), et également des traces d'humidité  
(eau sous forme vésiculaire ou vaporisée) par passage sur un lit de masse  
absorbante ou dans un piège à eau où une partie du SO<sub>2</sub> présent est retenu.

Les inconvénients de ces procédés et installations connus résultent:  
30 - de ce qu'ils nécessitent un appareillage d'épuration du courant gazeux

destiné à être analysé, ce qui implique des investissements supplémentaires en appareillage;

- de ce qu'ils nécessitent une surveillance constante des divers organes de cet appareillage et, notamment des organes de dépoussiérage.

5 En effet, un bouchage intempestif des organes de dépoussiérage ou de certains conduits (qui peut par exemple résulter d'un afflux accidentel de particules provenant d'un dérèglement de l'unité de craquage catalytique) peut rendre impossible l'analyse chromatographique alors que cela est justement dans le cas d'un tel dysfonctionnement qu'il  
10 est important d'effectuer ces analyses, et ceci notamment dans le cas d'un fonctionnement totalement automatisé de l'unité de craquage catalytique, pour intervenir sur le réglage de l'unité de craquage;

- de ce que l'épuration précitée, conduit à une modification de la composition des fumées, de sorte que l'analyse chromatographique est effectuée sur un courant gazeux qui n'est plus représentatif de la  
15 composition des fumées de départ et donc que les résultats de l'analyse chromatographique sont faussés.

Il est évident que l'erreur qui en résulte est préjudiciable au parfait réglage de l'unité de craquage et donc au bon fonctionnement d'une  
20 installation automatisée;

- de ce qu'ils conduisent d'une part à une érosion des tuyauteries de l'appareillage d'épuration et d'autre part du fait du trop long stationnement de certains constituants dans les tuyauteries, à une corrosion.

25 La présente invention a pour objet un procédé et une installation perfectionnés d'analyse de gaz par chromatographie qui permettent d'éliminer les inconvénients précités d'une part et d'autre part conduisent à une précision et à une fiabilité des résultats de l'analyse rendant possibles le contrôle d'une unité de craquage catalytique et la conduite  
30 automatisée du fonctionnement d'une telle unité.

Ces procédé et installation permettent:

- d'éviter l'étape et l'appareillage de purification préalable du courant d'effluent gazeux dont on veut effectuer l'analyse chromatographique;
- 35 - d'effectuer l'analyse sur un échantillon gazeux identique, aux constituants solides et à l'humidité près, au courant de fumées sur lequel le courant gazeux a été prélevé;
- d'obtenir une analyse réelle de la composition des fumées et donc

de rendre possibles le pilotage et la conduite automatique d'une unité de craquage catalytique;

- 5 - de permettre l'obtention d'un échantillon, épuré des constituants solides et des traces d'humidité, à proximité même de la conduite principale d'évacuation des fumées, sans nécessiter de refroidissement préalable du courant gazeux prélevé, et la transmission de l'échantillon ainsi épuré mais, de composition gazeuse identique à celle des fumées, l'unité d'analyse pouvant se trouver dans un autre bâtiment que celui où le prélèvement est effectué;
- 10 - de ne nécessiter qu'une modification extrêmement simple des installations d'analyse de chromatographie et notamment de l'appareillage d'injection par l'échantillon dans l'unité d'analyse par chromatographie proprement dite.

15 La présente invention a pour objet un procédé perfectionné d'analyse par chromatographie d'effluents gazeux contenant des impuretés solides et plus précisément un procédé de prise d'échantillons desdits effluents gazeux se trouvant à une première pression supérieure à la pression atmosphérique en vue de les soumettre à une analyse par chromatographie, ce procédé de prise d'échantillons comprenant les étapes suivantes:

- 20 - une première étape de balayage d'un circuit par un courant secondaire desdits effluents gazeux et renvoi dans l'atmosphère dudit courant secondaire;
- une deuxième étape de mise à l'air d'une deuxième partie dudit circuit comprenant un conduit capillaire pour que la pression qui règne  
25 dans cette partie de circuit tombe à la pression atmosphérique, le balayage se poursuivant dans ladite première partie dudit circuit;
- une troisième étape de balayage du conduit capillaire compris dans la deuxième partie dudit circuit par un gaz vecteur provenant d'un circuit auxiliaire et circulant selon une direction contraire à celle  
30 du déplacement du courant secondaire de la première étape, le balayage se poursuivant dans ladite première partie dudit circuit;
- une quatrième étape d'injection d'un courant de vapeur d'eau puis d'un courant d'un gaz de séchage, tous deux à une deuxième pression supérieure à la première pression précitée, dans le circuit même  
35 de la première étape, selon une direction contraire à celle du déplacement du courant secondaire de la première étape, et de circulation du gaz vecteur à contre-courant de son sens précédent de circulation dans ledit circuit auxiliaire.

Selon un mode de réalisation de l'invention, les différents circuits sont produits à l'aide de vannes pneumatiques bimatiques.

Selon un autre mode de réalisation de l'invention, le courant de vapeur d'eau injecté dans le circuit de la première étape, à sa sortie  
5 du premier circuit est envoyé dans un séparateur où sont séparés les particules solides puis est envoyé dans le courant de fumées principal sur lequel le prélèvement a été effectué.

Selon un autre mode encore de réalisation de l'invention, les trois premières étapes ont une durée de l'ordre de 1 à 3% du temps des  
10 quatre étapes.

De préférence, le procédé est mis en oeuvre dans une chambre thermo-régulée à une température de l'ordre de 150°C environ.

La présente invention a également pour objet une installation perfectionnée pour l'analyse par chromatographie et notamment un appareillage  
15 de prise d'échantillons d'un effluent gazeux pour la mise en oeuvre du procédé précité.

Une telle installation perfectionnée entre l'appareil d'analyse chromatographique et un jeu de vannes pneumatiques bimatiques qui lui sont  
20 normalement associées comporte une vanne pneumatique bimatique supplémentaire à laquelle sont reliées la conduite d'amenée du courant gazeux à analyser, deux conduites la reliant au jeu de vannes normalement associé à l'appareil d'analyse chromatographique, une conduite de mise à l'air, cette conduite de mise à l'air comportant des moyens d'injection de vapeur d'eau et/ou de gaz de séchage à contre-courant du sens d'écoulement du  
25 courant mis à l'air.

De préférence, la conduite de mise à l'air, en aval des moyens d'injection de vapeur d'eau et/ou de gaz de séchage comporte un étranglement.

Selon un mode de réalisation de l'invention, la conduite d'amenée  
30 est munie d'un piège pour la séparation de particules solides.

De préférence, ledit piège comporte une voie en chicane et une conduite d'évacuation en cuve.

D'autres buts et avantages de l'invention apparaîtront à la lecture de la description suivante d'un mode non limitatif de réalisation  
35 de l'invention.

La figure unique représente une vue schématique de l'installation selon l'invention.

L'installation selon l'invention, représentée sur la figure,

branchée sur une conduite 1 de gaz d'effluents, par exemple de fumées produites par une unité de craquage catalytique à une première pression supérieure à la pression atmosphérique, par exemple de l'ordre de 2 bars est formée d'un circuit comportant une conduite 2, une trappe 3 pour 5 particules solides et éventuellement des gouttes liquides comportant un conduit d'évacuation 3' et un chemin en chicane dû à la présence d'une plaque de déviation 4, une conduite 5 reliant la trappe 3 aux portes 6a ou 6h d'une première vanne pneumatique bimatique 6, consistant en une vanne de mise à pression atmosphérique, comportant huit portes 6a à 6h, 10 une conduite 7 reliant la première vanne bimatique 6 à une deuxième vanne pneumatique bimatique 8, comportant également huit portes 8a à 8h, un conduit capillaire 9 reliant les portes 8c ou 8b aux portes 8h ou 8g, une conduite 10 reliant les portes 8g ou 8f aux portes 6e ou 6d et une conduite 11 reliant les portes 6f ou 6e à une conduite d'évacuation 12 comportant un étranglement ou capillaire 13, ou à une conduite 14 d'injection 15 de vapeur d'eau sous pression ou d'air de séchage sous pression.

Cette installation en outre est formée d'un circuit auxiliaire comportant des moyens d'amenée 15 d'un gaz vecteur, une conduite 16 d'amenée de ce gaz vecteur aux portes 17a et 17h d'une troisième vanne pneumatique 20 bimatique 17 comportant également huit portes 17a à 17h, une conduite 18 reliant les portes 17a ou 17b de la troisième vanne pneumatique 17 aux portes 9a ou 9b de la deuxième vanne pneumatique 9, une conduite 19 reliant les portes 9a ou 9h de la vanne pneumatique 9 aux vannes 17h ou 17g de la vanne pneumatique 17, un lit d'adsorption de l'eau 20 placé sur la 25 conduite 19 entre les deux vannes 9 et 17, une conduite 21 reliant les portes 17g et 17f de la vanne pneumatique 17 à un appareil d'analyse chromatographique représenté généralement par la référence 22.

En fait la totalité de l'installation, à l'exclusion de la conduite 1 et de l'appareil 22, est disposée dans une chambre 23 isolée 30 thermiquement dont la température est maintenue à une valeur de l'ordre de 150°C; la partie de l'installation ainsi contenue dans la chambre 23, qui constitue l'unité d'injection de l'échantillon peut être placée à proximité de la conduite 1 sur laquelle l'échantillon destiné à être analysé par chromatographie est prélevé. L'appareil d'analyse chromatogra- 35 phique 22 est en général situé dans l'unité d'analyse située dans un autre bâtiment.

Le fonctionnement de l'installation ainsi représentée implique quatre phases:

- Phase 1

Les portes 6a, 8c, 8g et 6e sont ouvertes. Les autres portes sont fermées.

5 L'ouverture des portes 6a, 8c, 8g provoque le passage d'un courant secondaire de fumées dans la conduite 2. Une partie des impuretés solides présentes dans ce courant tombe au fond du piège 3. Le courant secondaire de fumées, portant encore une partie des impuretés solides passe par les portes 6a, 8c, 8g, 6e et par les conduites 5, 7, 9, 10, 11, 12 pour être rejeté dans l'atmosphère. La pression 10 qui règne dans ces conduites et qui forme la première pression indiquée ci-dessus durant le passage de ce courant secondaire est de l'ordre de 2 bars.

- Phase 2

15 Les portes 6h, 6g, 6f d'une part et les portes 6b, 8c, 8g, 6d d'autre part sont ouvertes. La fermeture des portes 6a et 6e et l'ouverture des portes 6h, 6g et 6f provoquent l'envoi du courant secondaire de fumées dans la conduite 11 et leur rejet dans l'atmosphère. Le courant résiduel du courant secondaire de fumées se trouvant dans la partie de l'installation dans laquelle au cours de la phase 1, le 20 courant secondaire de fumées a passé, du fait de l'ouverture des portes 6b, 8c, 8g, 6d, se trouve ramené à la pression atmosphérique. Les impuretés solides se trouvant dans le courant résiduel du fait de la réduction tombent au fond des différents tuyaux. Dans cette phase 2, sont également ouvertes les portes 17a, 9a, 17g. Dans les 25 conduites 16, 18 et 19 circule le gaz vecteur.

- Phase 3

Les portes 6h, 6g et 6f sont ouvertes d'une part et d'autre part sont 30 ouvertes les portes 17a, 8b, 8h, 17g.

Par les portes 6h, 6g et 6f, le courant secondaire de fumées est envoyé dans la conduite 11 et sont rejetées par l'atmosphère. Le gaz vecteur arrivant par la conduite 18 et la porte 8b entraîne la partie du courant de fumées résiduaire, épuré des particules solides se trouvant dans le conduit capillaire 9, dans le conduit 19, dans un lit d'adsorption 20, où l'eau que contient le courant de fumées 35 est éliminée par adsorption puis par la porte 17g et la conduite 21 vers l'appareil 22 d'analyse par chromatographie.

- Phase 4

Les portes 6e, 8g, 8c, 6a sont ouvertes d'une part ainsi que les

portes 17h, 8a, 17b d'autre part.

On injecte par la conduite 14 de la vapeur d'eau sous pression de 4 bars; une partie de la vapeur d'eau s'échappe dans l'atmosphère par la conduite 12, l'étranglement 13 empêchant la totalité de la vapeur d'eau injectée de s'échapper par la conduite 12. La vapeur d'eau est alors amenée par la conduite 11 vers la vanne pneumatique 6 et parcourt dans les vannes pneumatiques 6 et 8 précisément le même chemin que celui parcouru par le courant secondaire de fumées au cours de la phase 1. En fait, le courant de vapeur d'eau ainsi injecté renvoie les impuretés solides et autres traces d'impuretés gazeuses laissées dans les tuyauteries et vannes correspondantes vers l'atmosphère par la conduite 3' de façon à entraîner les impuretés solides et éventuellement liquides qui se sont déposées dans le fond du piège 3.

Dès que le piège est vidé des impuretés qu'il contient, le courant de vapeur d'eau est renvoyé par la conduite 2 vers la conduite de fumées 1. L'arrivée du courant de vapeur sous pression de 4 bars est alors coupée et un courant d'air de séchage, sous pression de 4 bars est injecté par la conduite 14 pour suivre le même chemin que celui suivi précédemment par le courant de vapeur d'eau sous pression. On sèche ainsi les parties correspondantes de l'installation.

De même, dans le circuit auxiliaire, par les conduites 18 et 19 et les portes 17h, 8a et 17b passe le gaz vecteur selon un chemin identique à celui suivi dans la phase 3, mais selon une direction contraire, le gaz vecteur, étant rejeté dans l'atmosphère.

A titre d'exemple de réalisation de l'invention, le courant gazeux circulant dans la conduite 1 est formé de fumées à une température de 800°C environ provenant d'une unité de craquage catalytique dite F.C.C. est à une pression de 2 bars et présente la composition suivante:

30	O <sub>2</sub> .....	3,5%
	CO <sub>2</sub> .....	12%
	SO <sub>2</sub> .....	1%
	CO .....	1000 ppm
	H <sub>2</sub> O .....	traces
35	poussières .....	traces
	N <sub>2</sub> .....	qsp 100

Toutes les huit minutes, une analyse chromatographique doit être effectuée sur un prélèvement effectué sur ce courant gazeux.

- 5 - Lors de la première étape décrite ci-dessous, le prélèvement gazeux est effectué par la conduite 2; le courant gazeux passe tout d'abord dans le piège 3 où une première partie des impuretés solides se sépare en tombant au fond du piège, puis passe dans un circuit formé par les conduites 5, 7, 10 et 11 pour être rejeté dans l'atmosphère. La durée de cette première étape est de 5 secondes.
- 10 - La deuxième étape comprend la poursuite de la circulation du courant gazeux dans une première partie du circuit comprenant les conduites 5 et 11 d'une part et d'autre part la mise à l'air de la deuxième partie du circuit comprenant les conduites 7 et 10 et un conduit capillaire 9. La durée de cette deuxième étape est de 3 secondes maximum.
- 15 - La troisième étape comprend la poursuite de la circulation du courant gazeux dans ladite première partie du circuit comprenant les conduites 5 et 11, le balayage du conduit capillaire 9 par un gaz vecteur par exemple de l'azote amené par la conduite 18 et conduit vers l'appareil de chromatographie 22 par la conduite 19, un séchage préalable étant effectué dans le lit d'adsorption 20. La durée de cette étape est d'une seconde. En fait, on peut considérer que cette troisième étape fait unité avec l'étape 4 suivante.
- 20 - La quatrième étape d'injection de vapeur d'eau sous une pression de 4 bars par la conduite 14, à contre-courant du sens précédemment suivi par le courant gazeux, ce courant gazeux se déplaçant dans le circuit suivi par le courant gazeux au cours de la première étape, mais en sens contraire par les conduites 11, 10, 7, 5 et 3', tout d'abord, puis 11, 10, 7, 5 et 2. Ensuite le courant de vapeur d'eau est coupé et l'on injecte par la conduite 14 un courant d'air de séchage à une pression de 4 bars qui circule dans les conduites 11, 10, 7, 5 et 2 pour être réinjecté dans la conduite 1.

30 Bien entendu, l'invention n'est pas limitée au mode de réalisation décrit et représenté mais est susceptible de nombreuses variantes accessibles à l'homme de l'art sans que l'on ne s'écarte de l'esprit de l'invention. Ainsi, quoique les vannes pneumatiques bimatiques employées et notamment les vannes 6 et 8, soient des vannes à 8 portes, vendues par la

35 Société Italienne Carlo Erba sous la dénomination GR8/A, il est tout à fait évident que d'autres vannes, par exemple des vannes 6 portes, peuvent être employées.

Il faut remarquer que l'ensemble formé par les vannes pneumatiques 9, 17

et l'appareil d'analyse chromatographique proprement dit 22 constitue un appareillage chromatographique classique et que la vanne pneumatique 6 et la conduite 14 d'injection constituent l'apport de l'invention à cet appareillage.

- 5 Le procédé et l'appareillage selon la présente invention peuvent être mis en oeuvre sur tout effluent gazeux entraînant des impuretés solides mais sont tout particulièrement applicables au traitement des effluents gazeux chauds, et corrosifs provenant d'une unité de craquage catalytique dite F.C.C.

**FEUILLE DE REMPLACEMENT**



REVENDEICATIONS

- 1.- Procédé de prise d'échantillon d'un effluent gazeux à une première pression supérieure à la pression atmosphérique contenant des impuretés solides en vue de les soumettre à une analyse par chromatographie, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes:
- une première étape de balayage d'un circuit par un courant secondaire desdits effluents gazeux et renvoi dans l'atmosphère dudit courant secondaire;
  - une deuxième étape de mise à l'air d'une deuxième partie dudit circuit, comprenant un conduit capillaire pour que la pression qui règne dans cette partie de circuit tombe à la pression atmosphérique, le balayage se poursuivant dans ladite première partie dudit circuit;
  - une troisième étape de balayage du conduit capillaire compris dans la deuxième partie dudit circuit par un gaz vecteur provenant d'un circuit auxiliaire et circulant selon une direction contraire à celle du déplacement du courant secondaire de la première étape, le balayage se poursuivant dans ladite première partie dudit circuit;
  - une quatrième étape d'injection d'un courant de vapeur d'eau puis d'un courant d'un gaz de séchage, à une deuxième pression supérieure à la première pression précitée, dans le circuit même où s'est produite la première étape, selon une direction contraire à celle du déplacement du courant secondaire de la première étape, et de circulation du gaz vecteur à contre-courant de son sens précédent de circulation dans ledit circuit auxiliaire.
- 2.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les différents circuits sont produits à l'aide de vannes pneumatiques bimatiques.
- 3.- Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le courant de vapeur d'eau injecté dans le circuit de la première étape, à sa sortie du premier circuit est envoyé dans un séparateur où sont séparés les particules solides puis est envoyé dans le courant de fumées principal sur lequel le courant secondaire a été prélevé.
- 4.- Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que les trois premières étapes ont une durée de l'ordre de 1 à 3% du temps des quatre étapes.
- 5.- Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il est mis en oeuvre dans une chambre thermorégulée à une température de l'ordre de 150°C environ.

6.- Appareillage de prise d'échantillon pour installation d'analyse chromatographique, comportant outre l'appareil d'analyse chromatographique (21) proprement dit et le jeu de vanes pneumatiques rotatives (9, 17) qui lui est normalement associé, une vanne pneumatique rotative (6)

5 à laquelle sont reliées:

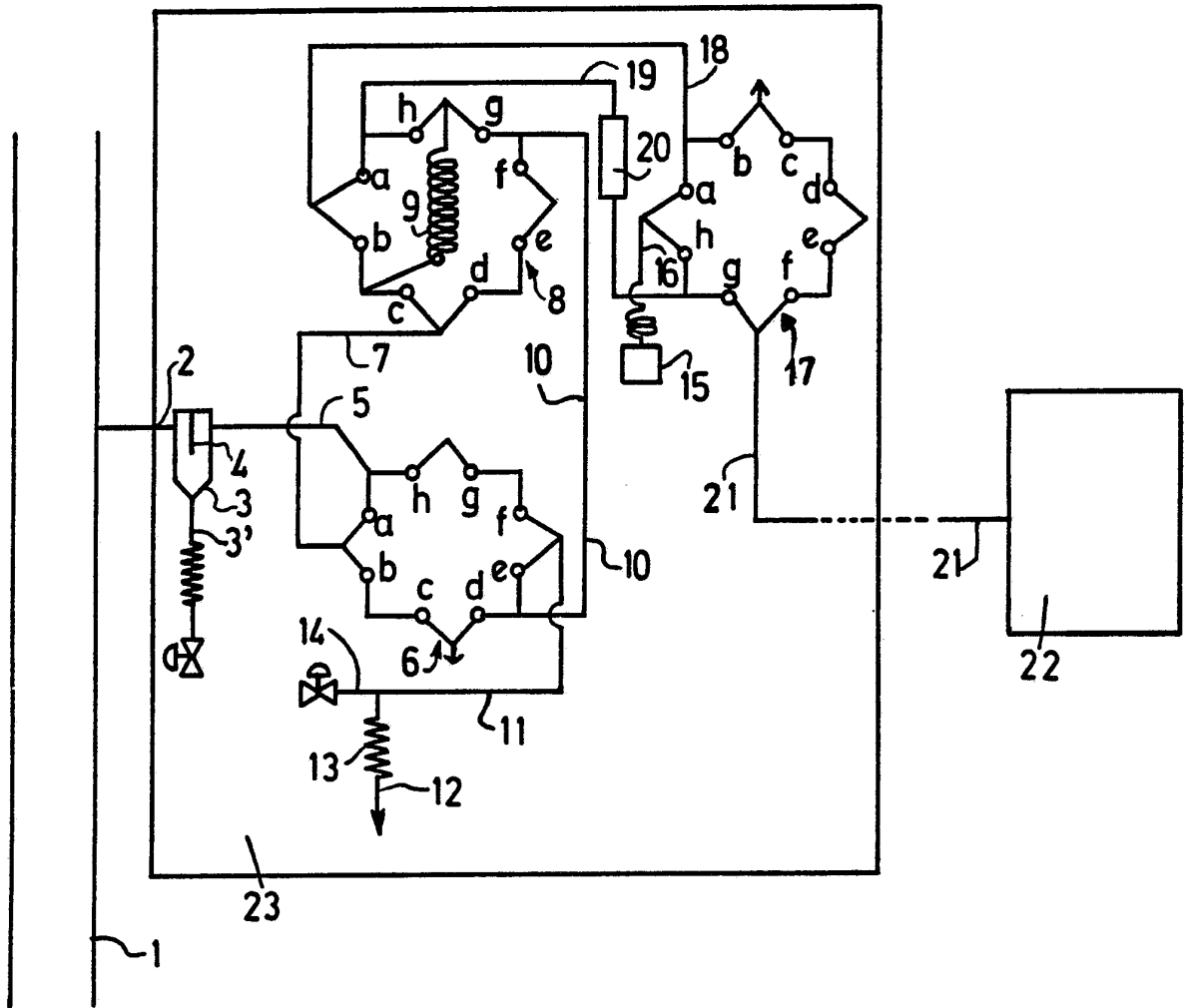
- la conduite (5) d'amenée du courant gazeux à analyser;
- deux conduites (7, 10) reliant cette vanne (6) à la première vanne (9) du jeu de vanes précité;
- une conduite de mise à l'air (11) qui est associée à des moyens (14) d'injection de vapeur d'eau et/ou de gaz de séchage, à contre-courant du sens d'écoulement du conduit mis à l'air.

7.- Appareillage selon la revendication 6, caractérisé en ce que la conduite de mise à l'air, en aval des moyens (14) d'injection de vapeur d'eau et/ou de gaz de séchage comporte un étranglement (13).

15 8.- Appareillage selon la revendication 6 ou 7, caractérisé en ce que la conduite d'amenée (5) est munie d'un piège (3) pour la séparation des particules solides.

20 9.- Appareillage selon une quelconque des revendications 6 à 8, caractérisé en ce que ledit piège (3) comporte une voie en chicane et une conduite d'évacuation (3') en cuve.

10.- Application à la chromatographie en phase gazeuse et notamment à la chromatographie d'un effluent gazeux d'une unité de craquage catalytique dite F.C.C.



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No **PCT/FR83/00084**

<b>I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> (if several classification symbols apply, indicate all) <sup>3</sup>		
According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC IPC <sup>3</sup> : G01N 31/08		
<b>II. FIELDS SEARCHED</b>		
Minimum Documentation Searched <sup>4</sup>		
Classification System	Classification Symbols	
IPC <sup>3</sup>	G01N 31/08	
Documentation Searched other than Minimum Documentation to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched <sup>5</sup>		
<b>III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b> <sup>14</sup>		
Category <sup>6</sup>	Citation of Document, <sup>16</sup> with indication, where appropriate, of the relevant passages <sup>17</sup>	Relevant to Claim No. <sup>18</sup>
E	FR, A, 2515821 (ELF FRANCE), 6 May 1983, see claims ---	1-10
A	FR, A, 2456320 (CONOCO INC.), 5 December 1980, see claims ---	1,10
A	US, A, 3518059 (E.J. LEVY), 30 June 1970, see the whole document ---	1,10
A	FR, A, 2206858 (COMPAGNIE FRANCAISE DE RAFFINAGE), 7 June 1974, see the whole document ---	1
A	FR, A, 2063575 (LA CARBONIQUE), 9 July 1971 see the whole document ---	1
A	US, A, 3650090 (H.F. TEMPLE), 21 March 1972, see the whole document -----	1
<p><sup>6</sup> Special categories of cited documents: <sup>15</sup></p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> <p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</p> <p>"&amp;" document member of the same patent family</p>		
<b>IV. CERTIFICATION</b>		
Date of the Actual Completion of the International Search <sup>19</sup>		Date of Mailing of this International Search Report <sup>20</sup>
23 December 1983 (23.12.83)		23 January 1984 (23.01.84)
International Searching Authority <sup>1</sup>		Signature of Authorized Officer <sup>20</sup>
European Patent Office		

ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT ON

INTERNATIONAL APPLICATION NO. PCT/FR 83/00084 (SA 5098)

This Annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report. The members are as contained in the European Patent Office EDP file on 17/01/84

The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
FR-A- 2515821	06/05/83	None	
FR-A- 2456320	05/12/80	GB-A- 2048469 DE-A- 3015427 JP-A- 55149055 US-A- 4325907	10/12/80 20/11/80 20/11/80 20/04/82
US-A- 3518059	30/06/70	None	
FR-A- 2206858	07/06/74	NL-A- 7315244 DE-A- 2356070 GB-A- 1446940	14/05/74 22/05/74 18/08/76
FR-A- 2063575	09/07/71	None	
US-A- 3650090	21/03/72	None	

For more details about this annex :  
see Official Journal of the European Patent Office, No. 12/82

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale N° PCT/FR 83/00084

<b>I. CLASSEMENT DE L'INVENTION</b> (si plusieurs symboles de classification sont applicables, les indiquer tous) <sup>3</sup>		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
CIB. <sup>3</sup> : G 01 N 31/08		
<b>II. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTÉ</b>		
Documentation minimale consultée <sup>4</sup>		
Système de classification	Symboles de classification	
CIB. <sup>3</sup> :	G 01 N 31/08	
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où de tels documents font partie des domaines sur lesquels la recherche a porté <sup>5</sup>		
<b>III. DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS</b> <sup>14</sup>		
Catégorie <sup>6</sup>	Identification des documents cités, <sup>16</sup> avec indication, si nécessaire, des passages pertinents <sup>17</sup>	N° des revendications visées <sup>18</sup>
E	FR, A, 2515821 (ELF FRANCE) 6 mai 1983 voir les revendications --	1-10
A	FR, A, 2456320 (CONOCO INC.) 5 décembre 1980 voir les revendications --	1,10
A	US, A, 3518059 (E.J. LEVY) 30 juin 1970 voir le document en entier --	1,10
A	FR, A, 2206858 (COMPAGNIE FRANCAISE DE RAFFINAGE) 7 juin 1974 voir le document en entier --	1
A	FR, A, 2063575 (LA CARBONIQUE) 9 juillet 1971 voir le document en entier --	1
A	US, A, 3650090 (H.F. TEMPLE) 21 mars 1972 voir le document en entier -----	1
<p><sup>6</sup> Catégories spéciales de documents cités: <sup>15</sup></p> <p>« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent</p> <p>« E » document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date</p> <p>« L » document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)</p> <p>« O » document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens</p> <p>« P » document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée</p> <p>« T » document ultérieur publié postérieurement à la date de dépôt international ou à la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention</p> <p>« X » document particulièrement pertinent: l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive</p> <p>« Y » document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier.</p> <p>« &amp; » document qui fait partie de la même famille de brevets</p>		
<b>IV. CERTIFICATION</b>		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée <sup>3</sup>	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale <sup>3</sup>	
23 décembre 1983	23 JAN. 1984	
Administration chargée de la recherche internationale: <sup>1</sup>	Signature du fonctionnaire autorisé <sup>20</sup>	
OFFICE EUROPEEN DES BREVETS	G.L.M. Knudsenberg	

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE RELATIF

A LA DEMANDE INTERNATIONALE NO. PCT/FR 83/00084 (SA 5098)

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche international visé ci-dessus. Lesdits membres sont ceux contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 17/01/84

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

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevets	Date de publication
FR-A- 2515821	06/05/83	Aucun	
FR-A- 2456320	05/12/80	GB-A- 2048469 DE-A- 3015427 JP-A- 55149055 US-A- 4325907	10/12/80 20/11/80 20/11/80 20/04/82
US-A- 3518059	30/06/70	Aucun	
FR-A- 2206858	07/06/74	NL-A- 7315244 DE-A- 2356070 GB-A- 1446940	14/05/74 22/05/74 18/08/76
FR-A- 2063575	09/07/71	Aucun	
US-A- 3650090	21/03/72	Aucun	

Pour tout renseignement concernant cette annexe :  
voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No. 12/82