



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1013463A3

NUMERO DE DEPOT : 2000/0715

Classif. Internat. : F25D F25B G01N

Date de délivrance le : 05 Février 2002

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété industrielle;

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 09 Novembre 2000 à 15H30 à l'Office de la Propriété Industrielle

ARRETE :

ARTICLE 1.- Il est délivré à : INSTRUMENTATION SCIENTIFIQUE DE LABORATOIRE I.S.L. S.A.
Parc d'Activité de la Mesnillière BP 40, 14790 Verson(FRANCE)

représenté(e)(s) par : HERRBURGER Pierre, CABINET PIERRE HERRBURGER, Boulevard Haussmann, 115 - F 75008 Paris FRANCE.

un brevet d'invention d'une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : DISPOSITIF DE REFRIGERATION DE CELLULES RENFERMANT DES ECHANTILLONS LIQUIDES EN PARTICULIER DES ECHANTILLONS DE PRODUITS PETROLIERS A ANALYSER.

INVENTEUR(S) : Burton Pierre, 2, Sente du Manoir, 14980 Rots (FR)

PRIORITE(S) 18.11.99 FR FRA 9914490

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeur(s).

Bruxelles, le 05 Février 2002
PAR DELEGATION SPECIALE :

« Dispositif de réfrigération de cellules renfermant des échantillons liquides en particulier des échantillons de produits pétroliers à analyser »

La présente invention concerne un dispositif de réfrigération de cellules renfermant des échantillons liquides plus ou moins visqueux en particulier des échantillons de produits pétroliers à analyser dans des gammes de températures pouvant aller d'environ + 50 à - 120°C.

Certains tests physico-chimiques se rattachant au domaine de l'analyse des produits pétroliers nécessitent un refroidissement des cellules d'analyse et des échantillons qui y sont contenus à des températures pouvant aller jusqu'à - 80°C voire - 120°C dans certains cas particuliers ; parmi ces tests, on peut citer à titre d'exemple non limitatif la détermination de la température limite de filtrabilité, du point de décongélation, du point d'écoulement, du point de trouble ou encore du point d'éclair Tag et Abel.

Dans ce but, on utilise classiquement un dispositif du type représenté sur la figure 1 schématiquement constitué par un cryostat de type Rankine 1 équipé d'une réserve de liquide caloporteur froid et coopérant avec un circuit de circulation 2 de ce fluide selon les flèches a, ce circuit comportant une pompe de circulation 3.

Le circuit de circulation 2 est équipé d'un serpentin 4 entourant la cellule 5 devant être refroidie. L'ensemble constitué par le serpentin 4 et la cellule à refroidir 5 est placé dans une enveloppe isotherme 6 renfermant un isolant thermique 7. Une sonde de température 8 permet de vérifier à tout instant la température de la cellule 5.

Ce dispositif classique dans lequel la cellule, renfermant l'échantillon, est refroidie par contact avec le serpentin dans lequel circule le fluide caloporteur présente un certain nombre d'inconvénients.

Il est en particulier à noter que le refroidissement d'une cellule à une température de - 80°C nécessite la mise en œuvre d'un liquide caloporteur à une température d'environ - 85°C à - 90°C, ce qui oblige à utiliser un cryogénérateur de type Rankine à double étage ; or, de tels cryo-

générateurs sont des appareils volumineux, bruyants et fragiles.

De plus, pour refroidir la cellule, il est nécessaire de disposer d'une réserve d'un liquide caloporteur froid restant fluide à très basse température ; à cet effet, on utilise actuellement essentiellement le méthanol vu que les autres liquides disponibles dont la mise en œuvre pourrait également être envisagée sont soit très chers soit très volatils à température ambiante. Or, du fait de sa toxicité, il est probable que l'utilisation du méthanol dans les laboratoires sera interdite à court terme.

Par ailleurs, du fait de leur relative fragilité, les cryo-générateurs de type Rankine ne sont pas intégrés dans les analyseurs, ce qui nécessite des lignes de liaison isolées thermiquement avec ces derniers ; or, ces lignes de liaison sont source de risques de fuites et de pertes thermiques importantes, et en conséquence le rendement global de ce type de source de froid est très faible.

Il est de plus à noter que la maîtrise de la température des cellules est délicate du fait de la disproportion de l'énergie disponible et de l'énergie nécessaire, ainsi que des chocs thermiques imposés à la cellule à chaque injection de fluide caloporteur.

La présente invention a pour objet de proposer un dispositif permettant la réfrigération à très basse température de cellules renfermant des échantillons liquides, en particulier des échantillons de produits pétroliers à analyser de nature à remédier à ces inconvénients.

A cet effet, elle concerne un dispositif caractérisé en ce qu'il comporte d'une part une unité de refroidissement à cycle de Stirling ou à gaz pulsé et d'autre part des organes de transmission de la chaleur à contact sec montés sur cette unité de refroidissement et coopérant avec la cellule renfermant l'échantillon à analyser de façon à permettre de refroidir cet échantillon à la température souhaitée.

Les unités de refroidissement à cycle de Stirling ou à gaz pulsé qui ont été conçues en particulier pour le refroidissement à très basse température de composants électro-

5 niques sont schématiquement constituées par un module de compression coopérant avec un doigt froid, relié à une source de courant alternatif et équipé de moyens susceptibles de faire varier périodiquement la pression d'un gaz de travail à haute
10 pression, notamment de l'hélium remplissant une chambre de travail subdivisée en plusieurs compartiments s'étendant dans le module de compression et dans le doigt froid ; il est ainsi possible de provoquer dans un compartiment froid situé à l'extrémité du doigt froid opposée au module de compression
15 ou première extrémité une détente du gaz de travail permettant d'obtenir de très basses températures à ce niveau.

Selon l'invention, les organes de transmission de la chaleur à contact sec sont montés sur le doigt froid, au niveau de la première extrémité de celui-ci.

15 La configuration de ces organes de transmission de la chaleur varie en fonction du test devant être mis en œuvre.

Selon une variante de l'invention adaptée à titre d'exemple à la détermination de la température limite de filtrabilité de produits pétroliers conformément à la norme européenne pr EN 116, les organes de transmission de la chaleur sont constitués par une gaine tubulaire métallique notamment en cuivre entourant la cellule renfermant l'échantillon à analyser et équipée sur sa paroi latérale d'un manchon réalisé dans le même matériau dont la forme et les dimensions correspondent à celles de la première extrémité du doigt froid
25 et venant coiffer cette première extrémité.

Conformément à cette variante, la gaine tubulaire ainsi que la première extrémité du doigt froid coiffé du manchon métallique sont montés à la partie interne d'une enveloppe isotherme renfermant un isolant thermique.
30

La configuration des organes de transmission de la chaleur peut bien entendu être totalement différente en fonction du test à effectuer et par suite du type de cellules à refroidir.
35

Dans tous les cas, les organes de transmission de la chaleur sont équipés d'une sonde de température coopérant

avec des organes de régulation permettant de régler finement la température de la cellule.

De manière plus précise, une unité de refroidissement à cycle de Stirling comporte en règle générale un module de compression essentiellement cylindrique ainsi qu'un doigt froid lui aussi essentiellement cylindrique situé dans le prolongement du module de compression coaxialement à ce module mais ayant un diamètre moindre.

Le module de compression renferme au moins un piston principal commandé par un moteur linéaire ou rotatif alimenté par la source de courant alternatif et se déplaçant en va-et-vient pour comprimer le gaz de travail dans un compartiment de compression. Le doigt froid renferme quant à lui un piston balayeur creux rempli d'un échangeur de chaleur, monté élastiquement, se déplaçant à la même fréquence que le piston principal mais en opposition de phase et coopérant avec celui-ci pour faire varier périodiquement la pression du gaz de travail dans les différents compartiments de la chambre de travail ; ce piston balayeur subdivise le doigt froid à sa partie interne en deux compartiments communiquant entre eux au travers de l'échangeur de chaleur, à savoir d'une part le compartiment froid situé à la première extrémité du doigt froid et d'autre part un compartiment chaud situé à l'extrémité opposée de ce doigt et relié au compartiment de compression.

Une telle unité de refroidissement connue en elle-même dont la configuration est à titre d'exemple divulguée dans les documents US-A-4 894 996 et US-A-5 088 288 ne sera pas dans un but de brièveté décrite plus en détail dans le cadre de cet exposé.

Compte tenu des vibrations engendrées par le déplacement périodique du piston principal et du piston balayeur, le dispositif de réfrigération conforme à l'invention doit obligatoirement coopérer avec des organes d'amortissement de ces vibrations lorsqu'il est équipé d'une telle unité de refroidissement.

A cet effet, et selon une autre caractéristique de l'invention, l'unité de refroidissement est fixée, au

moyen de pattes support montées solidairement sur sa paroi latérale à une plaque de lestage, notamment en acier de masse adaptée, essentiellement parallèle à son axe longitudinal et reposant sur au moins trois, de préférence sur quatre amortisseurs.

Les caractéristiques du dispositif qui fait l'objet de l'invention seront décrites plus en détail en se référant aux dessins annexés dans lesquels :

- la figure 1 est une vue schématique d'un dispositif conforme à l'art antérieur,
- la figure 2 est une vue schématique similaire à la figure 1 du dispositif conforme à l'invention,
- la figure 3 est une vue en perspective « éclatée » d'un dispositif conforme à l'invention adapté à la détermination de la température limite de filtrabilité d'un échantillon renfermé dans une cellule, selon la Norme pr EN-116,
- la figure 4 est une vue en perspective d'un dispositif conforme à l'invention adapté à la détermination du point de décongélation d'un échantillon renfermé dans une cellule.

Selon la figure 2 le dispositif de refroidissement est constitué par l'association d'une unité de refroidissement 10 à cycle de Stirling ou à gaz pulsé et d'organes de transmission de la chaleur 11 à contact sec permettant de refroidir à la température souhaitée une cellule 12 renfermant un échantillon à analyser.

L'ensemble constitué par les organes de transmission de la chaleur 11 et la cellule 12 est monté à la partie interne d'une enveloppe isotherme 13 renfermant un isolant thermique 14. Une sonde de température 15 permet de déterminer à tout instant la température de la cellule 12.

Plus précisément, l'unité de refroidissement 10 est constituée par un module de compression 16 coopérant avec un doigt froid 17 dont l'extrémité froide 18 située à l'opposé du module de compression 16 porte les organes de transmission de la chaleur 11 à contact sec.

Selon les figures 3 et 4, l'unité de refroidissement 10 comporte un module de compression 16 essentiellement cylindrique ainsi qu'un doigt froid 17 lui aussi essentielle-

ment cylindrique et situé dans le prolongement du module de compression 16 coaxialement à ce module ; le diamètre du doigt froid 17 est inférieur à celui du module de compression 16.

5 L'unité de refroidissement 10 ainsi constituée est fixée au moyen de pattes support 19 montées sur la paroi latérale du module de compression 16 sur une plaque de lestage en acier 20 de masse déterminée pour équilibrer les vibrations engendrées par le mouvement de va-et-vient des
10 pistons se déplaçant à la partie interne de l'unité de refroidissement 10.

Comme représenté sur les figures 3 et 4 la plaque de lestage est parallèle à l'axe longitudinal de l'unité de refroidissement 10 et repose sur quatre amortisseurs 21.

15 Selon la figure 3, l'extrémité froide 18 du doigt froid 17 est coiffée d'un manchon annulaire en cuivre 22 de dimension correspondante.

Le manchon annulaire 22 est fixé sur la paroi latérale d'une gaine tubulaire en cuivre 24 entourant une cellule 25 de détermination de la température limite de filtrabilité d'un échantillon.
20

Selon la norme européenne pr EN 116, la cellule 25 est constituée par une pipette 26 de forme particulière constituée d'un réservoir, d'un tube d'entrée et d'un tube de
25 sortie relié à une source de vide. Le tube d'entrée passe au travers d'un bouchon 27 fermant la gaine tubulaire 24 et est relié à son extrémité inférieure à un récipient 28 renfermant l'échantillon à analyser par l'intermédiaire d'organes de filtration 29.

30 Un panier centreur 30 permet le maintien du tube d'entrée à la partie interne de la gaine tubulaire 24.

Le bouchon 27 est par ailleurs muni d'une sonde de température 31 permettant de déterminer à chaque instant la température régnant à l'intérieur du récipient 28.

35 Selon la figure 3, l'ensemble formé par la gaine tubulaire 24 et par le manchon annulaire 22 coiffant l'extrémité froide 18 du doigt froid 17 constitue les organes de transmission de la chaleur à contact sec 11.

Cet ensemble 11 est fixé sur la plaque de lestage 20, au niveau de l'extrémité froide 18 du doigt froid 17 par l'intermédiaire d'un cavalier de bridage 32 et d'une bague supérieure 33.

5 Selon la figure 4, les organes de transmission de la chaleur à contact sec 11' sont constitués par une plaque de transmission métallique 35 emmanché sur le doigt froid 17 et maintenu sur celui-ci au moyen d'une bride 34.

10 Le capot de transmission 35 s'applique contre l'extrémité froide 18 du doigt froid 17 par la face interne de son fond 36.

 La face externe du fond 36 de la plaque de transmission 35 opposée à la face interne par laquelle elle s'applique contre l'extrémité froide 18 du doigt froid 17
15 porte une cellule 37 de détermination du point de décongélation d'un échantillon.

 Cette cellule 37 est équipée d'un orifice d'entrée 38 et d'un orifice d'évacuation 39 de l'échantillon à analyser ainsi que de deux capteurs optiques 40 et 40' faisant respectivement office d'émetteur et de récepteur. Un
20 capteur de température 41 fixé à la cellule 36 par l'intermédiaire d'une bride 39 permet de suivre à tout instant la température de l'échantillon.

R E V E N D I C A T I O N S

1°) Dispositif de réfrigération de cellules renfermant des échantillons liquides plus ou moins visqueux en particulier des échantillons de produits pétroliers à analyser notamment pour déterminer leur température limite de filtrabilité, leur point de décongélation, leur point d'écoulement ou leur point de trouble, ce dans des gammes de températures pouvant aller d'environ + 50 à - 120°C, caractérisé en ce qu'

il comporte d'une part une unité de refroidissement à cycle de Stirling ou à gaz pulsé (10) constituée par module de compression (16) coopérant avec un doigt froid (17), relié à une source de courant alternatif et équipé de moyens susceptibles de faire varier périodiquement la pression d'un gaz de travail à haute pression, notamment de l'hélium remplissant une chambre de travail subdivisée en plusieurs compartiments et s'étendant dans le module de compression (16) et dans le doigt froid (17) de façon à provoquer dans un compartiment froid situé à l'extrémité du doigt froid (17) opposée au module de compression (16) ou première extrémité (18) une détente du gaz de travail permettant d'obtenir de très basses températures à ce niveau, et d'autre part des organes de transmission de la chaleur à contact sec (11) montés sur le doigt froid (17) au niveau de la première extrémité (18) de celui-ci et coopérant avec la cellule renfermant l'échantillon à analyser de façon à permettre de refroidir cet échantillon à la température souhaitée.

2°) Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que les organes de transmission de la chaleur (11) sont constitués par une gaine tubulaire métallique (24), notamment en cuivre, entourant la cellule (25) renfermant l'échantillon à analyser et équipée sur sa paroi latérale d'un manchon (22) réalisé dans le même matériau dont la forme et les dimensions correspondent à celles de la première extrémité du doigt froid et qui vient coiffer cette première extrémité.

3°) Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 et 2,

caractérisé en ce que

les organes de transmission de la chaleur (11) ainsi que la première extrémité (18) du doigt froid (17) sont montés à la partie interne d'une enveloppe isotherme (13) renfermant un isolant thermique (14).

4°) Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 3,

caractérisé en ce que

les organes de transmission de la chaleur (11) sont équipés d'une sonde de température (15).

5°) Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 4,

dans lequel

l'unité de refroidissement comporte un module de compression (16) essentiellement cylindrique renfermant au moins un piston principal commandé par un moteur linéaire ou rotatif alimenté par la source de courant alternatif et se déplaçant en va-et-vient pour comprimer le gaz de travail dans un compartiment de compression ainsi qu'un doigt froid (17) lui aussi essentiellement cylindrique, situé dans le prolongement du module de compression coaxialement à ce module mais ayant un diamètre moindre et renfermant un piston balayeur creux rempli d'un échangeur de chaleur, monté élastiquement, se déplaçant à la même fréquence que le piston principal mais en opposition de phase, et coopérant avec celui-ci pour faire varier périodiquement la pression du gaz de travail dans les différents compartiments de la chambre de travail, ce piston balayeur subdivisant le doigt froid (17) à sa partie interne en deux compartiments communiquant entre eux au travers de l'échangeur de chaleur, à savoir d'une part le compartiment froid situé à la première extrémité (18) du doigt froid (17) et d'autre part un compartiment chaud situé à l'extrémité opposée de ce doigt (17) et reliée au compartiment de compression du module de compression (16),

caractérisé en ce que
l'unité de refroidissement (10) est fixée au moyen de pattes
support (19) montées solidairement sur sa paroi latérale à
une plaque de lestage (20) notamment en acier essentiellement
5 parallèle à son axe longitudinal et reposant sur au moins
trois de préférence quatre amortisseurs (21).

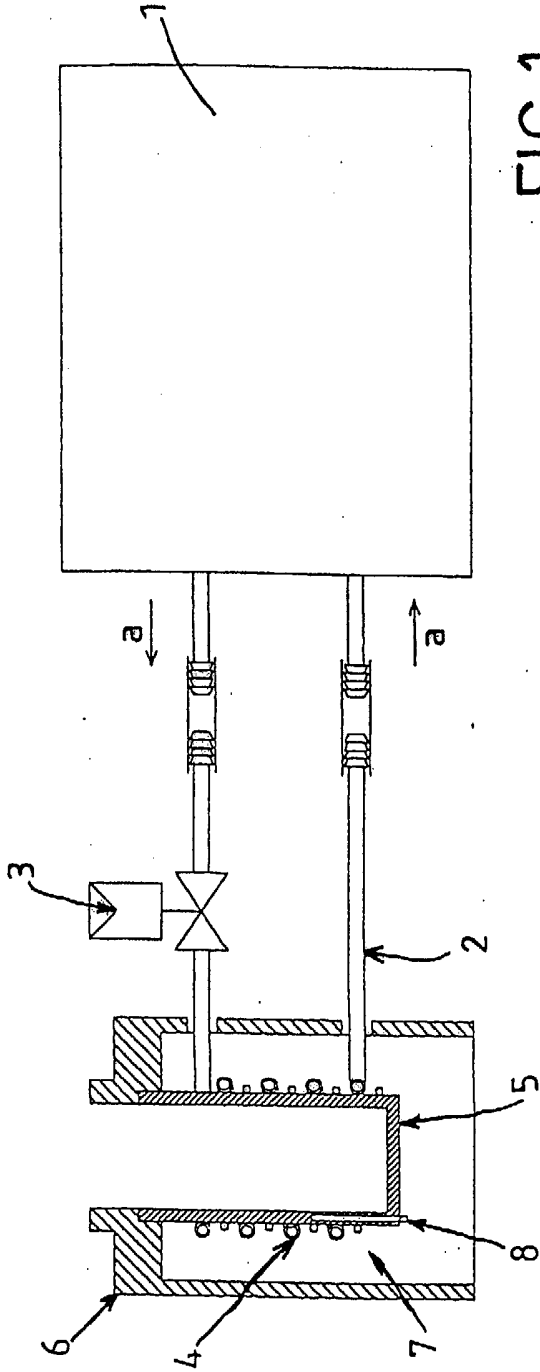


FIG. 1

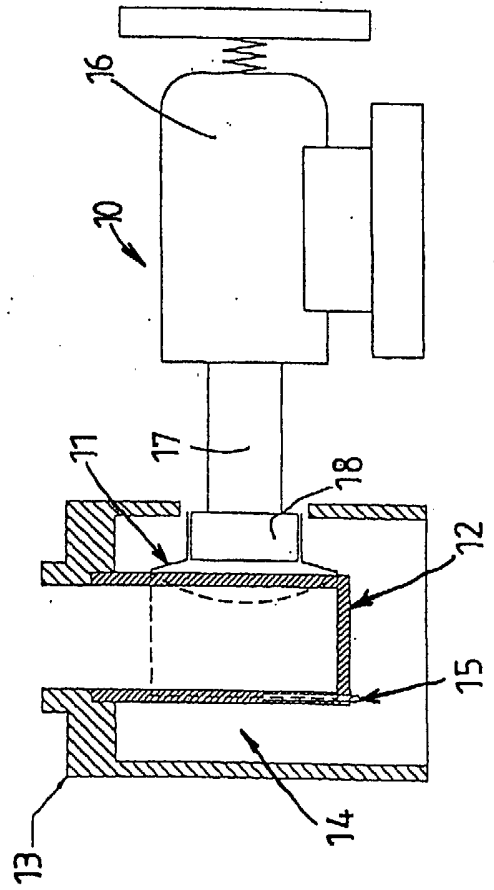


FIG. 2

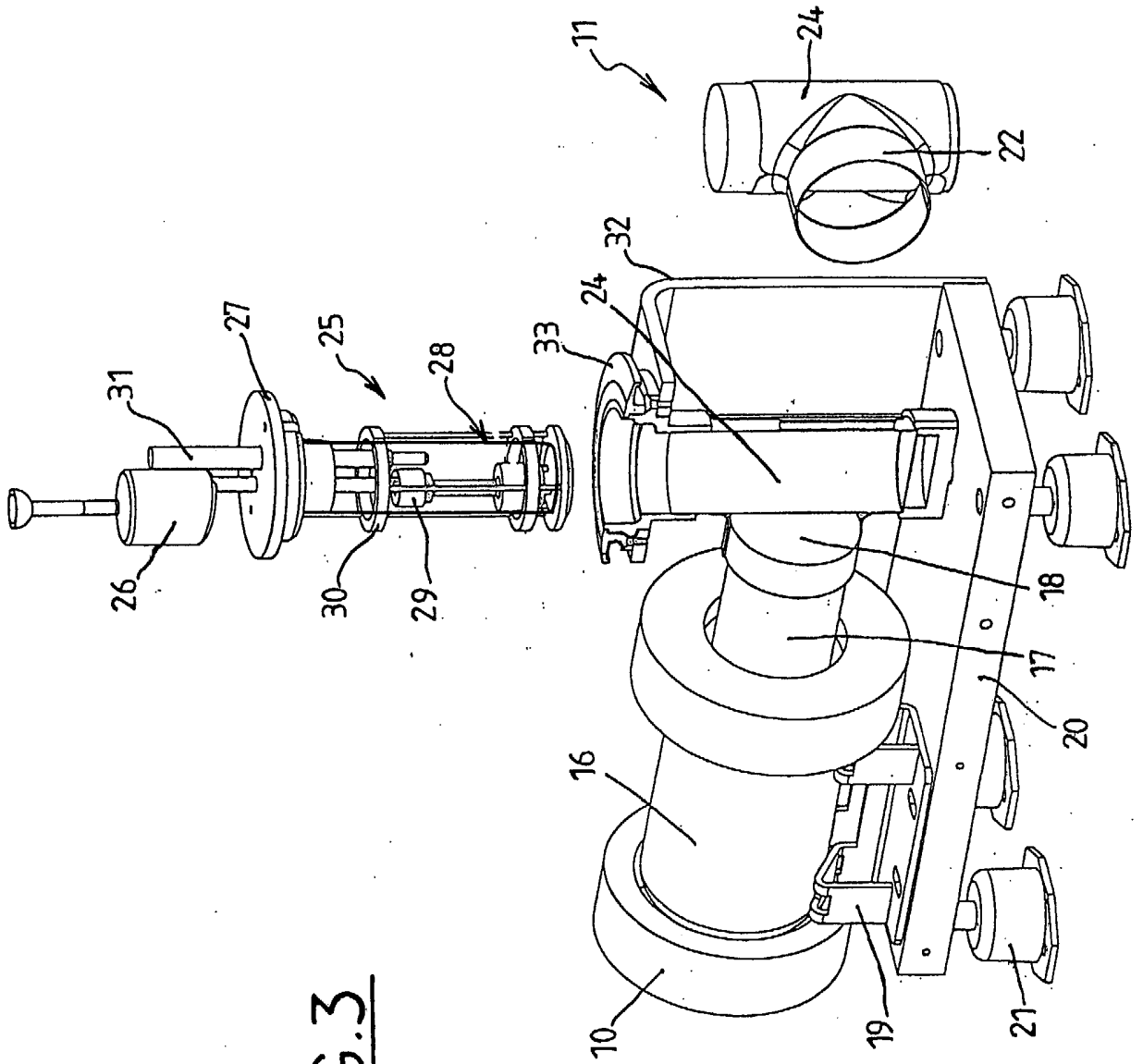


FIG. 3

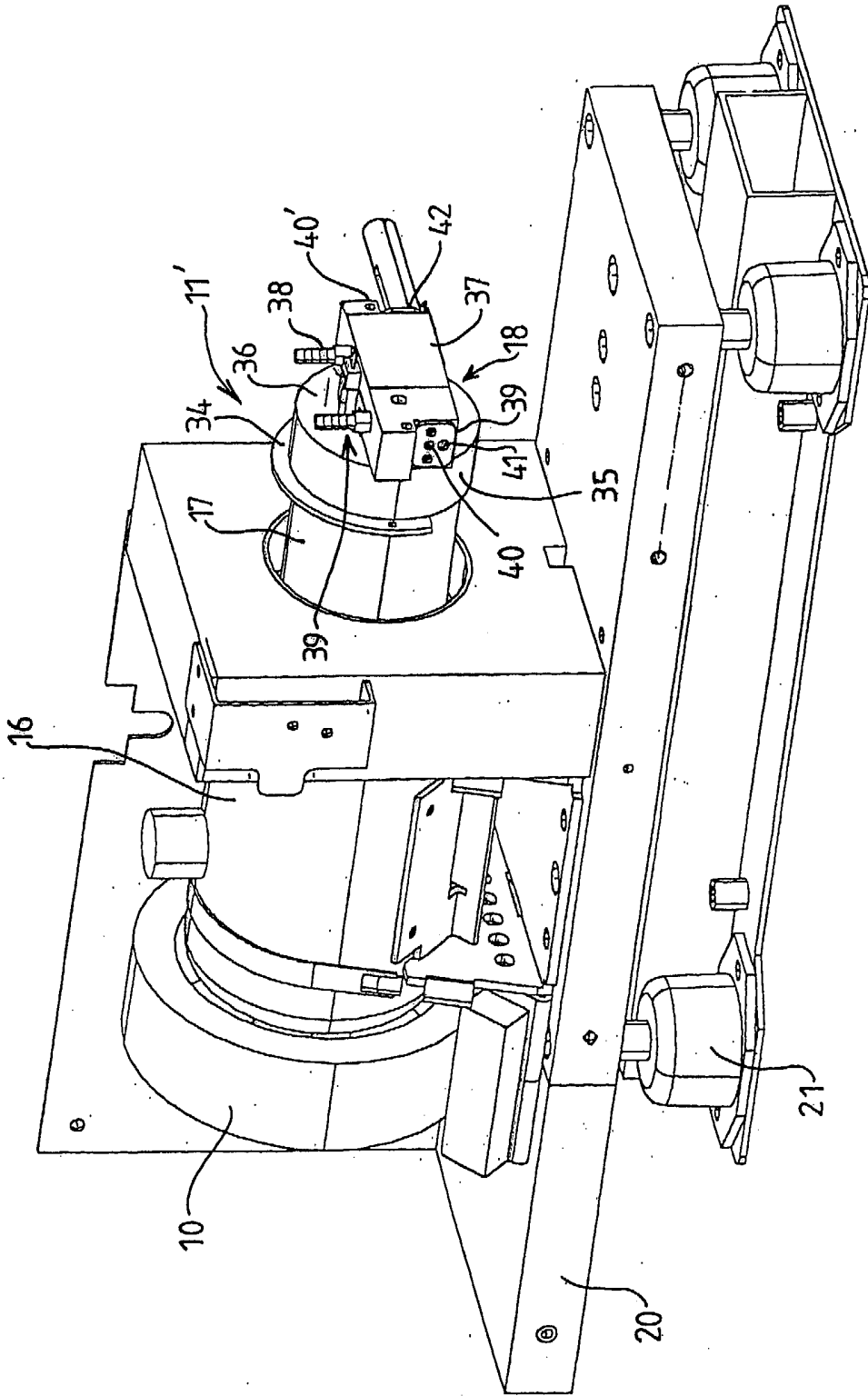


FIG.4

A B R E G E D E S C R I P T I F

« Dispositif de réfrigération de cellules renfermant des échantillons liquides en particulier des échantillons de produits pétroliers à analyser »

Dispositif caractérisé en ce qu'il comporte une unité de refroidissement (10) constituée par un module de compression (16) coopérant avec un doigt froid (17) de façon à provoquer dans un compartiment froid situé à l'extrémité du doigt froid (17) une détente d'un gaz de travail permettant d'obtenir de très basses températures, et des organes de transmission de la chaleur à contact sec (11) montés sur le doigt froid (17) de façon à permettre de refroidir l'échantillon à analyser.

Figure 2 jointe



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BO 8053
BE 20000715

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.CI.7)
A	US 5 611 207 A (HESS JOHN) 18 mars 1997 (1997-03-18) * colonne 5, ligne 4 - colonne 12, ligne 6; figures 1-22 *	1-3	F25D19/00 F25B9/14 G01N1/42 G01N33/28
A	US 4 827 737 A (ODA YASUKAGE ET AL) 9 mai 1989 (1989-05-09) * colonne 2, ligne 25 - colonne 4, ligne 11; figures 1,2 *	1,3,4	
A	US 5 142 872 A (TIPTON RUSSELL C) 1 septembre 1992 (1992-09-01) * colonne 4, ligne 62 - colonne 16, ligne 44; figures 1-10 *	1,5	
A	US 4 394 819 A (AVERILL ROBERT D) 26 juillet 1983 (1983-07-26) * colonne 4, ligne 21 - colonne 6, ligne 46; figures 1,2 *	1,5	
A	DE 34 45 674 C (FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT ZUR FÖRDERUNG DER ANGEWANDTEN FORSCHUNG E.V.) 26 juin 1986 (1986-06-26) * colonne 2, ligne 61 - colonne 4, ligne 11; figures 1-4 *	5	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CI.7) F25D F25B G01N
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 010, no. 382 (P-529), 20 décembre 1986 (1986-12-20) -& JP 61 173140 A (RIGOUSHIYA:KK;OTHERS: 01), 4 août 1986 (1986-08-04) * abrégé *		
A	EP 0 533 562 A (TOTAL RAFFINAGE DISTRIBUTION) 24 mars 1993 (1993-03-24)		
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
19 février 2001		Boets, A	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

1

EPO FORM 1503 03.82 (P04C48)