

①2 **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

A1

②2 Date de dépôt : 9 août 1982.

③0 Priorité

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 6 du 10 février 1984.

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

⑦1 Demandeur(s) : *Société anonyme dite : ESSO SOCIETE
ANONYME FRANCAISE. — FR.*

⑦2 Inventeur(s) : Pascal Crambain et Claude Burel.

⑦3 Titulaire(s) :

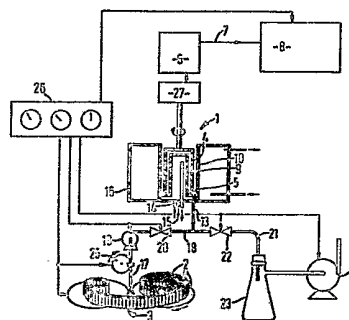
⑦4 Mandataire(s) : Rinuy, Santarelli.

⑤4 Méthode et appareil d'essai d'échantillons de liquides.

⑤7 L'invention concerne une méthode et un procédé pour
essayer plusieurs échantillons de liquides, par exemple pour en
déterminer la viscosité, introduits les uns à la suite des autres
dans un récipient unique.

Le récipient unique 5 est d'abord lavé avec une certaine
quantité de l'échantillon de liquide suivant l'échantillon venant
de faire l'objet d'une mesure, et la mesure à effectuer sur cet
échantillon suivant est ensuite réalisée sur une autre quantité
du même échantillon, introduite après l'opération de lavage,
afin d'éviter tout mélange mutuel, même faible, d'échantillons
essayés successivement.

Domaine d'application : mesures de viscosités et d'autres
grandeurs sur des échantillons de liquides.



L'invention concerne d'une manière générale l'essai d'échantillons de liquides, et plus particulièrement, bien que non exclusivement, la détermination de la viscosité de plusieurs échantillons de liquides.

5 Des viscosimètres de diverses formes sont connus pour la détermination de la viscosité d'échantillons de liquides. Après que la mesure a été effectuée sur chaque échantillon, toutes traces restantes de l'échantillon de li-
10 quide subsistant dans le viscosimètre sont en général élimi-
nées par lavage au moyen d'une solution convenable de lavage, si possible plusieurs fois, et l'échantillon suivant à
essayer est ensuite introduit dans le viscosimètre. L'opé-
ration de lavage est effectuée pour empêcher toute contami-
nation de l'échantillon suivant. Tout contaminant, constitué
15 de petites traces d'un échantillon précédent, peut affecter les résultats des mesures effectuées sur un échantillon ul-
térieur. Dans certains cas, l'opération de lavage empêche, de plus, toute réaction chimique indésirée entre le conta-
minant ou l'impureté et l'échantillon. Cependant, l'opération
20 de lavage prend du temps et même alors de petites traces de l'agent de lavage peuvent se mélanger à l'échantillon principal à moins que le viscosimètre soit totalement séché au préalable, ce qui exige un délai et un appareillage supplémentaires.

L'invention a pour objets une méthode et un
25 appareil perfectionnés pour le traitement d'échantillons de liquides, en particulier lors de la mesure de viscosités, conçus pour éliminer les inconvénients indiqués ci-dessus.

Selon une caractéristique de l'invention, il est
prévu une méthode pour l'essai de plusieurs échantillons de
30 liquides, par exemple pour déterminer leur viscosité, à l'ai-
de d'un récipient unique pour échantillon et d'un appareil de traitement d'échantillons qui introduit successivement les échantillons dans le récipient et en retire chaque
échantillon après qu'il a été essayé, afin que le récipient
35 soit prêt pour l'échantillon suivant, le récipient vide étant lavé avec une certaine quantité de l'échantillon de liquide suivant à l'aide de l'appareil de traitement d'échan-
tillons, avant qu'une autre quantité de l'échantillon suivant

soit introduite dans le récipient pour être essayée.

Selon une autre caractéristique de l'invention, il est prévu un appareil d'essai de plusieurs échantillons de liquides, par exemple pour en déterminer la viscosité, l'appareil étant caractérisé en ce qu'il comporte un premier récipient pour échantillons et un dispositif de traitement d'échantillons qui a pour fonction d'introduire des échantillons les uns à la suite des autres dans le récipient et d'en retirer chaque échantillon, après qu'il a été essayé, pour que le récipient soit prêt pour l'échantillon suivant, le dispositif de traitement des échantillons étant conçu pour laver le récipient vide avec une certaine quantité de l'échantillon de liquide suivant avant l'introduction d'une autre quantité de ce même échantillon dans le récipient pour l'essai.

Ainsi, une quantité de l'échantillon suivant, lui-même, est utilisée pour l'opération de lavage et ceci élimine toutes traces restantes de l'échantillon précédent mais, étant donné que le liquide de lavage est le même que celui de l'échantillon suivant, toutes traces restantes de l'agent de lavage n'ont pratiquement aucun effet sur la viscosité de l'échantillon suivant ou ne peuvent réagir chimiquement en aucune manière avec lui.

Il est préférable, pour accroître l'efficacité de l'opération de lavage, de concevoir le dispositif de traitement des échantillons afin qu'il lave deux fois le récipient vide avec des quantités séparées de l'échantillon de liquide suivant.

Dans une forme particulièrement efficace et simple du dispositif de traitement d'échantillons, ce dispositif comprend un échantillonneur à pipette, des moyens d'admission comprenant une pompe et reliant l'échantillonneur au récipient d'échantillon et pouvant être mis en oeuvre pour introduire un échantillon liquide dans ce récipient, et des moyens d'évacuation reliés au récipient d'échantillon et pouvant être mis en oeuvre pour en évacuer l'échantillon liquide. La construction est simple et elle facilite l'évacuation complète de l'échantillon du récipient avec un seul

tube utilisé à la fois pour l'admission de l'échantillon dans le récipient et son évacuation du récipient, le tube communiquant avec l'intérieur du récipient au fond de ce dernier. Les moyens d'admission et les moyens d'évacuation
5 peuvent comprendre chacun une électrovanne pouvant être actionnée pour commander sélectivement l'écoulement de l'échantillon vers l'intérieur du tube et en sens inverse. Dans une forme convenable de réalisation, les moyens d'évacuation comprennent une fiole dans laquelle l'échantillon
10 liquide provenant du récipient est vidé, et une pompe à vide qui communique avec la fiole pour faciliter la vidange.

L'échantillonneur à pipette peut être introduit manuellement et successivement dans des flacons contenant des quantités de divers échantillons de liquides à essayer,
15 mais, en vue d'automatiser cette opération et de réduire ainsi le temps d'essai, le dispositif de traitement des échantillons comprend en outre, de préférence, un transporteur d'échantillons destiné à faire avancer pas à pas les différents échantillons successifs de liquides jusqu'à une
20 position d'échantillonnage, et l'échantillonneur à pipette peut être manoeuvré pour être à la fois abaissé dans chaque échantillon placé dans la position d'échantillonnage, puis élevé et dégagé de l'échantillon au cours de chaque temps d'arrêt du transporteur entre deux pas de mouvement successifs.
25

Pour effectuer les mesures de viscosité, le récipient fait de préférence partie d'un viscosimètre du type déterminant le couple résistant appliqué à un rotor. Dans un agencement particulièrement commode qui évite également les erreurs de mesures dues à des variations de
30 température à partir d'une valeur particulière, le viscosimètre peut comprendre des récipients cylindriques verticaux intérieur et extérieur disposés l'un à l'intérieur de l'autre et délimitant entre eux un espace annulaire destiné à contenir l'échantillon de liquide à essayer, une enveloppe
35 chauffante étant placée autour du récipient extérieur et des moyens étant destinés à maintenir à une valeur sensiblement constante la température d'un fluide placé à l'inté-

rieur à la fois de l'enveloppe chauffante et du récipient intérieur. L'appareil peut être automatisé par l'utilisation d'une unité de gérance ayant pour fonction de commander le cycle de fonctionnement des divers organes intervenant dans l'appareil.

L'invention sera décrite plus en détail en regard des dessins annexés à titre d'exemple non limitatif et sur lesquels :

la figure 1 est une vue schématique, en partie en perspective et en partie sous la forme d'un schéma simplifié d'une forme préférée de réalisation de l'invention, et utilisée pour déterminer la viscosité d'échantillons de liquides ; et

la figure 2 est une coupe verticale schématique de la cellule de mesure du viscosimètre.

Si l'on se réfère d'abord à la figure 1, on voit un viscosimètre 1 destiné à mesurer successivement la viscosité de différents échantillons de liquides contenus dans des flacons 2 disposés sur un transporteur 3 d'échantillons.

Le viscosimètre 1 peut être décrit comme étant du type "à détermination du couple résistant appliqué à un rotor", c'est-à-dire qu'il comporte un rotor 4 mis en rotation à une vitesse constante dans un échantillon de liquide contenu dans un récipient 5, au moyen d'un moteur électrique 27, et le couple nécessaire pour maintenir la vitesse constante du rotor, ce couple dépendant de la force résistante agissant sur le rotor et qui elle-même dépend de la viscosité de l'échantillon de liquide, est déterminé au moyen d'un dispositif de mesure de couple qui produit sur une ligne 7 un signal de sortie mesuré au moyen d'un millivoltmètre enregistreur 8.

La construction du récipient ou de la cellule 5 du viscosimètre est représentée plus clairement sur la figure 2. La cellule de mesure comprend essentiellement une enceinte intérieure verticale 9 à paroi mince, sensiblement cylindrique, fermée à ses extrémités, et une enveloppe cylindrique extérieure 10 à paroi mince, ouverte à ses extrémités et ajustée autour d'une partie extrême inférieure 9a de l'ensemble intérieur 9. Une bague annulaire

11, logée dans une gorge annulaire réalisée sur le pourtour de la partie extrême 9a, dans sa zone supérieure, constitue un joint étanche aux liquides entre l'enceinte 9 et l'enveloppe 10. Un espace annulaire 12 est ménagé entre l'enceinte 9 et l'enveloppe 10 pour recevoir un échantillon de liquide dont la viscosité doit être mesurée, l'échantillon étant introduit dans l'espace 12 au moyen d'un tuyau 13 par lequel il est ensuite évacué de la cellule de mesure après que la mesure de viscosité a été effectuée. Le rotor 4 du viscosimètre n'est pas représenté sur la figure 2, mais il descend dans l'espace annulaire 12 en laissant un petit intervalle entre lui-même et la surface intérieure de l'enveloppe extérieure 10, d'une part, et la surface extérieure de l'enceinte intérieure 9, d'autre part.

Etant donné qu'une mesure de viscosité dépend de la température, il est nécessaire de maintenir la température de l'échantillon de liquide dans la cellule de mesure à une valeur contrôlée étroitement. A cet effet, la cellule de mesure comporte des tuyaux 14 et 15 d'entrée et de sortie destinés à introduire, par exemple, de l'eau dans l'espace délimité à l'intérieur de l'enceinte cylindrique 9, la température de l'eau étant maintenue à une valeur préréglée par une régulation thermostatique. De plus, l'eau dont la température est régulée par une thermostat, est mise en circulation dans une chemise annulaire 16 à eau entourant l'enveloppe extérieure 10. L'enceinte 9 et l'enveloppe 10 peuvent être réalisées en une matière ayant une conductibilité thermique relativement élevée. L'intérieur de l'enceinte 9 et l'intérieur de la chemise à eau 16 peuvent être montés dans le même circuit d'eau.

En se référant de nouveau à la figure 1, on voit que l'appareil de mesure de viscosité comprend en outre un dispositif destiné à faire passer des quantités mesurées d'échantillons de liquides des flacons 2 dans la cellule de mesure, puis à évacuer chaque échantillon après que la mesure de viscosité a été réalisée. Le dispositif comprend essentiellement un échantillonneur à pipette 17, un premier conduit 18 reliant l'échantillonneur 17 au conduit 13 et comprenant

une pompe 19 à échantillon et une électrovane 20, et également un conduit 21 d'évacuation comprenant une électrovane 22 et reliant le conduit 13 à une fiole 23 de vidange équipée d'une pompe à vide 24.

5 Le bout d'aspiration de l'échantillonneur 17 à pipette peut être déplacé vers le haut et vers le bas sous l'action d'une came rotative 25. Le transporteur 3 d'échantillons comporte un mécanisme d'entraînement d'indexage ou pas à pas qui, après chaque pas d'avance, amène le flacon
10 suivant 2 sur le support dans une position d'échantillonnage située immédiatement au-dessous de l'extrémité de l'échantillonneur 17 à pipette lorsque le transporteur est dans sa période de pause. La vitesse de rotation de la came rotative 25 et le mouvement d'indexage du transporteur 3
15 d'échantillons sont en relation mutuelle telle que durant chaque pause du transporteur entre des étapes successives de mouvement, le bout de l'échantillonneur à pipette descende dans l'échantillon de liquide contenu dans le flacon 2 placé en position d'échantillonnage pour permettre le transfert
20 d'une quantité mesurée d'échantillon de liquide vers la cellule de mesure, puis remonte pour permettre l'étape suivante d'indexage du transporteur. Une unité 26 de gérance, comprenant une pendule, commande le fonctionnement du mécanisme d'entraînement du transporteur d'échantillons, la
25 rotation de la came 25, les pompes 19 et 24, les électrovannes 20 et 22 et le millivoltmètre 8.

Le fonctionnement de l'appareil sera à présent décrit. On suppose un état initial dans lequel une quantité mesurée d'un échantillon particulier placée dans la cellule
30 de mesure vient d'avoir fait l'objet d'une mesure de viscosité. Les deux vannes 20 et 22 sont fermées, les pompes 19 et 20 fonctionnent en continu, le bout de l'échantillonneur à pipette est en position d'élévation au-dessus d'une petite quantité restante du même échantillon de liquide (dans le
35 flacon 2 en position d'échantillonnage) que celui contenu dans la cellule 5 de mesure, le transporteur 3 d'échantillons est à l'arrêt et le moteur 27 de commande tourne à une vitesse constante. L'électrovane 22 s'ouvre alors et l'aspiration

appliquée à la fiole 23 de vidange par la pompe à vide 24, associée à l'effet de la pesanteur sur l'échantillon de liquide placé dans la cellule de mesure, provoque une évacuation rapide de cet échantillon de liquide de la cellule de mesure par le conduit 21 de vidange vers la fiole 23 et de cette dernière, par l'intermédiaire de la pompe 24, vers une vidange (non représentée). Lorsque l'échantillon de liquide est complètement évacué, l'électrovanne 22 se ferme, le transporteur 3 d'échantillons avance l'échantillon suivant jusqu'à la position d'échantillonnage, la came 25 fait descendre le bout de l'échantillonneur à pipette 17 dans l'échantillon et, dès que l'électrovanne 20 est ouverte, la pompe 19 d'alimentation peut aspirer une quantité mesurée de l'échantillon et la faire passer par le conduit 18/13 dans la cellule 2 de mesure. Le cycle décrit ci-dessus est répété de façon successive.

Dans un agencement modifié, les pompes 19 et 21 sont mises en marche et arrêtées sélectivement, comme cela est nécessaire, par l'unité 26 de gérance.

En raison de la viscosité de l'échantillon de liquide placé dans la cellule 2 de mesure, une force ou un couple de résistance est exercée sur le rotor 4, à une amplitude qui est étroitement proportionnelle à la viscosité de ce liquide. Le couple développé par le moteur 27 pour maintenir le rotor 4 du viscosimètre en rotation à une vitesse constante et prédéterminée représente donc la viscosité de l'échantillon de liquide, et ce couple est mesuré par le dispositif de mesure de couple pour produire un signal de sortie correspondant sur la ligne 7. Lorsque le millivoltmètre 8 reçoit un signal de validation de l'unité 26 de gérance, il enregistre l'amplitude du signal présent sur la ligne 7 de sortie et/ou affiche la valeur d'une manière convenable pour l'opérateur. L'échantillon de liquide placé dans la cellule de mesure est ensuite évacué de la manière décrite ci-dessus et, comme mentionné, le cycle précédent d'opérations est répété de façon successive pour chaque échantillon afin de permettre la détermination des viscosités respectives des échantillons.

Pour éviter que de petites traces restantes d'un échantillon ne contaminent/se mélangent à l'échantillon suivant, une quantité mesurée de l'échantillon suivant est transférée dans la cellule de mesure à la fin de la vidange de l'échantillon précédent, mais aucune mesure de viscosité n'est effectuée. Le mélange de cette quantité relativement importante de l'échantillon suivant avec toutes traces restantes de l'échantillon précédent sert à éliminer par lavage ces traces restantes des parois et des surfaces intérieures du viscosimètre. La rotation continue du rotor 4 favorise le mélange des traces restantes avec la quantité beaucoup plus grande de l'échantillon suivant. Le contenu de la cellule de mesure est ensuite évacué de la même manière que celle décrite ci-dessus pour un échantillon de liquide sur lequel une mesure a été réalisée. On appréciera que toutes traces restantes d'échantillon de liquide laissées à présent dans la cellule de mesure sont constituées presque à cent pour cent de l'échantillon utilisé pour le lavage. Par conséquent lorsqu'une autre quantité de liquide aspiré à partir du même échantillon de liquide contenu dans le flacon se trouvant encore en position d'échantillonnage est transférée vers la cellule de mesure pour faire l'objet d'une mesure de viscosité, elle se mélange à toutes traces restantes ayant sensiblement une composition identique. De cette manière, la présence de petites traces d'échantillon de liquide se trouvant déjà dans la cellule de mesure élimine pratiquement le risque d'un mélange mutuel, même minimal, des échantillons de liquides avec les inconvénients résultants indiqués précédemment. De préférence, pour obtenir une amélioration encore plus grande, le lavage de la cellule de mesure avec le liquide prélevé sur l'échantillon de liquide suivant à essayer s'effectue en deux (ou plus) étapes consécutives de lavage.

Il est évident que la forme de réalisation décrite et représentée n'est donnée qu'à titre d'exemple. Par conséquent d'autres types de viscosimètres peuvent être substitués au type à détermination du couple résistant appliqué au rotor, décrit ci-dessus. En fait, l'idée d'introduire

plusieurs quantités successives d'échantillons, une à une, dans une cellule de mesure unique ou dans tout autre récipient contenant un échantillon de liquide, et d'utiliser une quantité de chaque échantillon pour éliminer par lavage
5 toutes traces restantes de l'échantillon précédent peut être utilisée pour d'autres types de mesure ou d'essais, effectués sur des échantillons, autres que des mesures de viscosité.

Il va de soi que de nombreuses modifications
peuvent être apportées à la méthode et à l'appareil décrit
10 et représenté sans sortir du cadre de l'invention.

REVENDICATIONS

1. Méthode d'essai de plusieurs échantillons de liquides, par exemple pour déterminer leur viscosité, caractérisée en ce qu'elle utilise un récipient unique à échantillon et un dispositif de traitement d'échantillons qui introduit successivement les échantillons dans le récipient et retire chaque échantillon, après qu'il a été essayé, pour que le récipient soit prêt pour l'échantillon suivant, le récipient vide étant lavé avec une certaine quantité de l'échantillon de liquide suivant, à l'aide du dispositif de traitement d'échantillons, avant qu'une autre quantité de l'échantillon suivant soit introduite dans le récipient pour être essayé.

2. Méthode d'essai selon la revendication 1, caractérisée en ce que le récipient vide est lavé deux fois avec des quantités séparées de l'échantillon de liquide suivant.

3. Appareil d'essai de plusieurs échantillons de liquides, par exemple pour en déterminer la viscosité, caractérisé en ce qu'il comporte un récipient unique (5) à échantillon et un dispositif (13, 17, 18, 19, 20, 21, 22) de traitement d'échantillons ayant pour fonction d'introduire les échantillons les uns à la suite des autres dans le récipient (5) et de retirer de ce dernier chaque échantillon après qu'il a été essayé, pour que le récipient soit prêt pour l'échantillon suivant, le dispositif (13, 17, 18, 19, 20, 21, 22) de traitement d'échantillons étant conçu pour laver le récipient vide (5) avec une certaine quantité de l'échantillon de liquide suivant, avant l'introduction d'une autre quantité de ce même échantillon dans le récipient pour l'essai.

4. Appareil selon la revendication 3, caractérisé en ce que le dispositif (13, 17, 18, 19, 20, 21, 22) de traitement d'échantillons est conçu pour laver le récipient vide deux fois avec des quantités séparées de l'échantillon de liquide suivant.

5. Appareil selon l'une des revendications 3 et 4, caractérisé en ce que le dispositif de traitement d'échan-

tillons comprend un échantillonneur à pipette (17), des moyens (13, 18) d'admission comprenant une pompe (19), reliant l'échantillonneur (17) au récipient (5) à échantillon et destinés à introduire dans ce dernier un échantillon de
5 liquide, et des moyens d'évacuation (13, 21) reliés au récipient (5) à échantillon et destinés à en évacuer l'échantillon de liquide.

6. Appareil selon la revendication 5, caractérisé en ce qu'un seul tuyau (13), destiné à la fois à l'admission
10 de l'échantillon dans le récipient (5) et à son évacuation du récipient (5), communique avec l'intérieur du récipient, à son fond.

7. Appareil selon la revendication 6, caractérisé en ce que les moyens d'admission (13, 18) et les moyens
15 d'évacuation (13, 21) comprennent chacun une électrovanne (20, 22) pouvant être actionnée pour commander sélectivement l'écoulement de l'échantillon vers l'intérieur du conduit (13) et hors de ce dernier.

8. Appareil selon l'une quelconque des revendications 5, 6 et 7, caractérisé en ce que les moyens d'évacuation (13, 21) comprennent une fiole (23) dans laquelle
20 un échantillon de liquide provenant du récipient (5) est vidé, et une pompe à vide (24) qui communique avec la fiole (23) pour faciliter la vidange.

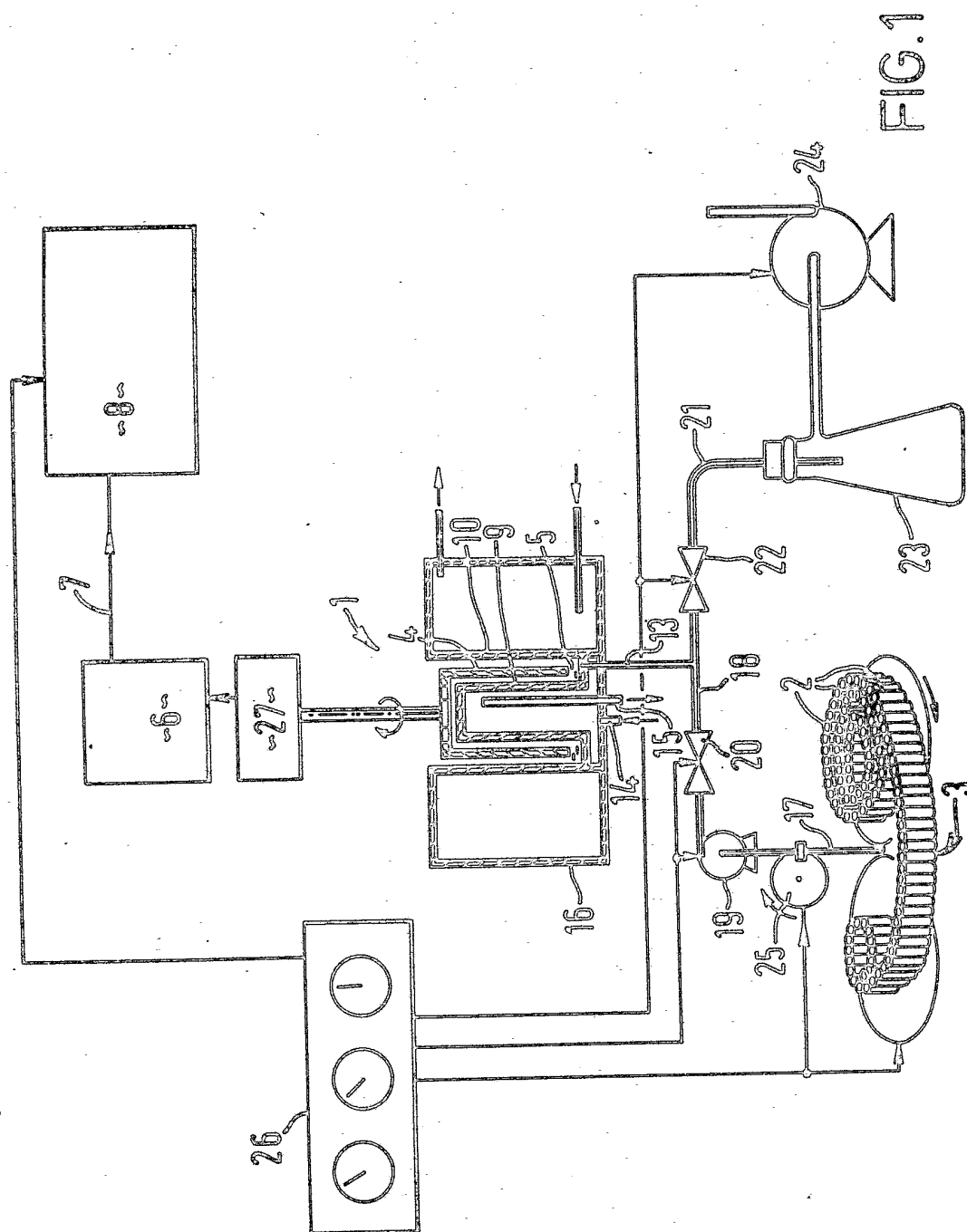
9. Appareil selon l'une quelconque des revendications 5 à 8, caractérisé en ce que le dispositif (13, 17, 18, 19, 20, 21, 22) de traitement d'échantillons comprend
25 en outre un transporteur (3) d'échantillons destiné à faire avancer pas à pas et successivement des échantillons de liquides différents pour les faire passer dans une position d'échantillonnage, et en ce que l'échantillonneur à pipette (17) peut être commandé pour être abaissé dans chaque échantillon placé en position d'échantillonnage, puis élevé à
30 l'écart de l'échantillon, au cours de chaque pause du transporteur (3) entre des pas de mouvements successifs.

10. Appareil selon l'une quelconque des revendications 3 à 9, caractérisé en ce que le récipient (5) fait
35 partie d'un viscosimètre (1) d'un type déterminant un couple

résistant appliqué à un rotor.

11. Appareil selon la revendication 10, caractérisé en ce que le viscosimètre (1) comprend des conteneurs cylindriques verticaux intérieur et extérieur (9, 10) disposés l'un à l'intérieur de l'autre et délimitant entre eux un espace annulaire (12) destiné à contenir l'échantillon de liquide à essayer, une chemise chauffante (16) étant placée autour du conteneur extérieur (10) et des moyens étant destinés à maintenir à une valeur sensiblement constante la température d'un fluide placé à l'intérieur de la chemise chauffante (16) et du conteneur intérieur (9).

12. Appareil selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comporte en outre une unité (26) de gérance destinée à commander le cycle de fonctionnement des divers organes intervenant dans l'appareil.



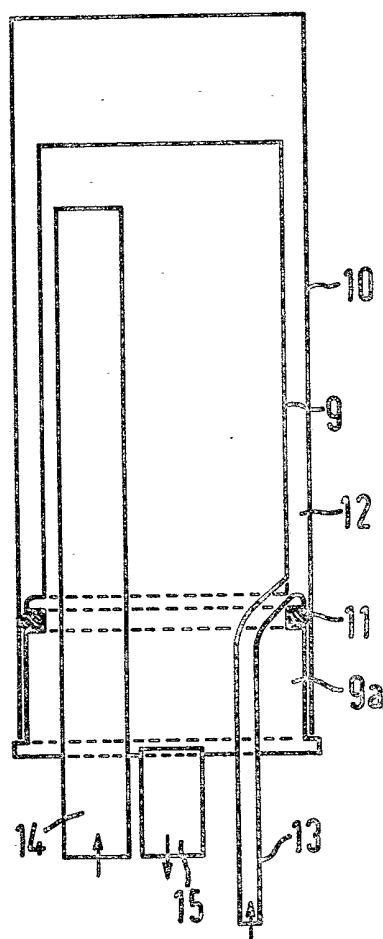


FIG. 2