

(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 janvier 2013 (24.01.2013)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2013/010984 A2

(51) Classification internationale des brevets :
G01N 21/03 (2006.01) *G01N 21/35* (2006.01)
G01N 21/05 (2006.01) *G01N 21/17* (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/EP2012/063897

(22) Date de dépôt international :
16 juillet 2012 (16.07.2012)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
1156650 21 juillet 2011 (21.07.2011) FR

(71) Déposants (pour tous les États désignés sauf US) : **UNIVERSITE DE REIMS CHAMPAGNE ARDENNE** [FR/FR]; Villa Douce, 9 Boulevard de la Paix, F-51097 Reims (FR). **AEROVIA** [FR/FR]; GSMA, Campus Sciences Moulin de la House, BP 1039, F-51687 Reims (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **ZENINARI, Virginie** [FR/FR]; 7 Rue du 14 Juillet, F-51500 Ville En Selve (FR). **JOLY, Lilian** [FR/FR]; 10 Rue des Jardins, F-51400 Les Grandes Loges (FR). **PARVITTE, Bertrand** [FR/FR]; 7 Rue du 14 Juillet, F-51500 Ville En Selve (FR). **DECARPENTERIE, Thomas** [FR/FR]; 4 Rue Albert Réville, F-51100 Reims (FR). **DURRY, Georges** [FR/FR]; 3 Quai François Mauriac, F-75013 Paris (FR). **LE LOARER, Ronan** [FR/FR]; GSMA, Campus Sciences Moulin de la House, B.P. 1039, F-51687 Reims (FR).

(74) Mandataire : **MAUPLIER, Didier**; Schmit-Chrétien, 836 Rue du Mas de Verchant, F-34000 Montpellier (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title : DEVICE FOR DETECTING TRACE GASES

(54) Titre : DISPOSITIF DE DÉTECTION DE TRACE DE GAZ

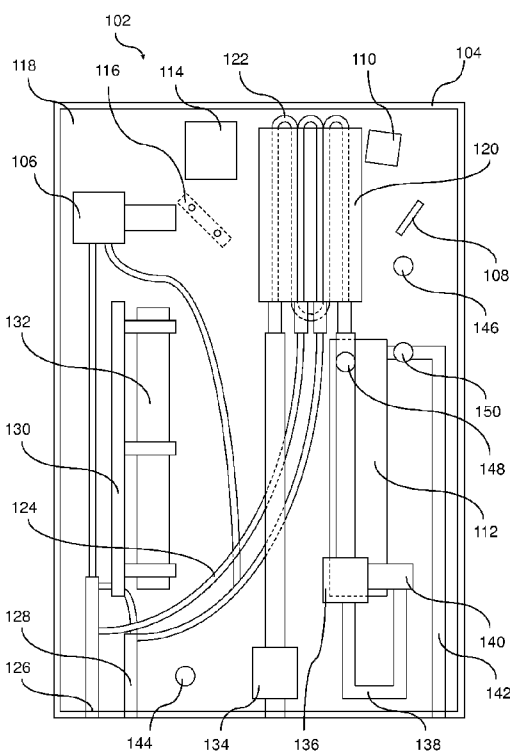


Figure 1

(57) Abstract : The device (102) for detecting trace gases comprises, in a closed casing (104): an analysis cell (112) equipped with means allowing air samples to enter and exit; a laser light source (106) that emits a laser beam intended for said analysis cell; a main photosensitive sensor (156) positioned to receive the laser beam output from said analysis cell and designed to emit a signal that is representative of the light intensity received by said sensor; and a temperature regulating means (144 to 150) designed to keep at a predefined constant temperature, jointly: the laser light source; the air entering into the analysis cell; an optical bench (118) supporting the cell and the laser light source and; the contents of the closed casing.

(57) Abrégé : Le dispositif (102) de détection de traces de gaz comporte, dans un caisson fermé (104): - une cellule d'analyse (112) munie de moyens d'entrée et de sortie d'échantillons d'air, - une source d'émission laser (106) qui émet un rayon laser à destination de ladite cellule d'analyse, - un capteur photosensible principal (156) positionné pour recevoir le rayon laser sortant de ladite cellule d'analyse et adapté à émettre un signal représentatif de l'intensité lumineuse reçue par ledit capteur et - un moyen de maintien (144 à 150) en température adapté à maintenir à une température prédéterminée constante, conjointement: - la source d'émission laser, - l'air entrant dans la cellule d'analyse, - un banc optique (118) supportant la cellule et la source d'émission laser et - le contenu du caisson fermé.



MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(84) États désignés (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible*) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ,

Publiée :

— *sans rapport de recherche internationale, sera republiée dès réception de ce rapport (règle 48.2.g)*

DISPOSITIF DE DÉTECTION DE TRACE DE GAZ

La présente invention concerne un dispositif de détection de traces de gaz. Elle s'applique, en particulier, à la détection de trace de gaz représentatifs d'une pollution de l'air ou de danger sur un site.

On connaît des dispositifs complexes de détection de traces de gaz par
5 détection d'absorption d'énergie lumineuse à une longueur d'onde caractéristique de ce gaz. Ces systèmes sont lourds et donc limités à une utilisation statique, en laboratoire. Des échantillons d'air sont prélevés sur site puis utilisés en laboratoire.

Ils ne permettent donc pas une analyse rapide, voire en temps réel, de la qualité de l'air avec des centaines, voire des milliers de prélèvements et, encore
10 moins, par analyse continue de l'air pendant le déplacement du dispositif.

La présente invention vise à remédier à ces inconvénients.

A cet effet, la présente invention vise un dispositif de détection de traces de gaz qui comporte, dans un caisson fermé :

- une cellule d'analyse munie de moyens d'entrée et de sortie d'échantillons
15 d'air,
- une source d'émission laser qui émet un rayon laser à destination de ladite cellule d'analyse,
- un capteur photosensible principal positionné pour recevoir le rayon laser sortant de ladite cellule d'analyse et adapté à émettre un signal représentatif de
20 l'intensité lumineuse reçue par ledit capteur et
- un moyen de maintien en température adapté à maintenir à une température prédéterminée constante, conjointement :
 - la source d'émission laser,
 - l'air entrant dans la cellule d'analyse,
 - 25 - un banc optique supportant la cellule et la source d'émission laser et
 - le contenu du caisson fermé.

Grâce à ces dispositions, tous les éléments se trouvant dans le caisson ainsi que l'air ambiant sont maintenus à une température constante. La précision de la détection est ainsi améliorée.

En particulier, grâce à la thermalisation de la source d'émission laser, il n'est pas nécessaire d'asservir le laser en fréquence d'émission.

De plus, le dispositif est autonome et n'a pas besoin de re-calibration. Enfin, le dispositif peut être miniaturisé pour tenir dans un véhicule, par exemple une
5 camionnette afin de prélever, en continu, de l'air ambiant et réaliser une cartographie précise des traces de gaz détectées.

Selon des caractéristiques particulières, la source d'émission laser est de type laser à cascade quantique (« QCL » ou « Quantum Cascade Laser »).

La technologie laser à cascade quantique (« QCL ») offre une gamme de
10 lasers dans le moyen infrarouge qui rend accessible les longueurs d'onde caractéristiques d'un très vaste ensemble de molécules complexes.

Selon des caractéristiques particulières, le dispositif objet de la présente invention comporte, en outre, un laser visible et un support de miroir adapté à réfléchir le faisceau laser issu du laser visible sur le chemin optique de la source
15 d'émission laser.

Ce laser visible permet, grâce à un miroir amovible positionné sur le chemin optique de la source d'émission laser, de visualiser le chemin optique et de positionner correctement les miroirs et la cellule d'analyse.

Selon des caractéristiques particulières, le caisson est un caisson étanche
20 doublé de mousse thermique à l'intérieur.

Selon des caractéristiques particulières, le dispositif objet de l'invention comporte une bouteille d'air sec sous pression dont la sortie est reliée à l'intérieur du caisson. Cette bouteille d'air sec permet de purger le gaz, et donc l'humidité, dans le caisson.

25 Selon des caractéristiques particulières, le dispositif objet de l'invention comporte, à l'intérieur du caisson, au moins un ventilateur supporté à travers le banc optique.

Grâce à ces dispositions, la transmission des vibrations du ventilateur aux éléments optique est réduite. En effet, l'homme du métier est dissuadé de prévoir un
30 ventilateur à proximité d'éléments d'un banc optique, tant le premier est source de vibrations et le second doit être protégé des vibrations. En supportant le ventilateur, par des ouvertures réalisées dans le banc optique, les vibrations du ventilateur sont transmises à un support sans passer par le banc optique.

Selon des caractéristiques particulières, le moyen de maintien en température comporte un échangeur de chaleur mettant en température, par conduction thermique, ledit banc optique.

5 Selon des caractéristiques particulières, le dispositif objet de l'invention comporte un moyen de pompage de l'air présent dans la cellule d'analyse. Ainsi, le gaz échantillon est pompé en sortie pour maintenir la cellule d'analyse sous faible pression.

10 Selon des caractéristiques particulières, au moins une électrovanne, placée en amont de la cellule d'analyse, est asservie à une mesure de pression en entrée de la cellule d'analyse l'ouverture de l'électrovanne provoquant une variation de la pression à l'intérieur de la cellule d'analyse.

Selon des caractéristiques particulières, une partie de la lumière émise par la source d'émission laser réfléchiée sur la surface transparente en entrée de la cellule d'analyse est reçue, par l'intermédiaire d'un barreau de Germanium, par un capteur
15 photosensible secondaire. Le signal en sortie de ce capteur photosensible secondaire sert de référence d'émission de la source d'émission laser.

Cette boucle de contre-réaction permet d'éviter un asservissement du laser.

D'autres avantages, buts et caractéristiques particulières de la présente invention ressortiront de la description qui va suivre faite, dans un but explicatif et
20 nullement limitatif en regard des dessins annexés, dans lesquels :

- la figure 1 représente, schématiquement et en vue de dessus, un mode de réalisation particulier du dispositif objet de la présente invention,
- la figure 2 représente, schématiquement et en vue de dessus, le dispositif de la figure 1 après retrait d'un échangeur de chaleur,
- 25 - la figure 3 représente, schématiquement et de côté, le dispositif illustré en figures 1 et 2 et
- la figure 4 illustre, sous forme de logigramme, des étapes du procédé de mise en œuvre du dispositif illustré en figures 1 à 3.

On note que les figures ne sont pas à l'échelle.

30 On observe, en regard des figures 1 à 3, que, dans un mode de réalisation particulier, le dispositif 102 objet de l'invention comporte trois parties principales :

- une partie de traitement de l'échantillon d'air,
- une partie thermique et
- une partie optique.

La partie de traitement de l'échantillon d'air comporte :

- une cellule d'analyse 112,
- des tubulures de passage d'air d'échantillon 122,
- un filtre 134,
- 5 - une électrovanne 136,
- un tuyau d'air d'échantillon 138,
- un capteur de pression d'air 140 et
- un tuyau de sortie d'air d'échantillon 142.

Une pompe (non représentée) pompe l'air d'échantillon en sortie du tuyau
10 142. La cellule d'analyse 112 est de type aérodynne à miroirs toroïdaux. Moyennant
l'injection d'un rayon laser sur un axe d'entrée prédéterminée, ce rayon parcourt
exactement 76 mètres avant de ressortir de la cellule d'analyse. Les tubulures de
passage d'air d'échantillon 122 font parcourir à l'échantillon d'air, quatre fois la
longueur d'un échangeur de chaleur 120. Le filtre 134 est de type connu.
15 L'électrovanne 136 est asservie à la pression mesurée par le capteur de pression
d'air entrant 140. La pression à l'intérieur de la cellule est ainsi maintenue à 40 mbar
+/- 4 10⁻³ mbar.

La partie thermique comporte :

- un caisson 104,
- 20 - l'échangeur de chaleur 120 (en figures 1 et 3 uniquement),
- des tuyaux de passage d'eau de thermalisation 124,
- une entrée d'eau de thermalisation 126,
- une sortie d'eau de thermalisation 128,
- un radiateur 130,
- 25 - deux ventilateurs 132,
- deux capteurs de température de l'air dans le caisson, 144 et 146,
- deux capteurs de température d'entrée et de sortie d'air d'échantillon, 148 et
 150 et
- un échangeur de chaleur 166.

30 Le caisson 104 est étanche. Il est, préférentiellement peint en blanc, pour
limiter les rayonnements et doublé, à l'intérieur, d'une mousse thermique. Les
échangeurs de chaleur 120 et 166 ont des fonctions différentes. Reliés à la même
source d'eau de thermalisation, le premier thermalise, par convection, l'air
constituant l'échantillon et le second thermalise, par conduction, le banc optique 118.

On note que les tuyaux d'amenée et de sortie d'eau, notamment ceux de l'échangeur 166, ne sont pas représentés en figure 3.

Le radiateur 130 et les deux ventilateurs 132 qui lui sont associés thermalisent l'air ambiant dans le caisson 104. On observe que la source principale d'émission laser 106 est, elle aussi, thermalisée par le circuit de thermalisation à eau, par l'intermédiaire de tuyaux 124.

La température de l'eau de thermalisation est asservie aux signaux sortant des capteurs de température de l'air dans le caisson, 144 et 146 et des capteurs de température d'entrée et de sortie d'air d'échantillon, 148 et 150. L'air de l'échantillon ainsi que l'air ambiant dans le caisson 104 sont ainsi maintenus à une température de $25\text{ }^{\circ}\text{C} + /- 15\text{ }10^{-3}\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Grâce à la thermalisation de la source d'émission laser 106, il n'est pas nécessaire d'asservir le laser en fréquence d'émission.

La partie optique comporte :

- une source principale d'émission laser 106,
- un premier miroir plan 108,
- un capteur photosensible principal 156 (figure 2),
- un capteur photosensible secondaire 110,
- une source secondaire d'émission laser 114,
- un support 116 pour un miroir plan amovible,
- un banc optique 118 et
- deux miroirs plans 152 et 154 (figure 2).

La source principale d'émission laser 106 est de type laser à cascade quantique (« QCL » ou « Quantum Cascade Laser »). La technologie laser à cascade quantique (« QCL ») offre une gamme de lasers dans le moyen infrarouge qui rend accessible les longueurs d'onde caractéristiques d'un très vaste ensemble de molécules complexes. Comme illustré en figure 2, quatre chemins optiques sont suivis par différents rayons lumineux, en dehors de la cellule d'analyse 112. Un chemin optique principal d'entrée de rayons laser dans la cellule 112 comporte la source laser 106, munie d'une optique, le miroir 108 et le miroir 154. Lorsqu'un miroir plan amovible (non représenté) est positionné sur le support 116, un rayon laser visible émis par la source secondaire 114 se reflète sur ce miroir et suit, ensuite, le même chemin optique que le rayon laser issu de la source principale 106. On peut ainsi visualiser, grâce au rayon visible, ce chemin optique principal et positionner les

miroirs 108 et 154 avec précision. En sortie de la cellule d'analyse 112, le rayon laser se reflète sur le miroir 152 et atteint le capteur photosensible principal 156. Celui-ci fournit un signal représentatif de l'absorption d'énergie lumineuse dans l'échantillon d'air présent dans la cellule d'analyse 112.

5 Enfin, une partie du rayon laser se reflète sur la face d'entrée de la cellule d'analyse 112 et atteint, par l'intermédiaire d'un barreau de Germanium, le capteur photosensible secondaire 110. Le signal électrique émis par le capteur photosensible 110 sert de référence pour la calibration du signal sortant du capteur photosensible 156. Cette boucle de contre-réaction permet d'éviter un asservissement du laser.

10 Ensemble, les signaux issus des capteurs photosensibles 110 et 156 permettent de déterminer avec une grande sensibilité et une grande précision, la proportion de traces d'un gaz absorbant la longueur d'onde émise par la source 106, dans l'échantillon. A cet effet, on met en œuvre la loi de Bert-Lambert.

De plus, le dispositif 102 comporte :

- 15 - des silent-blocs 160 de supports de banc optique,
 - des pieds de support de radiateur 162 et
 - des silent-blocs 164 de pieds de support de radiateur.

Préférentiellement, le dispositif 102 comporte, à l'intérieur du caisson 104, au moins un ventilateur 132 supporté à travers le banc optique 118. En supportant
20 chaque ventilateur 132, par des ouvertures réalisées dans le banc optique 118, les vibrations de ce ventilateur 132 sont transmises à un support sans passer par le banc optique 118. Par exemple, chaque ventilateur 132 est supporté par le support de l'échangeur 130. La séparation du support de l'échangeur 130, qui porte les ventilateurs 132 et du support du banc optique 118, ainsi que la présence de silent-
25 blocs entre eux permet de réduire les vibrations du banc optique 118.

Une bouteille d'air sec sous pression (non représentée) permet de purger le gaz (et donc l'humidité) dans le caisson 104 et dans la cellule d'analyse 112.

Les inventeurs ont obtenus les caractéristiques suivantes pour un dispositif objet de la présente invention :

- 30 - précision < 1%,
 - rapidité : 1-10 Hz,
 - stabilité : 2-4 semaines,
 - capacité à effectuer des mesures de « terrain » entre - 5 °C et 55 °C, et
 - autonomie : pas besoin de re-calibration.

Les applications de la présente invention comprennent la détection de :

- gaz à effet de serre : N_2O , CH_4 , CO_2 ...,
- traceurs atmosphériques : isotopes,
- pollution atmosphérique : SO_2 , ...

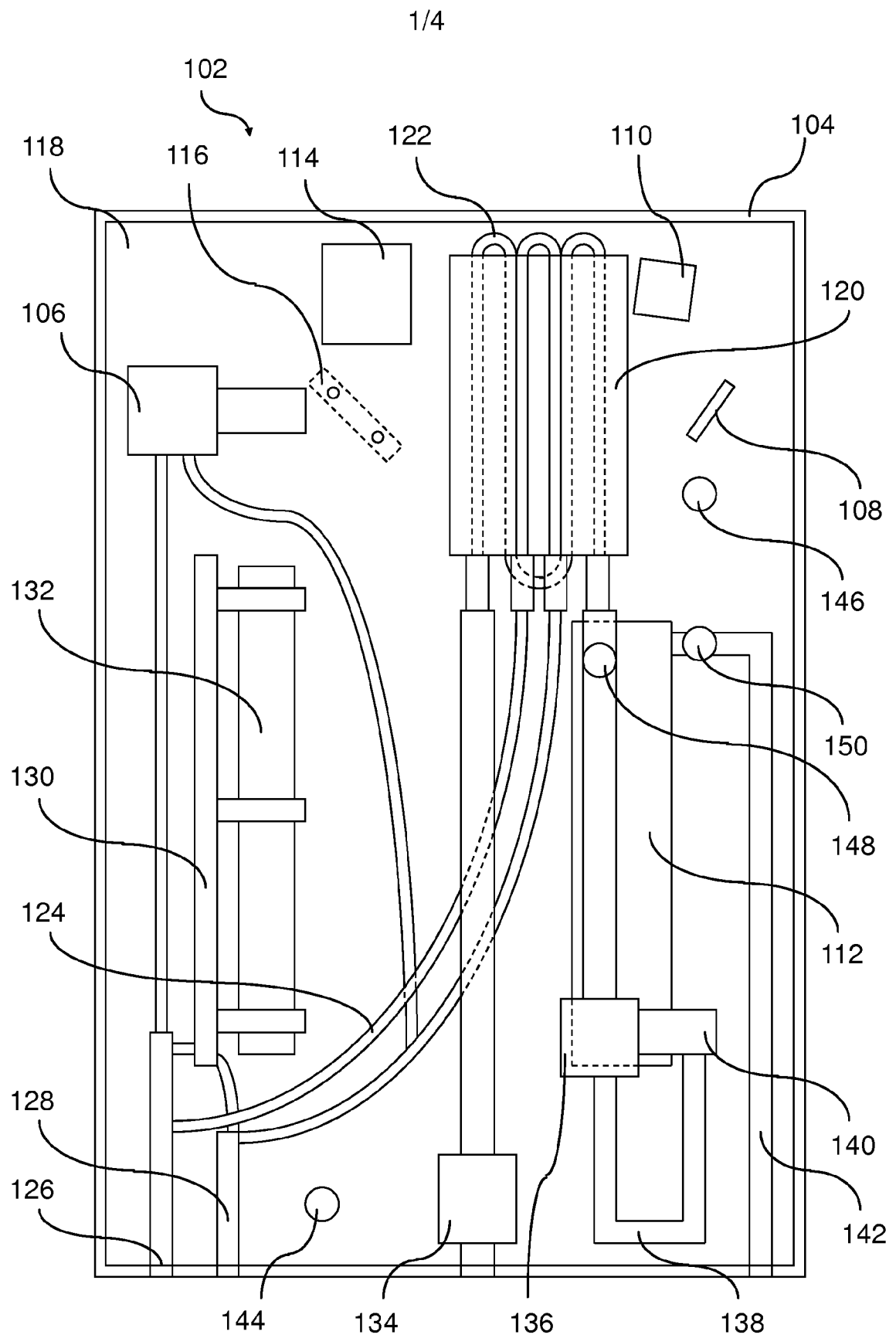
5 Comme on l'observe en regard de la figure 4, pour mettre en œuvre le dispositif illustré en figures 1 à 3, on effectue, d'abord, une étape 200 de mise en fonctionnement, c'est-à-dire, notamment de mise sous tension des composants et éléments du dispositif 102. Puis, au cours d'une étape 205, on attend que le
10 dispositif 102 atteigne son équilibre thermique, en fonction des signaux représentatif de chaleur sortant des capteurs 144 à 150 et de données d'apprentissage. Au cours d'une étape 210, on purge le caisson 104 et la cellule d'analyse 112, avec le contenu de la bouteille d'air sec sous pression.

 Au cours d'une étape 215, on allume la source d'émission laser 106. Au cours d'une étape 220, on prélève un échantillon d'air. En particulier, le dispositif 102
15 pouvant être monté sur un véhicule, le prélèvement d'échantillons peut être continu et géolocalisé. Au cours d'une étape 225, on mesure l'intensité lumineuse reçue par le capteur photosensible 156. Au cours d'une étape 230, on mesure l'intensité lumineuse reçue par le capteur photosensible 110. Au cours d'une étape 235, on détermine la concentration, dans l'air de l'échantillon, d'une molécule qui absorbe la
20 longueur d'onde émise par la source 106. Puis, on retourne à l'étape 220.

REVENDICATIONS

1. Dispositif (102) de détection de traces de gaz, caractérisé en ce qu'il comporte, dans un caisson fermé (104) :
 - une cellule d'analyse (112) munie de moyens d'entrée et de sortie d'échantillons d'air,
 - 5 - une source d'émission laser (106) qui émet un rayon laser à destination de ladite cellule d'analyse,
 - un capteur photosensible principal (156) positionné pour recevoir le rayon laser sortant de ladite cellule d'analyse et adapté à émettre un signal représentatif de l'intensité lumineuse reçue par ledit capteur et
 - 10 - un moyen de maintien (144 à 150) en température adapté à maintenir à une température prédéterminée constante, conjointement :
 - la source d'émission laser,
 - l'air entrant dans la cellule d'analyse,
 - un banc optique (118) supportant la cellule et la source d'émission
 - 15 laser et
 - le contenu du caisson fermé.
2. Dispositif selon la revendication 1, dans lequel la source d'émission laser (106) est de type laser à cascade quantique (« QCL » ou « Quantum Cascade Laser »).
3. Dispositif selon l'une des revendications 1 ou 2, qui comporte, en outre, une
- 20 source (114) d'émission laser visible et un support (116) de miroir adapté à réfléchir le faisceau laser issu du laser visible sur le chemin optique de la source d'émission laser.
4. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 3, dans lequel le caisson (104) est un caisson étanche doublé de mousse thermique à l'intérieur.
- 25 5. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 4, qui comporte une bouteille d'air sec sous pression dont la sortie est reliée à l'intérieur du caisson (104).
6. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 5, qui comporte, à l'intérieur du caisson (104), au moins un ventilateur (132) supporté à travers le banc optique (118).

7. Dispositif selon la revendication 6, dans lequel au moins un dit ventilateur (132) est supporté, à travers le banc optique (118), par le support du moyen de maintien en température.
8. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 7, dans lequel le moyen de maintien en température comporte un échangeur de chaleur (120) mettant en température, par conduction thermique, ledit banc optique (118).
9. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 8, qui comporte un moyen de pompage de l'air présent dans la cellule d'analyse.
10. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 9, dans lequel au moins une électrovanne (136), placée en amont de la cellule d'analyse, est asservie à une mesure de pression en entrée de la cellule d'analyse, l'ouverture de l'électrovanne provoquant une variation de la pression à l'intérieur de la cellule d'analyse.
11. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 10, dans lequel une partie de la lumière émise par la source d'émission laser (106) est réfléchiée sur une surface transparente en entrée de la cellule d'analyse (112) et reçue, par l'intermédiaire d'un barreau de Germanium, par un capteur photosensible secondaire (110).



2/4

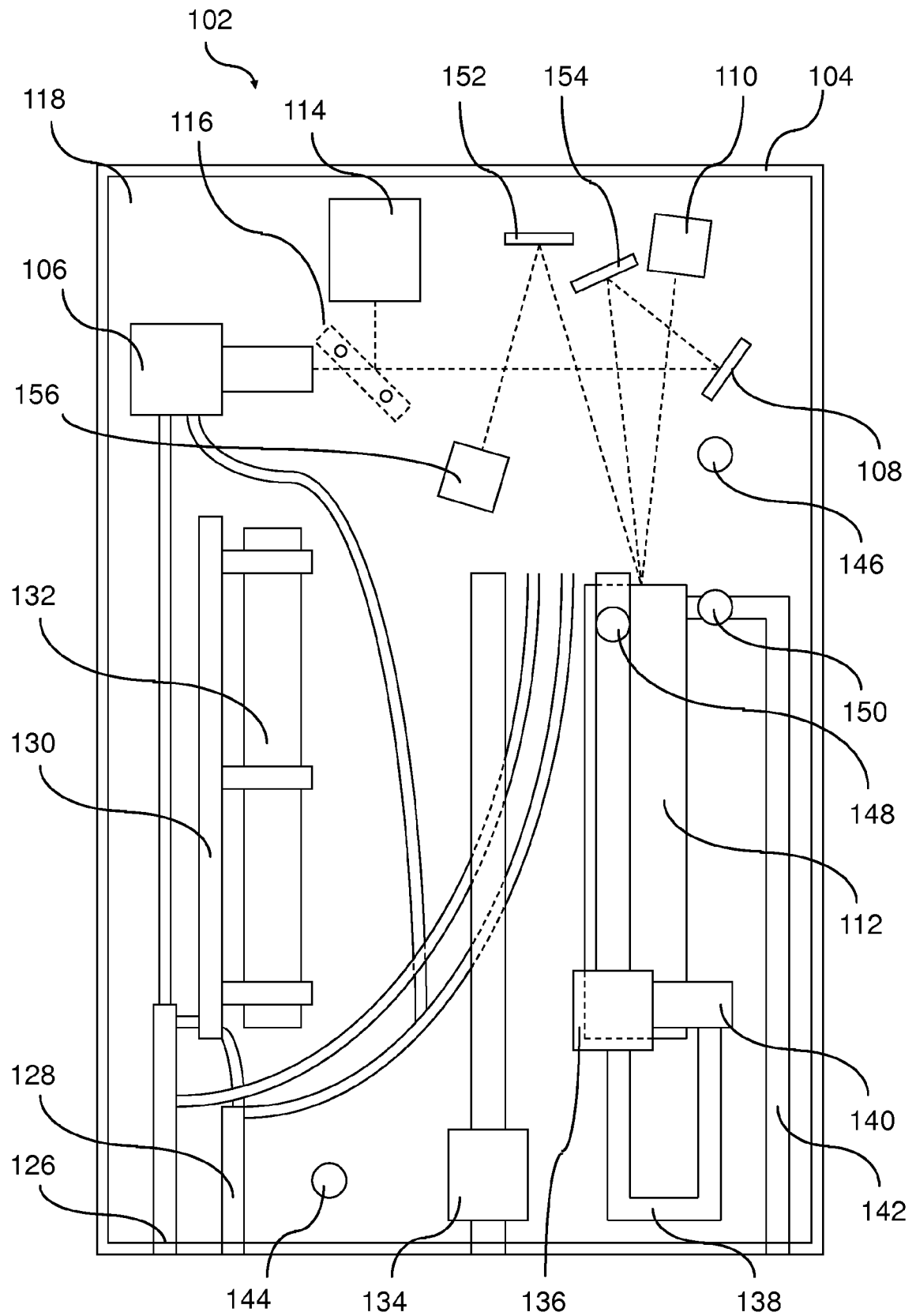


Figure 2

3/4

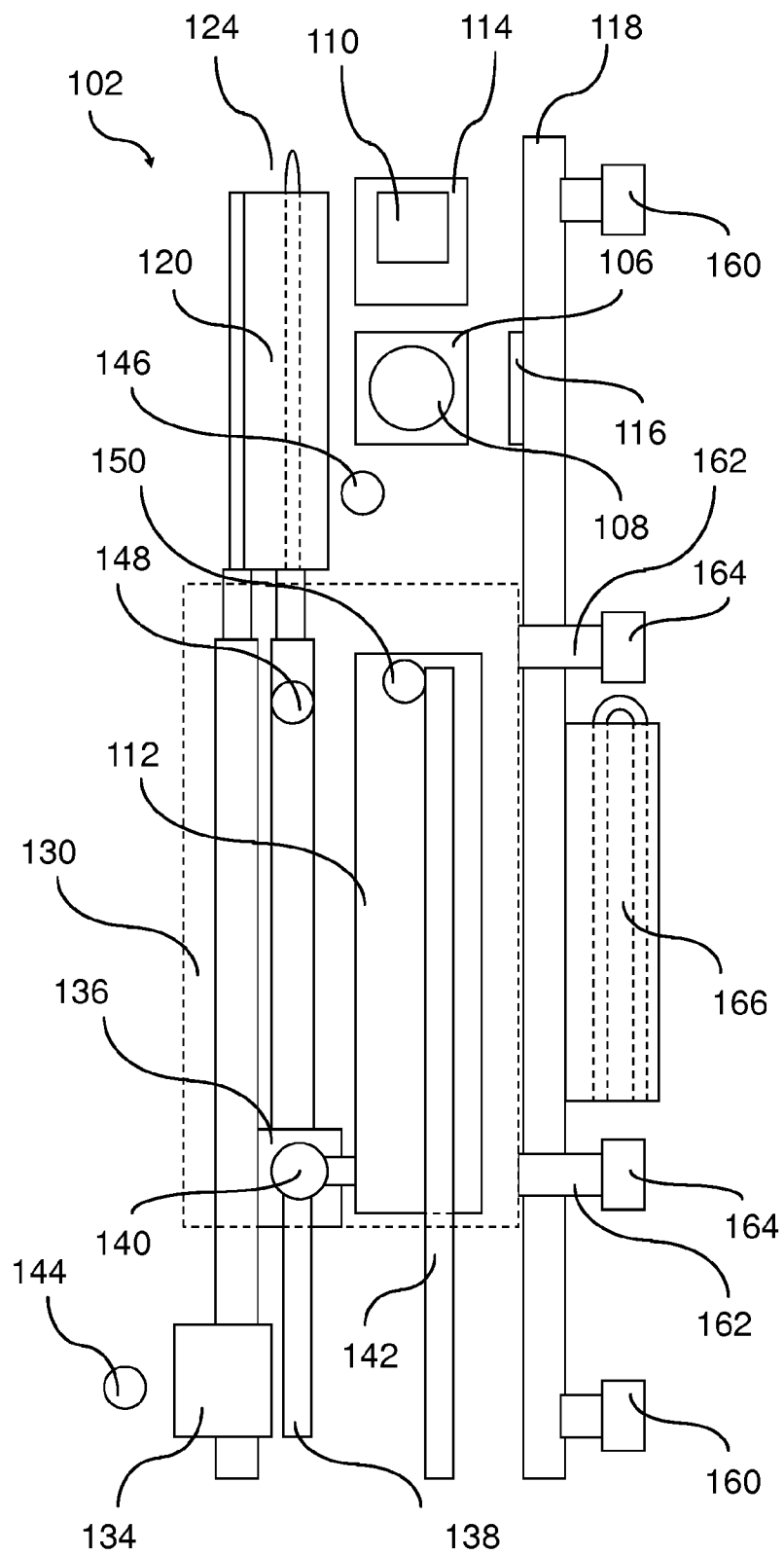


Figure 3

4/4

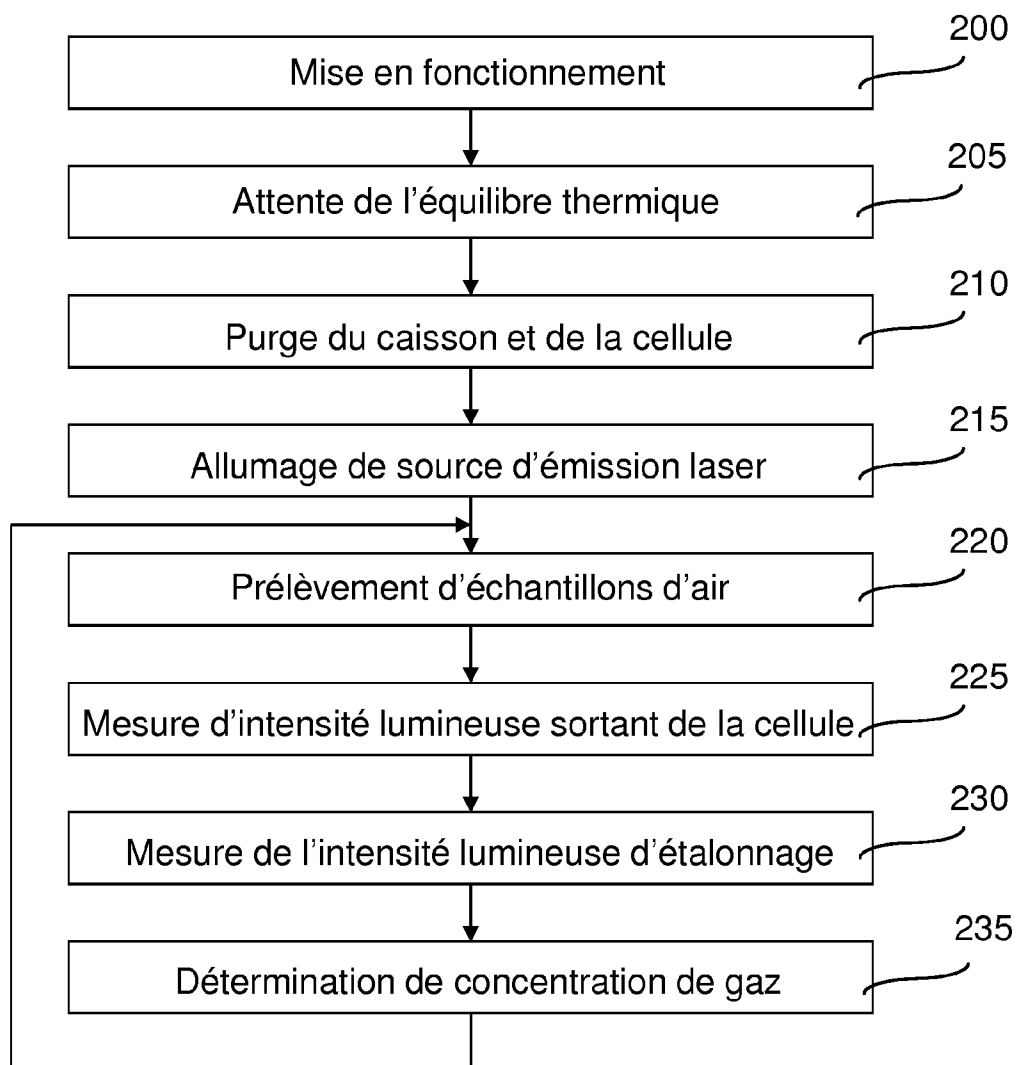


Figure 4