

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 580 808

②1 N° d'enregistrement national :

85 05999

⑤1 Int Cl⁴ : G 01 N 1/10.

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 19 avril 1985.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 43 du 24 octobre 1986.

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

⑦1 Demandeur(s) : ASSOCIATION POUR LA RECHERCHE
ET LE DEVELOPPEMENT DES METHODES ET PROCES-
SUS INDUSTRIELS (ARMINES) ASSOCIATION LOI 1901.
— FR.

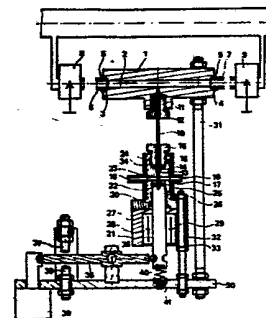
⑦2 Inventeur(s) : Dominique Richon et Serge Laugier.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Michel Bruder.

⑤4 Dispositif automatique de micro-échantillonnage et d'injection de fluides sous pression.

⑤7 Dispositif automatique de micro-échantillonnage et d'in-
jection de fluides sous pression comprenant deux canalisations
de traversée, l'une pour le fluide 2, l'autre pour le vecteur 17
conduisant les échantillons vers un instrument d'analyse. Les
deux canalisations peuvent communiquer brièvement et auto-
matiquement par un passage 10 par l'intermédiaire de la mise
en œuvre d'un système à vérin 39 et levier 35, selon des
consignes programmées, permettant une rupture d'étanchéité
23 à l'intérieur de la pièce d'injection 16 chauffée.



FR 2 580 808 - A1

1 L'invention a pour objet un dispositif automatique de micro-échantillonnage et d'injection de fluides sous pression en vue d'analyse après transfert dans le flux d'un vecteur qui peut être liquide ou gazeux.

5 Le prélèvement d'échantillons sous haute pression est extrêmement délicat. Les méthodes courantes de prélèvement ont de nombreux inconvénients (voir brevet n° 8003674). Le dispositif faisant l'objet du brevet 8003674 permettait d'éviter les inconvénients cités dans son texte. Il apportait en plus un moyen de
10 contrôle automatique des procédés de fabrication dans une boucle : échantillonnage en sortie de réacteur - analyse des échantillons - commande d'optimisation du fonctionnement du réacteur. Au sens du prélèvement seul, le dispositif précité s'avère un outil extrêmement précieux. Par contre, les échantillons prélevés doivent être
15 véhiculés par un vecteur, ce qui est difficile ou voire impossible si l'échantillon est un liquide constitué de composés à hauts points d'ébullition et si le vecteur est un gaz à température nettement inférieure au point d'ébullition d'un ou plusieurs des composés du mélange. Une vaporisation lente ou imparfaite dans le circuit
20 d'un chromatographe en phase gazeuse conduit à une analyse imprécise ou fausse.

Le but de l'invention est de proposer un nouveau dispositif ayant les avantages de celui décrit dans le brevet n° 8003674, mais en plus permettant l'injection et la vaporisation d'un
25 liquide dans un circuit d'analyse. Un autre but de l'invention est de permettre l'échantillonnage de manière automatique, le pilotage pouvant être assuré par microprocesseur ou temporisateur. Le tarage de l'appareillage d'analyse est réalisé de manière permanente grâce à un débit permanent et constant du vecteur
30 fluide.

1 Ces buts sont atteints avec le dispositif selon l'invention
qui va être décrite ci-dessous grâce au fait qu'il comprend une
première canalisation de traversée pour le fluide, une seconde
canalisation de traversée pour le vecteur, un passage de communi-
5 cation entre les deux canalisations, un organe commandable d'obtu-
ration normale et d'ouverture transitoire du passage de communi-
cation et sa motorisation et une enveloppe chauffante au niveau
du passage de communication entre les deux canalisations. La
première canalisation peut être branchée, comme il est connu en soi,
10 en dérivation par rapport à une canalisation principale transportant
dans les unités de fabrication le fluide à analyser. Par asservis-
sement intermittent périodique ou programmé de l'ouverture de
l'organe d'obturation et d'ouverture au moyen de l'organe de commande
motorisé, on assure l'automatisation des échantillonnages.

15 Selon un mode de réalisation, l'organe commandable
d'obturation est une aiguille effilée reposant sur l'extrémité
d'un capillaire métallique sous l'action d'une force élastique
supérieure à la force de pression agissant à l'intérieur du capil-
laire, débouchant à son autre extrémité à l'intérieur de la cana-
20 lisation de traversée pour le fluide. L'aiguille fixée axialement
sur une tige métallique est mobile en translation sous l'action
d'un bras de levier couplé à la tige métallique coulissant dans un
guide tubulaire. Dans la tige métallique, à la place de l'aiguille
effilée, on aurait tout aussi bien pu fixer un petit cylindre en
25 - polymère, exemple : viton, kalrez, etc... Il est avantageux que le
guide tubulaire soit une douille à billes pour limiter les forces
de frottement s'opposant à la translation de la tige métallique.

 Selon un mode de réalisation, la chambre contenant l'organe
d'obturation est chauffée à l'aide d'une résistance électrique
30 - enroulée en hélice et isolée thermiquement de la canalisation de
traversée pour le fluide au moyen d'isolants en graphite. Lors de
l'échantillonnage, le fluide débouchant à l'extrémité du capillaire,
du côté de la canalisation de traversée du vecteur, est ainsi chauffé
si sa vaporisation est nécessaire, et balayé immédiatement par le
35 - vecteur. Le meilleur résultat est obtenu lorsque le capillaire débouche
perpendiculairement et au centre de la canalisation cylindrique de
traversée du vecteur.

1 Selon un mode de réalisation, la commande d'obturation est réalisée par action, entre deux butées réglables, d'un vérin hydraulique à double effet agissant sur le bras de levier couplé à la tige métallique supportant l'aiguille d'obturation.

5 D'autres caractéristiques et avantages ressortiront de la description qui sera donnée ci-après, uniquement à titre d'exemple, d'un mode de réalisation de l'invention ; on se référera au dessin joint dans lequel :

La figure 1 est une vue en coupe axiale d'un dispositif
10 selon l'invention.

Le dispositif représenté à la figure 1 comprend plusieurs parties assemblées à savoir une pièce métallique 1 cylindrique en coupe transversale, contenant une canalisation de traversée 2 pour le fluide à échantillonner ; à chaque extrémité 3 et 4 sont soudées 5 des tubulures, 6,7, raccordées à des vannes de fermeture 8,9. La
15 pièce 1 est percée de manière à permettre le passage d'un capillaire 10 fixé de manière étanche par un système cône-bague 11 écrasé à l'aide d'une vis percée axialement 12. L'autre extrémité 13 du capillaire 10 est fixée de manière étanche de la même façon que précédemment, c'est-à-dire au moyen du système cône-bague 14 et une vis 15
20 sur la pièce d'injection 16. Le capillaire débouche dans la canalisation de traversée pour le vecteur 17. Les tubes soudés 18 et 19 permettent le raccordement à un instrument d'analyse. L'alésage 20, pratiqué axialement dans la pièce d'injection 16, reçoit une tige
25 métallique 21 supportant une aiguille effilée 22 venant prendre appui de manière étanche contre l'extrémité 13 du capillaire. La tige métallique 21 étant coulissante, il est possible de rompre, à volonté, l'étanchéité 23, le capillaire devenant un passage de communication entre la canalisation de traversée pour le fluide 2 et la canalisation de traversée pour le vecteur 17, et ce dans le but de laisser
30 passer des échantillons de fluide à analyser. La pièce métallique 16 est entourée d'une résistance électrique 24, type Thermocoax, permettant une surchauffe de l'échantillon. L'étanchéité entre la tige métallique 21

- H -

1 et son alésage 20 est assurée par un joint polymère 25, type O'Ring,
logé dans une gorge 26. Dans le prolongement de la pièce 16 est
fixée une autre pièce métallique 27 servant de support à une douille
à bille 28, entourant la tige métallique 21. L'assemblage des pièces
5 16 et 27 est obtenu par 3 systèmes "tige filetée-écrous" 29, prenant
appui sur la pièce métallique 30 qui est solidaire de la pièce 1 par
3 systèmes "tige filetée-écrous" 31. Une isolation thermique entre
les pièces 27 et 30 est réalisée par utilisation de canons en graphite
32 et rondelles en graphite 33. De plus, la résistance électrique 24
10 est enveloppée dans un isolant thermique 34. Le bras de levier 35
permet, au cours de sa rotation autour de son axe 36, de faire coulisser
la tige métallique 21 entre deux positions limites déterminées par
les butées réglables 37 et 38. La butée 37 limite l'ouverture de
l'extrémité du capillaire 13 provoquée par le retrait de l'aiguille 22
15 et donc, pour des périodes constantes du mouvement du vérin 39, de
régler la taille de l'échantillon prélevé. La butée 38 sert au
réglage de la force exercée par l'aiguille 22 contre l'extrémité du
capillaire 13 par limitation de l'effort exercé par le ressort 40, dont
la tension est elle-même réglable au moyen de la vis 41. Le vérin 39
20 est asservi par un programmeur (temporisateur ou microprocesseur).

1/ Dispositif automatique de micro-échantillonnage et d'injection de fluide sous pression en vue d'analyse , par exemple par chromatographie, comprenant une première canalisation de traversée pour le produit 2, une seconde canalisation de traversée pour le vecteur 17, un organe commandable d'obturation normale et d'ouverture transitoire d'un passage de communication 10, caractérisé en ce que la seconde canalisation recevant les échantillons entraînés immédiatement dans le flux du vecteur peut être chauffée à volonté à des fins de vaporisation à proximité immédiate de l'admission sous pression des échantillons, et en ce que le système de commande de l'organe d'obturation est manoeuvré par l'intermédiaire d'un asservissement périodique ou programmé rendant les échantillonnages automatiques.

2/ Dispositif selon la revendication 1/ caractérisé en ce que dans la première canalisation de traversée 2 débouche un capillaire métallique de prélèvement 10.

3/ Dispositif selon la revendication 1/ caractérisé en ce que la pièce d'injection 16 est entourée par une résistance chauffante 24.

4/ Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 et 2 caractérisé en ce que l'organe commandable d'obturation est une aiguille effilée 22 venant prendre appui sur l'extrémité du capillaire métallique 13, débouchant dans la seconde canalisation de traversée 17.

5/ Dispositif selon la revendication 4/ caractérisé en ce qu'il comporte un moyen développant une force de rappel élastique réglable 40 de l'aiguille 22 contre l'extrémité du capillaire 13, et un moyen de déplacement longitudinal de l'aiguille 21, 35, 39 contre la force de rappel élastique 40.

6

- 6/ Dispositif selon l'une des revendications 1 et 5 dans lequel l'aiguille 22 est déplacée par l'intermédiaire d'une tige métallique coulissant dans un guide tubulaire 28.
- 7/ Dispositif selon la revendication 6/ caractérisé en ce que ledit guide tubulaire 28 est une douille à bille.
- 8/ Dispositif selon l'une des revendications 1, 4 et 5, caractérisé en ce que la manoeuvre de la tige coulissante 21 est réalisée au moyen d'un bras de levier 35 actionné par utilisation d'un vérin 39.
- 9/ Dispositif selon l'une des revendications 1, 4, 5 et 6 caractérisé en ce que le capillaire métallique 10 débouche perpendiculairement dans l'axe de la canalisation de traversée pour le vecteur 17.
- 10/ Dispositif selon les revendications 1 et 3 caractérisé en ce que la pièce d'injection 16 est isolée thermiquement de la tête de prélèvement 1.

