

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 22.05.97.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 27.11.98 Bulletin 98/48.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

71 Demandeur(s) : GILSON SA SOCIETE ANONYME —
FR.

72 Inventeur(s) : DE TALHOUET PHILIPPE.

73 Titulaire(s) :

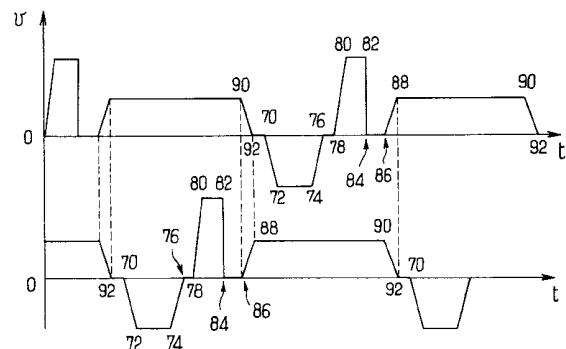
74 Mandataire(s) : REGIMBEAU.

54 PROCÉDE POUR FOURNIR UN FLUIDE A UN ENSEMBLE D'ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE.

57 Dans le procédé pour délivrer un fluide au moyen
d'une chambre de pompage (14) et d'un piston (12), on dé-
place le piston de façon à successivement:

- aspirer un fluide dans la chambre;
- compresser l'intérieur de la chambre;
- refouler du fluide hors de la chambre; et
- décompresser l'intérieur de la chambre.

On détermine une longueur d'une course du piston as-
surant la compression de l'intérieur de la chambre, en vue
de commander précisément la délivrance du fluide.



L'invention concerne les procédés et les dispositifs pour délivrer un fluide, notamment à des fins d'analyse chromatographique.

On connaît d'après le document EP-0 281 294-B1 un
5 procédé pour délivrer un liquide au moyen de deux têtes de pompe disposées en parallèle et comprenant chacune une chambre de pompage et un piston. Chaque tête effectue des étapes successives d'aspiration, de compression, de refoulement et de décompression. Lorsque l'une des têtes
10 n'est pas en refoulement, l'autre tête délivre un débit de fluide excédentaire, en vue de compenser le déficit de débit de l'autre tête. Par la mesure de la durée de la période de temps déficitaire associée à la tête qui ne refoule pas, on peut compenser précisément le déficit de
15 débit. Ce procédé est avantageux lorsque le liquide pompé est un mélange de deux liquides de compressibilité inconnue et variable dans le temps. Ce procédé permet d'obtenir un débit continu.

Toutefois, la vitesse donnée par le moteur à
20 chaque piston lors du refoulement, hors période de compensation, est indépendante de la compressibilité du liquide refoulé à cet instant. Dès lors, le débit instantané produit par le piston peut varier grandement en fonction de cette compressibilité de sorte que la consigne
25 de débit est atteinte avec une précision insuffisante et que des pulsations de pression importantes peuvent apparaître en aval. De plus, dans ce type de procédé, le mélange des liquides s'effectue durant leur acheminement vers les têtes de pompe, lors de la phase d'aspiration, et
30 est commandé durant cette phase par l'ouverture successive de vannes associées aux réservoirs de liquide. La précision de ce mélange dépend donc notamment de la synchronisation de la commande de l'ouverture de la première vanne et du début de la phase d'aspiration. Or,
35 l'instant précis de ce début étant inconnu, le mélange de

liquides est relativement peu précis.

Un but de l'invention est de fournir un procédé pour délivrer un fluide permettant de mieux contrôler les caractéristiques du fluide délivré, notamment l'obtention
5 d'un débit correspondant plus précisément à une valeur de consigne, et le cas échéant la délivrance d'un mélange de proportions précises.

En vue de la réalisation de ce but, on prévoit selon l'invention un procédé pour délivrer un fluide au
10 moyen d'une chambre de pompage et d'un piston, dans lequel on déplace le piston de façon à successivement :

- aspirer un fluide dans la chambre ;
- compresser l'intérieur de la chambre ;
- refouler du fluide hors de la chambre ; et
- 15 - décompresser l'intérieur de la chambre,

et dans lequel on détermine une longueur d'une course du piston assurant la compression de l'intérieur de la chambre, en vue de commander précisément la délivrance du fluide.

20 Ainsi, la connaissance de la longueur de la course de compression, qui est fonction de la compressibilité du fluide compressé, permet de commander le débit du refoulement en fonction de cette compressibilité, et donc avec une plus grande précision. On améliore donc la
25 correspondance entre le débit instantané et la valeur de consigne. De plus, la connaissance de cette longueur permet de prévoir avec une grande précision l'instant où va s'achever la prochaine phase de décompression et où débutera la phase d'aspiration. Il est donc possible, le
30 cas échéant, de commander au bon moment l'ouverture de la première vanne pour l'obtention d'un mélange de fluides de proportions précises.

Avantageusement, pour déterminer ladite longueur, on détermine la fin de la course de compression en
35 détectant par effet Hall la mise en communication de la

chambre avec un conduit de refoulement.

Ainsi, la détection par effet Hall permet de connaître avec une grande précision et une grande rapidité cette mise en communication. On connaît donc d'autant plus vite et d'autant plus précisément la longueur de la course de compression.

Avantageusement, on commande une vitesse du piston durant le refoulement en fonction de la longueur de la course de compression.

10 Ainsi, le débit délivré par le piston est fonction de la compressibilité du fluide. La correspondance entre ce débit et une valeur de consigne est donc plus précise.

Avantageusement, on modifie au moins une fois la vitesse du piston durant le refoulement en fonction d'une pression de fluide en aval de la chambre de pompage.

15 On obtient ainsi une meilleure maîtrise du débit instantané délivré.

Avantageusement, préalablement à la fin de la course de décompression, on détermine une valeur approchée de l'instant où cette fin va se produire, en fonction de la longueur de la course de compression.

Avantageusement, on commande l'ouverture d'une vanne adaptée à mettre la chambre de pompage en communication de fluide avec une source de fluide, en fonction de cette valeur approchée.

25 Ainsi, on commande l'ouverture de la vanne en fonction de la compressibilité du fluide. Dans le cas de la réalisation d'un mélange de fluides en amont, une telle commande des vannes associées aux fluides permet de mieux maîtriser les proportions de ce mélange.

30 Avantageusement, on utilise deux chambres de pompage disposées suivant un circuit de fluide en parallèle et associées chacune à un piston respectif, et on commande les pistons séparément l'un de l'autre.

35 Avantageusement, on commande les pistons de sorte

que l'un des pistons achève la compression de la chambre associée durant le refoulement par l'autre piston, puis demeure immobile avant d'effectuer un prochain refoulement.

5 Avantageusement, on commande simultanément le début du refoulement par l'un des pistons et le début d'une phase terminale du refoulement par l'autre piston.

 Ainsi, chaque piston amorce son refoulement lorsque commence à s'achever le refoulement par l'autre
10 piston. On obtient ainsi une bonne coordination entre les deux pistons, permettant d'éviter les pulsations de pression importantes en aval, tout en adaptant le débit délivré par chaque piston à la compressibilité du fluide, comme le permet l'invention.

15 Avantageusement, on délivre le fluide à des fins d'analyse chromatographique.

 Avantageusement, le fluide est un mélange de deux fluides.

 On prévoit également selon l'invention un
20 dispositif d'alimentation en fluide, comportant une chambre de pompage présentant un orifice d'aspiration et un orifice de refoulement, un piston, et des moyens pour commander le déplacement du piston de façon adaptée à successivement :

- 25 - aspirer un fluide dans la chambre ;
- compresser l'intérieur de la chambre ;
- refouler du fluide hors de la chambre ; et
- décompresser l'intérieur de la chambre,

le dispositif comportant des moyens pour déterminer une
30 longueur d'une course de compression du piston.

 Ce dispositif permet de mettre en oeuvre le procédé selon l'invention.

 Avantageusement, le dispositif comporte un capteur à effet Hall adapté à détecter une circulation de fluide à
35 travers l'orifice de refoulement.

Avantageusement, le dispositif comporte deux chambres de pompage, disposées suivant un circuit de fluide en parallèle, deux pistons associés aux chambres respectives, et des moyens pour commander les pistons séparément l'un de l'autre.

- D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront encore dans la description suivante de trois modes préférés de réalisation donnés à titre d'exemples non limitatifs. Aux dessins annexés :
- 10 - la figure 1 est une vue en coupe axiale d'un conduit de refoulement d'une tête de pompe d'une pompe selon un premier mode de réalisation de l'invention ;
 - la figure 2 est une vue en perspective et en coupe du conduit de la figure 1 ;
 - 15 - la figure 3 est une vue en coupe du suiveur et du capteur des figures 1 et 2 ;
 - la figure 4 est une vue analogue à la figure 1 montrant un deuxième mode de réalisation de l'invention ;
 - la figure 5 est une vue schématique en coupe d'une tête de pompe d'une pompe selon un troisième mode de réalisation de l'invention ;
 - 20 - la figure 6 est un schéma montrant l'organisation générale du circuit de fluide associé à la pompe pour ces trois modes de réalisation; et
 - 25 - la figure 7 est un diagramme du fonctionnement des deux têtes de pompe de la pompe, les deux courbes représentant la vitesse du moteur des têtes respectives en fonction du temps.

En référence aux figures 1, 2, 3, 5 et 7, le premier mode de réalisation de la pompe selon l'invention fait partie d'un ensemble d'analyse chromatographique. Cet ensemble comporte un bloc de réservoirs 2 adapté à l'alimentation de la pompe en solvants, en l'espèce au nombre de deux. La pompe 4 comprend deux têtes de pompe 6 identiques entre elles et disposées suivant un circuit de

fluide en parallèle l'une à l'autre. Le bloc de réservoirs 2 est disposé en amont des deux têtes de pompe 6, en étant relié pour être en communication de fluide avec chacune d'elles. Un organe proportionnant non représenté est
5 interposé entre le bloc de réservoirs 2 et les deux têtes de pompe 6. Il comporte des électrovannes, en l'espèce au nombre de deux, et est adapté à commander l'alimentation de la pompe 4 séparément en chacun des deux solvants. L'ensemble comprend un capteur de pression 8 s'étendant en
10 aval de chaque tête de pompe 6 en étant relié de façon à recevoir du liquide de chacune d'elles. L'ensemble comporte une colonne 10 pour l'analyse chromatographique d'échantillons, communiquant avec le capteur 8 en aval de celui-ci. Le bloc de réservoirs 2, le capteur 8 et la
15 colonne 10 sont d'un type connu.

Pour chaque tête de pompe 6, la pompe comporte un moteur pas à pas respectif adapté à déplacer un piston 12 mobile à translation dans une chambre de pompage 14 de la tête de pompe. Chaque tête de pompe 6 comporte un conduit
20 d'aspiration 16 communiquant en amont avec l'organe proportionnant (et le bloc de réservoirs 2) et en aval avec la chambre de pompage 14. Ce conduit comprend un clapet anti-retour 18 autorisant la circulation d'un liquide en direction de la chambre de pompage 14 et
25 interdisant son retour au bloc de réservoirs 2. Chaque tête de pompe 6 comprend un conduit de refoulement 20 adapté à mettre en communication la chambre de pompage 14 avec le capteur 8. Le tronçon de ce conduit le plus en amont comprend un dispositif de détection 22 s'étendant à
30 l'intérieur d'un carter 24 de la tête de pompe 6 associée, ce carter définissant la chambre de pompage 14.

En référence aux figures 1 et 2, le dispositif de détection 22 comporte un corps métallique 26 comportant un boîtier externe 30 présentant un filetage externe partiel
35 28 adapté à coopérer avec un alésage taraudé du carter 24

pour sa fixation amovible dans le carter 24 de sorte que le dispositif 22 est en communication de fluide avec la chambre de pompage 14. Une partie du boîtier externe 30 émerge à l'extérieur du carter 24. Le corps 26 comporte également un boîtier interne 32 et un embout 34, tous deux de forme générale cylindrique, logés dans le boîtier externe 30 en étant en contact avec celui-ci et délimitant chacun un conduit interne, les deux conduits s'étendant dans le prolongement l'un de l'autre. Un joint d'étanchéité 38 s'étend axialement entre l'embout 34 et le boîtier interne 32. Le conduit de l'embout 34 communique par son extrémité amont avec un conduit du carter 24 (communiquant lui-même avec la chambre de pompage 14) avec interposition axiale d'un joint d'étanchéité 36 entre ceux-ci. Le conduit du boîtier interne 32 communique par son extrémité aval avec un conduit du boîtier externe 30, adapté à recevoir en fixation par vissage un autre tronçon du conduit 20 menant au capteur 8. Un joint d'étanchéité 37 est interposé axialement entre une extrémité aval du boîtier interne 32 et le boîtier externe 30.

Le dispositif 22 comporte un suiveur 40 de forme générale cylindrique allongée, logé dans une chambre 41 du conduit du boîtier interne 32. Le suiveur 40 comporte un plot 42 constitué par un aimant en néodyme. Le suiveur comporte un corps 44 en matière plastique, en l'espèce en PEEK (ou Polyetherethercetone) dans lequel est noyé le plot 42 à une extrémité axiale aval du corps 44. Le suiveur comporte une bille sphérique 46 en rubis, sertie à une extrémité axiale amont du corps 44 opposée au plot 42, la bille émergeant de cette extrémité. Le corps 44, la bille 46 et le plot 42 sont coaxiaux.

Le boîtier interne 32 comporte un siège annulaire 48 en saphir constituant une extrémité axiale amont de la chambre 41 et avec lequel la bille 46 est adaptée à venir en contact étanche et en appui lorsque la pression en aval

de la chambre 41 est supérieure à la pression en amont de celle-ci. De par cette coopération entre la bille 46 et le siège 48, le suiveur 40 et le siège 48 constituent ici un clapet anti-retour interdisant toute circulation de
5 liquide vers l'amont depuis le conduit 20 jusqu'à la chambre de pompage 14 de la tête 6 associée.

Le dispositif 22 comporte également un capteur à effet Hall 50 d'un type connu en soi, et un support de capteur 52 en matière plastique dans lequel sont noyés le
10 capteur 50 et un tronçon d'extrémité des fils de connexion 51 du capteur. Le support 52 est disposé latéralement contre le boîtier externe 30, le boîtier interne 32 et l'embout 34, le capteur 50 s'étendant au voisinage et au niveau du plot 42 suivant la direction radiale à l'axe du
15 dispositif, quelle que soit la position du suiveur 40 dans la chambre 41.

Le filetage partiel 28 du boîtier externe 30 étant incomplet, le support 52 est accolé radialement au boîtier externe 30 et comporte également un filetage externe
20 incomplet de sorte que le boîtier externe 30 et le support 52 définissent un filetage externe complet du dispositif 22, permettant de le visser dans le carter 24 en l'y insérant et par ce moyen de maintenir accolés l'un à l'autre le support 52 et le boîtier externe 30. Le capteur
25 50 et le suiveur 40 sont alors à l'intérieur du carter 24. Dans cette position, un prolongement 54 du support 52 s'étend à l'extérieur du carter 24 et renferme les fils de connexion 51 reliés aux moyens électroniques de commande de la pompe 6. Comme le montre la figure 3, sur laquelle
30 ont été portées des lignes de champ générées par l'aimant 42, le capteur 50 est disposé pour détecter avec une grande sensibilité les variations de flux magnétique dues aux mouvements suivant la direction axiale du suiveur 40 dans la chambre 41.

35 La pompe 4 comporte des moyens électroniques à

microprocesseur pour la commande du fonctionnement de la pompe. Pour chaque tête de pompe 6, ces moyens de commande communs sont connectés au moteur actionnant le piston 12, à des capteurs de pression mesurant la pression en amont et en aval de la chambre de pompage 14, et au capteur 50. Les moyens de commande sont également connectés aux deux électrovannes de l'organe proportionnant du bloc de réservoirs 2. Les moyens de commande obéissent à un logiciel adapté.

10 Avant de décrire le fonctionnement de la pompe 4, on va présenter deux autres modes de réalisation de la tête de pompe 6.

Dans le deuxième mode de réalisation illustré à la figure 4, le dispositif 22 comporte en outre un socle 60 interposé axialement entre le boîtier interne 32 et l'embout 34, et définissant une chambre 62 en communication de fluide avec ceux-ci. La chambre 62 renferme la bille 46 et présente un siège annulaire en saphir 48 pour constituer un clapet anti-retour comme précédemment. Le suiveur 40, s'étendant dans la chambre de suiveur 41 du boîtier interne 32, séparée et distincte de la chambre de bille 62, est cette fois dépourvu de bille, le plot 42 étant adjacent à l'extrémité axiale amont du suiveur. Dans ce mode de réalisation, le suiveur 40 et le clapet défini par la bille 46 sont séparés, disjoints et indépendants. La bille 46 assure la fonction de clapet anti-retour sans l'aide du suiveur 40, lequel permet au capteur à effet Hall 50 de déceler les mouvements de fluide en direction aval dans le conduit 20. Le suiveur 40, le capteur 50 et la bille 46 sont internes au carter 24 de la tête de pompe. On constitue ainsi un dispositif dans lequel la fonction de clapet anti-retour et la fonction de détection sont séparées. Ce dispositif est bi-étages et non plus mono-étage comme celui du précédent mode.

Dans le troisième mode de réalisation représenté à la figure 5, le dispositif à clapet 22 comprend la bille 46 formant clapet dans le carter 24. Un dispositif de détection 66 définit une chambre 41 renfermant un suiveur 40 et porte un capteur à effet Hall 50, ces éléments étant identiques à ceux du précédent mode de réalisation et disposés sur un tronçon du conduit 20 intermédiaire entre le capteur de pression 8 et la tête de pompe 6. Le dispositif de détection 66 est extérieur au carter 24 et séparé et indépendant du dispositif à clapet 22 lequel est interne au carter.

On va maintenant décrire en référence aux figures 6 et 7 un procédé de délivrance de liquide en direction de la colonne 10, mettant en oeuvre l'ensemble précité.

Le cycle de fonctionnement de chaque tête de pompe 6 est identique dans son principe pour les deux têtes, et est globalement le suivant. Il comprend les quatre étapes successives consistant à :

- aspirer dans la chambre 14 un mélange de liquides provenant du conduit amont 16 au moyen d'un déplacement du piston 12 vers l'arrière (ou "recul") ;
- compresser l'intérieur de la chambre 14 au moyen d'un déplacement du piston 12 vers l'avant en vue de mettre le mélange compris dans la chambre à une pression identique à celle du circuit aval 20 en direction de la colonne 10 ;
- refouler le mélange hors de la chambre 14 dans le conduit aval 20 au moyen d'une avance du piston ; et
- décompresser l'intérieur de la chambre 14 pour le mettre à une pression égale à celle du conduit amont 16.

Les cycles des deux têtes de pompe 6 sont décalés dans le temps comme le montre le diagramme de la figure 7 qui représente l'évolution de la vitesse V des moteurs associés respectivement à chaque tête 6 en fonction du temps, la vitesse ayant des valeurs algébriques pour l'avance et le recul du piston 14.

Chaque tête de pompe 6 est commandée par les moyens de commande pour effectuer en détail le cycle suivant.

On suppose que l'on se trouve au point 70 sur la
5 courbe de la deuxième tête 6, au début du recul du piston, les clapets aval 22 et amont 18 étant fermés. En reculant, le piston 12 accélère jusqu'au point 72 puis maintient une vitesse constante jusqu'au point 74, et décélère jusqu'à l'arrêt en butée en fin de course 76. Au cours de ce recul
10 se produit d'abord la décompression de l'intérieur de la chambre de pompage pour la faire passer de la pression du conduit aval 20 à la pression du conduit amont 16. Lorsque celle-ci est atteinte, le clapet amont 18 s'ouvre, ce qui marque la fin de la décompression et le début de
15 l'aspiration. A ce moment, les électrovannes de l'organe proportionnant sont commandées, comme on le verra plus loin, pour mettre le conduit amont 16 en communication successivement avec les deux réservoirs de solvant en vue de remplir la chambre 14 d'un mélange de ces deux
20 solvants. Cette course de recul est ici la course totale permise par le déplacement vers l'arrière du piston 12 dans la chambre 14, mais il pourrait s'agir alternativement d'une partie seulement de la course totale permise. La butée mécanique du piston en fin de course est associée à un repère tel qu'une marque sur un disque fixé
25 à l'arbre du moteur. Ce repère permet aux moyens de commande de mesurer ensuite la longueur d'une course du piston 12 vers l'avant à partir de ce point, en comptant le nombre de pas parcourus par le moteur. Pendant cette
30 étape d'aspiration, la première tête 6 effectue une partie de son étape de refoulement. Dès la fin de l'aspiration (point 76), et après un temps 76-78 correspondant à la fermeture du clapet amont 18 sous l'effet de la gravité, le piston accélère à nouveau vers l'avant.

35 On débute ainsi la phase de compression du contenu

de la chambre de pompage 14. Cette phase comprend une accélération du piston 78-80, suivie par une phase 80-82 à vitesse rapide constante. Lorsque la pression dans la chambre 14 devient égale à celle du conduit aval 20, une
5 circulation de liquide vers l'aval s'amorce depuis la chambre de pompage 14 jusqu'au conduit 20, ce qui déplace vers l'aval le suiveur 40. Ce déplacement est détecté par le capteur 50 et transmise aux moyens de commande de la pompe 4 qui stoppent immédiatement le moteur de la
10 deuxième tête 6 pour l'immobilisation brutale du piston 12 en position (ligne 82-84 sensiblement verticale). Après la compression et avant le refoulement, cet arrêt du moteur se fera le plus brutalement possible, sans période de décélération, pour éviter toute surcourse du piston 12
15 susceptible de générer une augmentation de pression dans la chambre de pompage. On mesure ensuite la longueur de la course de compression 78-82 par le comptage du nombre de pas parcourus par le piston 12 durant la course de compression.

20 L'arrêt du moteur, qui correspond à la fin de l'étape de compression, est antérieur à la fin 90 du refoulement par la première tête 6. Le refoulement de celle-ci s'achève par une phase terminale 90-92 de décroissance de la vitesse du moteur jusqu'à la vitesse
25 nulle. On commande simultanément le début de cette phase terminale pour le piston 12 et le début du refoulement pour l'autre piston. Le moteur de la deuxième tête 6 se remet donc alors en marche pour faire accélérer le piston en direction de l'avant : 86-88. Cette phase
30 d'accélération a la même durée que la phase 90-92 de décélération simultanée par la première tête. De la sorte, la somme des débits des deux têtes 6 demeure constante durant toute cette phase.

Lorsque la première tête 6 atteint la vitesse
35 nulle du piston (point 92), la deuxième tête 6 atteint sa

vitesse de refoulement prévue. Cette vitesse est choisie en fonction de la longueur de la course de compression du piston pour tenir compte de la compressibilité du mélange de liquides, comme on le verra plus loin. Durant le

5 refoulement à vitesse normale par la deuxième tête 88-90, la première tête effectue ses phases d'aspiration et de compression. Le refoulement par la deuxième tête s'achève par une phase 90-92 de décélération de la vitesse du piston 12 jusqu'à la vitesse nulle (durant laquelle la

10 première tête amorce son refoulement). Après un temps 92-70 nécessaire à la fermeture du clapet aval 22, le piston 12 accélère vers l'arrière pour effectuer la décompression, comme on l'a vu.

Pour calculer la vitesse de refoulement de chaque

15 tête 6 à chaque cycle, on pourra tenir compte des égalités suivantes.

On sait que l'égalité suivante (1) constitue généralement une approximation suffisante pour le fonctionnement d'une tête de pompe d'analyse

20 chromatographique :

$$CS = SPS \times [a \times P + K \times (1 + \frac{VM}{Cy})] \quad (1)$$

$$\text{et } K = P \times C \quad (2)$$

25

où CS = course de compression en nombre de pas ;

SPS = nombre de pas pour la cylindrée complète ;

a = coefficient de correction caractéristique de la tête 6 ;

30 P = différence de pression entre l'aval et l'amont de la tête 6 ;

VM = volume mort de la tête 6 ;

Cy = cylindrée de la tête 6 ;

Il en découle :

$$K = (CS - SPS \times a \times P) / [SPS \times (1 + \frac{VM}{Cy})] \quad (3)$$

5 Alternativement à (1), dans une autre approximation, on peut utiliser :

$$K = (CS \times Cy / SPS - a \times P) / (VM / Cy) \quad (4)$$

10 De plus :

$$DC = D \times (1 + Co) \quad (5)$$

où D est la valeur de débit de consigne entrée par
15 l'utilisateur dans les moyens de commande;

DC est une valeur de débit corrigée utilisée par les
moyens de commande de la pompe 4 ; et

$$Co = \frac{ET}{1 - ET} \quad (6)$$

20

$$ET = EL + EM \quad (7)$$

$$EL = \frac{VM}{Cy} \times \frac{K}{1 - K} \quad (8)$$

25 EL étant l'erreur due au liquide

$$EM = A \times P + B \quad (9)$$

où A et B sont des constantes déterminées
30 expérimentalement et fonction de la tête de pompe 6.

Ces égalités permettent de calculer T, la durée de

la phase de refoulement :

$$T = Cy / DC \quad (10)$$

5 et la vitesse de refoulement V :

$$V = (SPS - CS) / T \quad (11)$$

qui est donc fonction de P et de CS, variables.

10 P (déterminée en permanence au moyen du capteur de pression 8 disposé en aval de chaque tête de pompe 6 et de la pression amont rentrée par l'utilisateur) varie de façon instantanée. CS varie à chaque cycle de la tête de pompe.

15 CS est déterminée à chaque cycle, après la phase de compression 76-82. Avant le début 86 de la phase de refoulement, les moyens de commande de la pompe calculent V en fonction des égalités qui précèdent, et le piston 12 est ensuite accéléré durant le refoulement 86-88 jusqu'à
20 cette valeur de V. La vitesse de refoulement V est ensuite recalculée à intervalles de temps réguliers (par exemple tous les 1/100^e de minutes) durant toute la durée de la phase de palier 88-90 du refoulement afin de corriger V et le débit en fonction des variations instantanées de P. Ces
25 calculs tiennent compte de la course de compression CS associée au mélange de solvants qui vient d'être aspiré par le piston 12 et est en train d'être refoulé. La vitesse de refoulement V dépend donc étroitement du mélange en train d'être refoulé. Cette vitesse dépend
30 notamment de la compressibilité de ce mélange (sans qu'il soit nécessaire de calculer cette compressibilité en tant que telle).

On voit également que les égalités qui précèdent permettent au besoin de calculer à chaque cycle la
35 compressibilité COMP du mélange de liquides pompé :

$$\text{COMP} = K / P \quad (12)$$

La décompression fait passer la chambre de pompage
 5 14 de la pression aval à la pression amont. Elle débute
 par la fermeture du clapet aval 22 et s'achève par
 l'ouverture du clapet amont 18 pour l'arrivée des
 solvants. L'amenée de ceux-ci est commandée par l'organe
 proportionnant qui met successivement en communication
 10 avec la chambre de pompage 14 les deux réserves de
 solvants respectifs. Au cours du recul 70-76 du piston 12,
 se produisent donc successivement la décompression,
 l'aspiration du premier solvant, puis celle du deuxième
 solvant. La précision du respect des proportions du
 15 mélange de liquides est donc déterminée notamment par la
 synchronisation de l'ouverture du clapet amont 18 et de
 l'ouverture de la vanne pour l'amenée du premier solvant,
 commandée par les moyens de commande.

A cette fin, les moyens de commande calculent à
 20 chaque cycle, après la fin de la compression 78-82, une
 valeur approchée de l'instant de la fin de la course de
 décompression suivante, en fonction de la longueur CS de
 la course de compression 78-82 au moyen de l'égalité :

$$25 \quad DS = CS \times VM / (VM + Cy) \quad (13)$$

où DS = longueur de la course de décompression mesurée ;
 lors de la phase de compression précédente ;
 CS = longueur de la course de compression ;
 30 VM = volume mort de la tête de pompe ;
 Cy = cylindrée.

Ainsi, la connaissance de l'instant prévu pour la
 fin de la course de décompression permet aux moyens de
 commande de synchroniser précisément la commande de
 35 l'ouverture de la première vanne avec le début de

l'aspiration.

Dans l'intérêt d'une bonne précision du mélange obtenu, la phase d'aspiration doit être la plus longue possible.

5 Avant le début de la phase de compression et après la fin de la phase de refoulement, le moteur s'arrête pour permettre l'ouverture et la fermeture des clapets. Le temps nécessaire est par exemple de 10 ms.

10 A tout moment du cycle de fonctionnement de chaque tête 6, les moyens de commande sont adaptés à disposer le piston 12 en une position de repos qui correspond au recul maximum du piston dans la chambre de pompage. Cette position associée à l'arrêt de la pompe peut être prise à tout moment sans injecter de liquide en aval de la tête de
15 pompe 6. Dès lors, à partir de l'arrêt, un cycle de pompage d'une tête débute toujours de la même façon, par une recompression suivie d'un refoulement. Avantageusement, quelle que soit la course à parcourir, ce retour en arrière est commandé pour se faire en une durée
20 égale à une période minimum permettant à l'organe proportionnant d'envoyer dans la chambre de pompage 14 un mélange de liquides de composition convenable en vue de la reprise du fonctionnement de la pompe. Cette position de repos est commandée par les moyens de commande lorsque le
25 débit de consigne devient nul.

Avantageusement, les moyens de commande comprennent un microprocesseur commandant directement les deux têtes 6 sans l'intermédiaire d'un canal de transmission du type GSIOC en vue d'une transmission
30 rapide des informations, compatible avec la durée des cycles des têtes de pompe.

Cette pompe permet l'obtention d'un débit très proche du débit de consigne, sans fluctuation ni pulsation de pression importante en aval des têtes 6 et ce bien que
35 le mélange pompé soit de compressibilité inconnue et

variable dans le temps, comme c'est maintenant souvent le cas en analyse chromatographique.

5 Durant le refoulement, l'information en provenance du capteur à effet Hall sera masquée, compte tenu de la circulation du fluide susceptible de déplacer le suiveur de façon aléatoire.

Cet ensemble dispense l'utilisateur d'avoir à connaître la compressibilité de chacun des solvants utilisés (ou d'autres de leurs caractéristiques).

10 L'invention pourra concerner un ensemble à une unique tête de pompe.

15 Il est en soi avantageux de disposer d'un dispositif à deux têtes de pompe 6 ayant des pistons 12 indépendants commandables séparément par des moteurs distincts, chaque tête 6 amorçant son refoulement pendant que s'achève celui de l'autre tête, les moyens de commande permettant de déclencher ce refoulement au moment le plus propice.

20 Le fluide pourra être un gaz. Le nombre de solvants pourra être supérieur ou égal à trois.

REVENDICATIONS

1. Procédé pour délivrer un fluide au moyen d'une chambre de pompage (14) et d'un piston (12), dans lequel
5 on déplace le piston de façon à successivement :
- aspirer un fluide dans la chambre ;
- compresser l'intérieur de la chambre ;
- refouler du fluide hors de la chambre ; et
- décompresser l'intérieur de la chambre,
10 caractérisé en ce qu'on détermine une longueur d'une course du piston assurant la compression de l'intérieur de la chambre, en vue de commander précisément la délivrance du fluide.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé
15 en ce que, pour déterminer ladite longueur, on détermine la fin de la course de compression en détectant par effet Hall la mise en communication de la chambre (14) avec un conduit de refoulement (20).

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2,
20 caractérisé en ce qu'on commande une vitesse du piston durant le refoulement en fonction de la longueur de la course de compression.

4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé
25 en ce qu'on modifie au moins une fois la vitesse du piston (12) durant le refoulement en fonction d'une pression de fluide en aval de la chambre de pompage.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que, préalablement
30 à la fin de la course de décompression, on détermine une valeur approchée de l'instant où cette fin va se produire, en fonction de la longueur de la course de compression.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé
35 en ce qu'on commande l'ouverture d'une vanne adaptée à mettre la chambre de pompage (14) en communication de fluide avec une source de fluide (2), en fonction de cette

valeur approchée.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce qu'on utilise deux chambres de pompage (14) disposées suivant un circuit de
5 fluide en parallèle et associées chacune à un piston (12) respectif, et on commande les pistons séparément l'un de l'autre.

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce qu'on commande les pistons (12) de sorte que l'un
10 des pistons achève la compression de la chambre (14) associée durant le refoulement par l'autre piston, puis demeure immobile avant d'effectuer un prochain refoulement.

9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce qu'on commande simultanément le début du refoulement
15 par l'un des pistons (12) et le début d'une phase terminale du refoulement par l'autre piston.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'on délivre le
20 fluide à des fins d'analyse chromatographique.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que le fluide est un mélange de deux fluides.

12. Dispositif d'alimentation en fluide,
25 comportant une chambre de pompage (12) présentant un orifice d'aspiration et un orifice de refoulement, un piston (14), et des moyens pour commander le déplacement du piston de façon adaptée à successivement :

- aspirer un fluide dans la chambre ;
 - 30 - compresser l'intérieur de la chambre ;
 - refouler du fluide hors de la chambre ; et
 - décompresser l'intérieur de la chambre,
- caractérisé en ce qu'il comporte des moyens pour déterminer une longueur d'une course de compression du
35 piston.

13. Dispositif selon la revendication 12, caractérisé en ce qu'il comporte un capteur (50) à effet Hall adapté à détecter une circulation de fluide à travers l'orifice de refoulement.

5 14. Dispositif selon la revendication 12 ou 13, caractérisé en ce qu'il comporte deux chambres de pompage (12), disposées suivant un circuit de fluide en parallèle, deux pistons (14) associés aux chambres respectives, et
10 des moyens pour commander les pistons séparément l'un de l'autre.

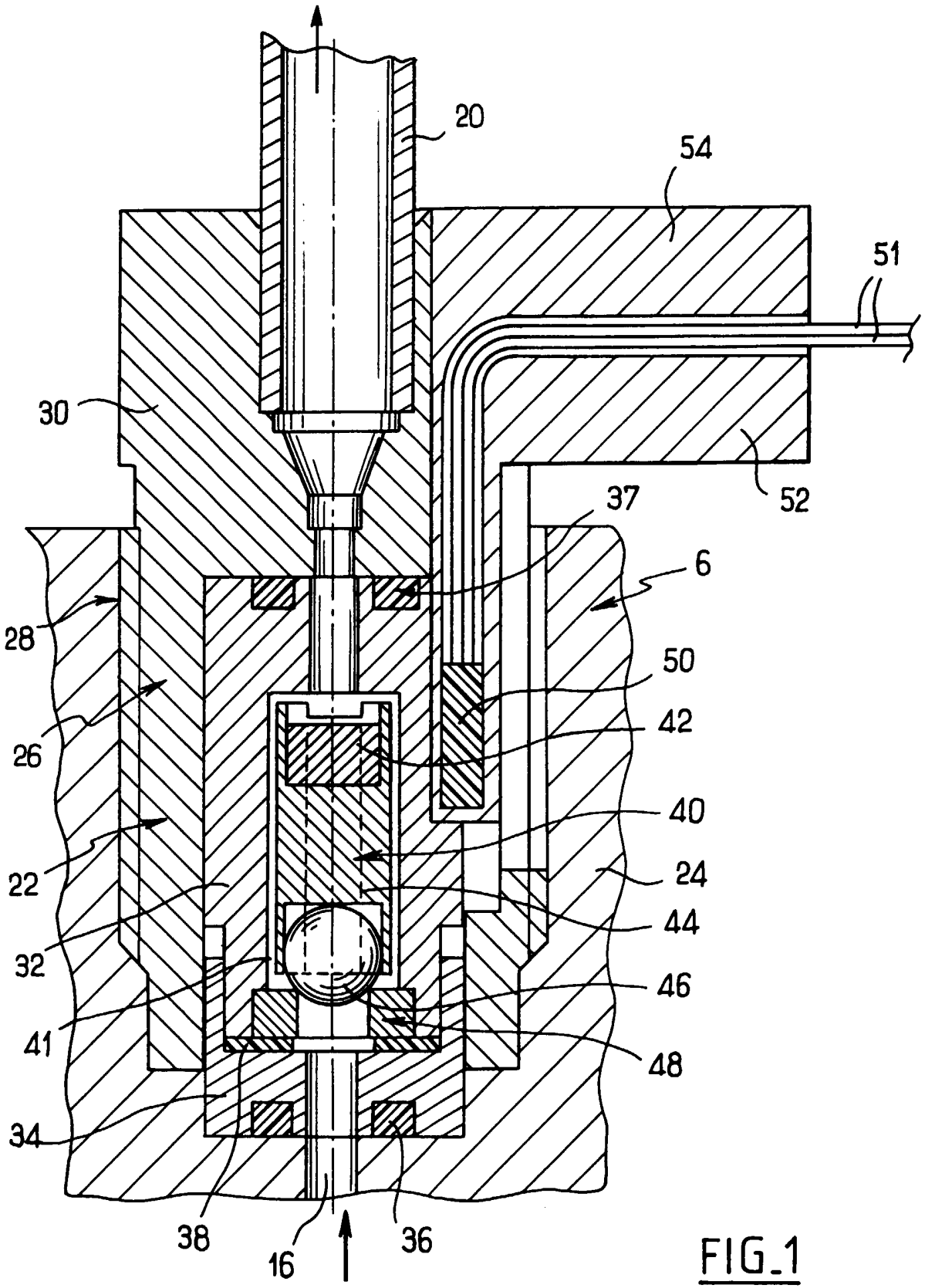


FIG. 1

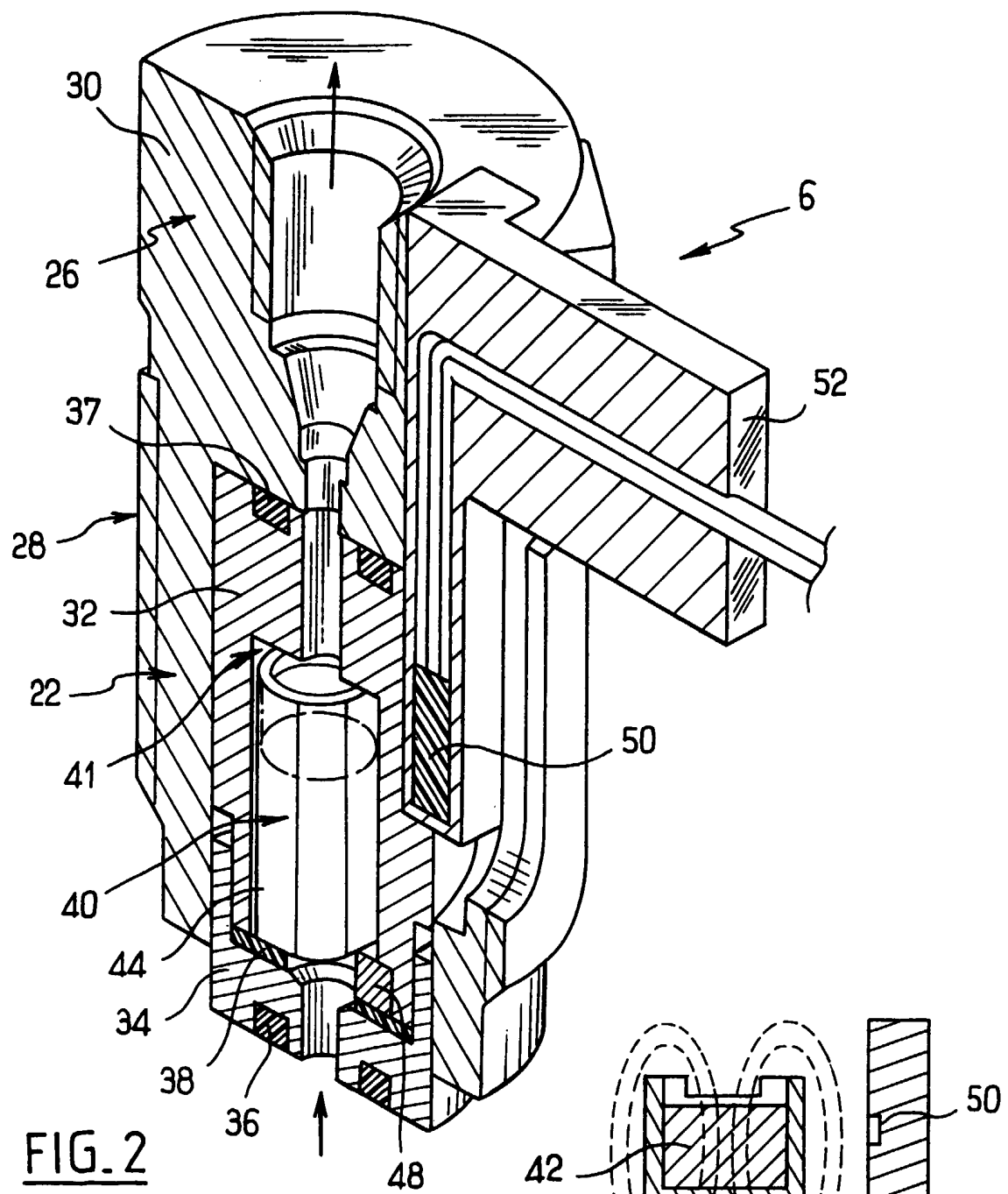


FIG. 2

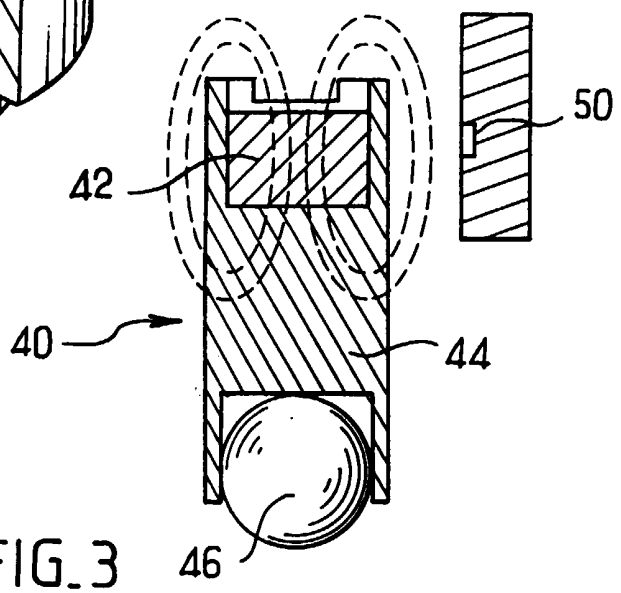


FIG. 3

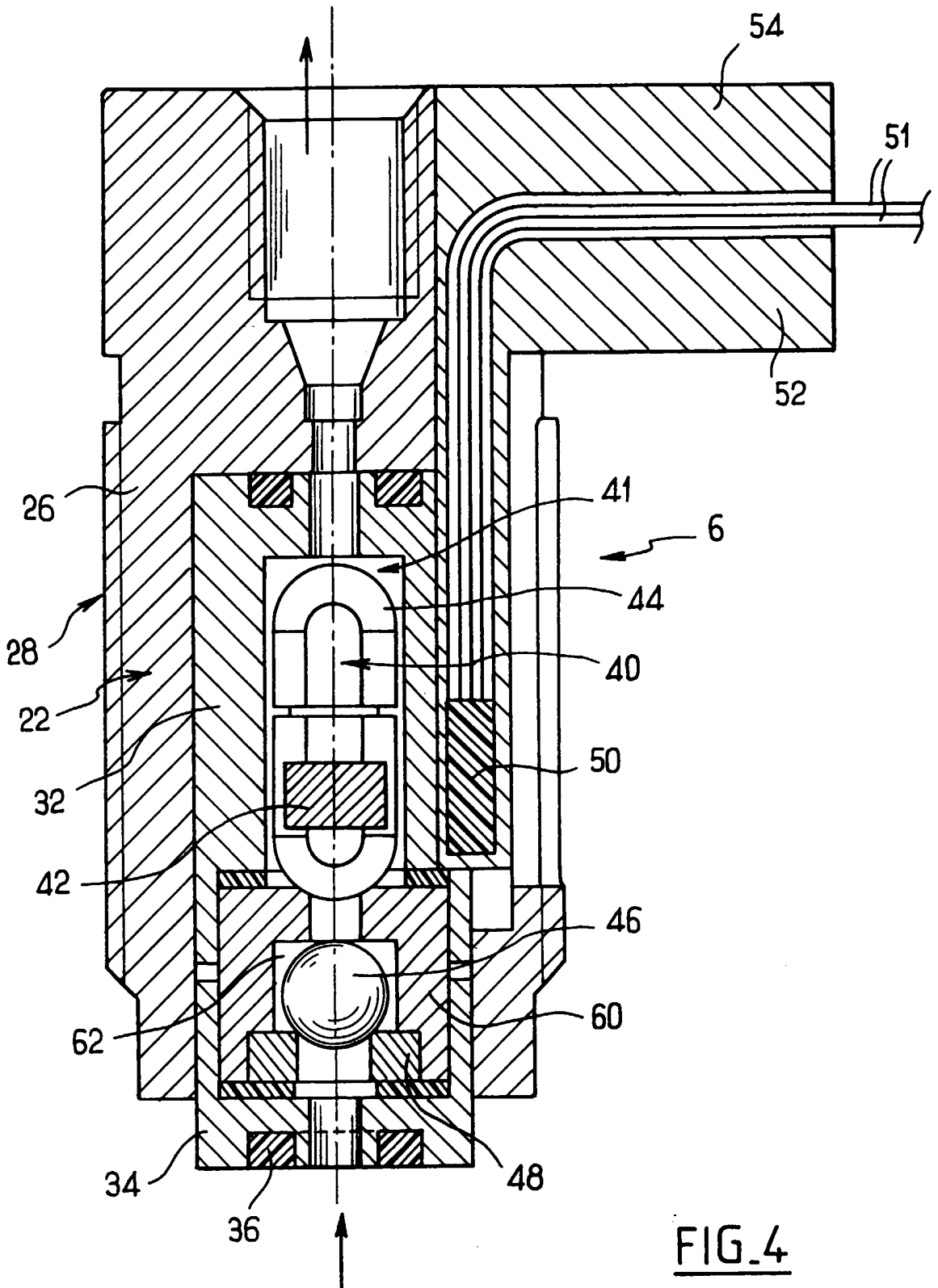


FIG. 4

4 / 5

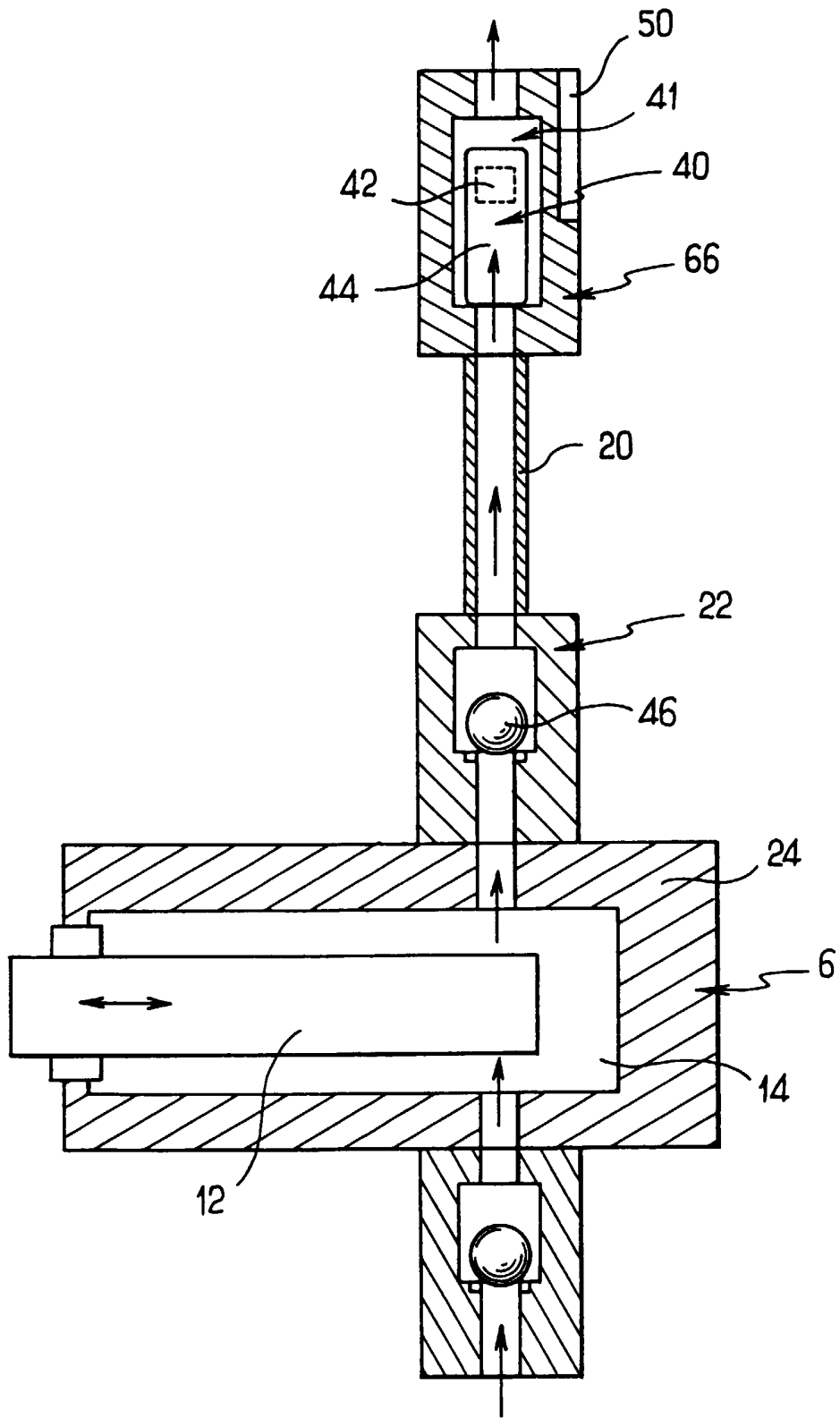


FIG. 5

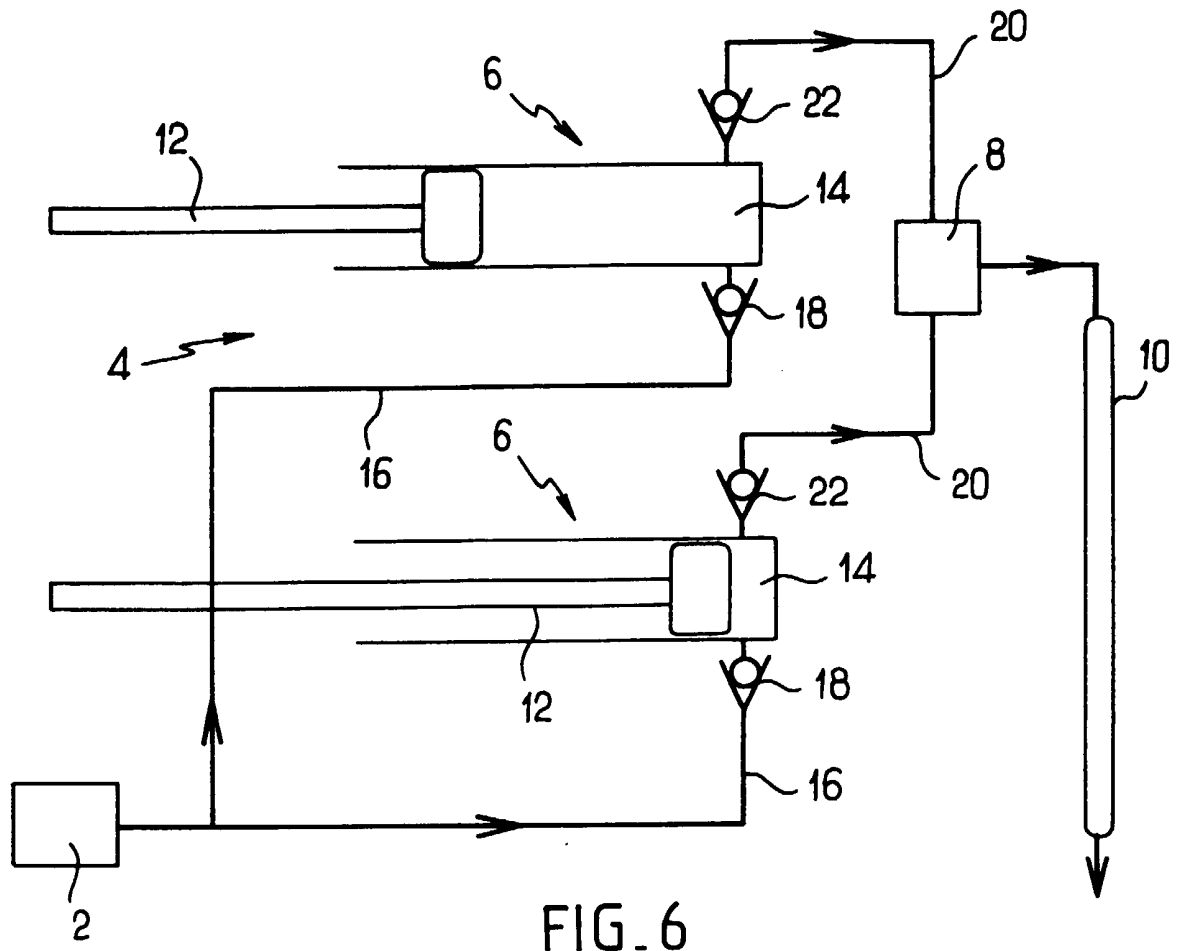


FIG. 6

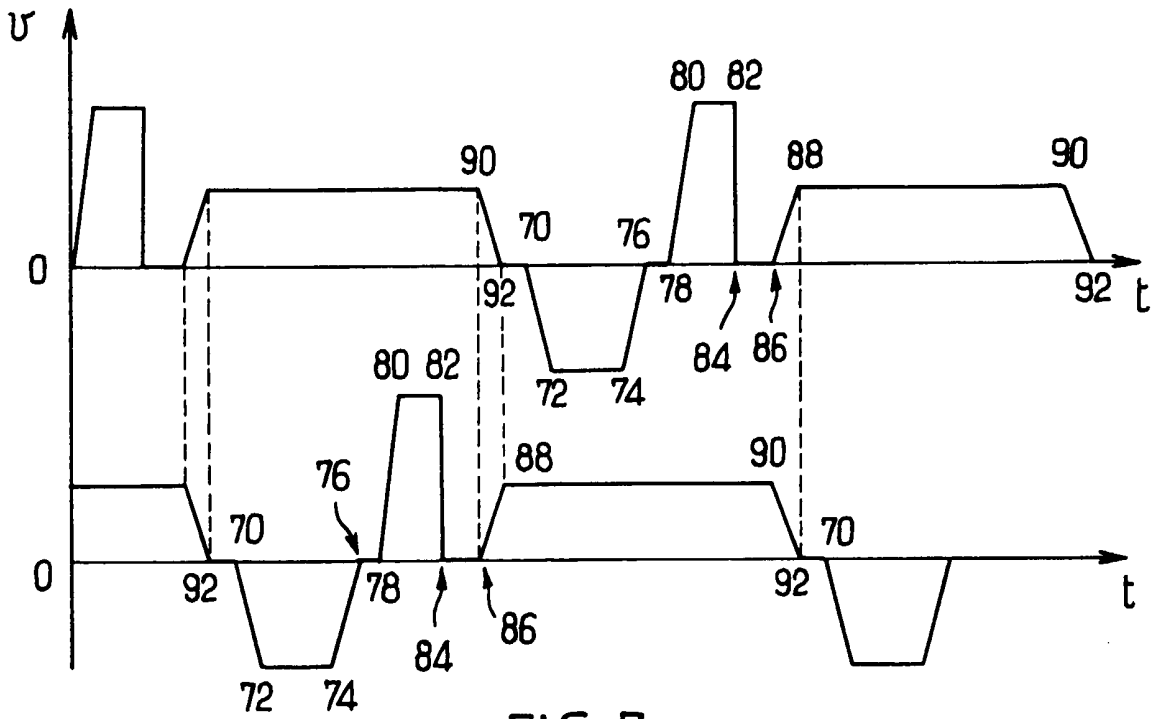


FIG. 7

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE**

 établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

 N° d'enregistrement
national

 FA 547656
FR 9706251

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
D,X Y	EP 0 281 294 A (BECKMAN INSTRUMENTS INC) * page 4, ligne 21 - page 5, ligne 2 * ---	1,12 2,3,13
Y	WO 95 26461 A (ORBITAL ENG PTY ;MCKAY MICHAEL LEONARD (AU); SHAWCROSS DAVID (AU);) * page 10, ligne 23 - page 11, ligne 23 * * page 12, ligne 1-27; figures 1,2 * ---	2,3,13
A	US 4 915 591 A (FUNKE HERBERT) 10 avril 1990 * colonne 3, ligne 26-42 * * colonne 3, ligne 55-67 * * colonne 10, ligne 63 - colonne 11, ligne 6 * * colonne 11, ligne 13-27 * ---	1,12
A	US 5 450 743 A (BUOTE WILLIAM J) 19 septembre 1995 * colonne 3, ligne 38-55 * * colonne 3, ligne 64 - colonne 4, ligne 12 * * colonne 5, ligne 62 - colonne 6, ligne 52 * -----	1,12
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
		G01N F04B
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
23 décembre 1997		Zingrebe, U
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant		

1