



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:
24.09.2008 Bulletin 2008/39

(51) Int Cl.:
B01L 9/06 (2006.01) **B01D 3/00** (2006.01)
C08F 214/18 (2006.01) **F16J 15/00** (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **08300110.7**

(22) Date de dépôt: **25.02.2008**

(84) Etats contractants désignés:
AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MT NL NO PL PT RO SE SI SK TR
Etats d'extension désignés:
AL BA MK RS

(72) Inventeurs:
• **MARIE, Patrick**
14980, ROTS (FR)
• **LETOURNEUR, Stéphane**
14240, CAUMONT L'EVENTE (FR)

(30) Priorité: **15.03.2007 FR 0753843**

(74) Mandataire: **Livet, Marie-José**
CABINET HERRBURGER
115, Boulevard Haussmann
75008 Paris (FR)

(71) Demandeur: **Instrumentation Scientifique de Laboratoire ISL**
14790 Verson (FR)

(54) **Pied d'éprouvette de mesure pour appareil de distillation**

(57) Pied d'éprouvette de mesure du condensat recueilli dans un appareil de distillation constitué par un élément métallique comportant une embase (1) se prolongeant par un corps de pied (2) cylindrique sur lequel est emmanché un tube d'éprouvette en verre (3), caracté-

térisé en ce qu'il est équipé d'au moins deux joints d'étanchéité toriques enfilés l'un au-dessus de l'autre autour du corps de pied (2), à savoir un joint (10¹, 10²) en un élastomère souple et adhérent, et un joint (9¹, 9²) à base de résine fluorocarbonée étanche aux solvants.

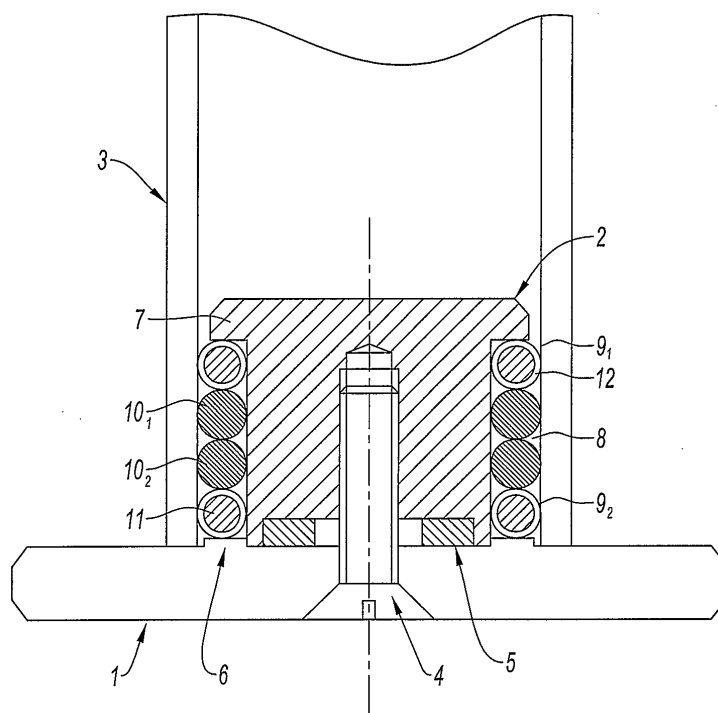


Fig. 1

Description

[0001] La présente invention a pour objet un pied d'éprouvette de mesure du condensat recueilli dans un appareil de distillation, notamment un appareil de distillation automatique normalisé d'échantillons liquides, en particulier d'échantillons de produits pétroliers sous pression atmosphérique.

[0002] Un tel appareil de distillation permet d'effectuer la mesure des paramètres de distillation de ces échantillons en respectant une norme d'essai prédéfinie choisie parmi plusieurs normes d'essais possibles.

[0003] Il est connu que les paramètres de distillation des produits pétroliers sont représentatifs des performances de ces produits ainsi que des risques qu'ils peuvent faire encourir à leurs utilisateurs.

[0004] La détermination de ces paramètres présente notamment une grande importance dans le cas de carburants destinés à l'industrie automobile ou à l'aviation où les problèmes liés à la sécurité sont primordiaux.

[0005] Ces paramètres sont en particulier des tables ou des courbes représentant le pourcentage d'un échantillon évaporé selon la température pendant une distillation ou encore le volume du résidu et les pertes.

[0006] Les spécialistes peuvent déduire de ces paramètres quel sera le comportement d'un produit pétrolier donné dans une situation donnée et donc déterminer si ce produit peut ou non être utilisé en toute sécurité, ce de manière à obtenir les performances recherchées.

[0007] Dans ce contexte, les spécialistes ont édicté différentes normes d'essai qui définissent très précisément les conditions dans lesquelles doivent être obtenues de telles caractéristiques de distillation.

[0008] Par suite, pour donner des résultats exploitables, les distillations doivent être mises en oeuvre en respectant scrupuleusement ces normes.

[0009] Il existe actuellement sur le marché différents appareils de distillation automatique permettant d'effectuer la mesure des paramètres de distillation d'un échantillon liquide en respectant une norme d'essai prédéfinie.

[0010] Ces appareils de distillation normalisés comportent en règle générale :

- un bâti fixe,
- une enceinte de chauffage renfermant un élément calorifique, notamment une résistance chauffante,
- une série de ballons de distillation correspondant respectivement à au moins une norme d'essai et susceptibles d'être fixés au bâti de l'appareil dans une position prédéterminée, la colonne de ces ballons pouvant être fermée par un bouchon d'obturation étanche muni d'un thermomètre permettant de mesurer la température des vapeurs évaporées et comportant une branche latérale destinée à être branchée sur un tube condenseur,
- une série de plaques isolantes destinées à être montées au-dessus de l'élément calorifique pour fermer l'enceinte de chauffage à sa partie supérieure, et

équipées, chacune, d'une ouverture centrale ayant une géométrie adaptée à celle du fond d'un ballon de distillation associé,

- une éprouvette de mesure permettant de recueillir le condensat et équipée d'organes de mesure de la quantité de condensat ainsi recueillie, et
- des moyens de commande et de régulation permettant de commander et de faire varier dans le temps une grandeur de fonctionnement de l'élément calorifique, notamment la température ou la puissance de cet élément de manière à obtenir des paramètres de distillation conformément à une norme d'essai prédéfinie.

[0011] Pour que les paramètres de distillation d'un échantillon obtenus soient parfaitement représentatifs de cet échantillon, il est essentiel de pouvoir effectuer une détermination très fine de la quantité de condensat recueillie dans l'éprouvette de mesure ainsi qu'un suivi très précis de cette quantité au cours du temps, ce sans risque d'erreur pouvant être consécutif à des fuites ou pertes.

[0012] Les éprouvettes de mesure équipant les appareils de distillation actuellement proposés sur le marché comportent un pied d'éprouvette constitué par un élément métallique, en particulier en laiton muni d'une embase se prolongeant par un corps de pied essentiellement cylindrique sur lequel est emmanché un tube d'éprouvette en verre.

[0013] L'étanchéité est assurée par au moins un joint torique qui entoure le corps de pied, et est donc comprimé entre la périphérie de ce corps et le tube d'éprouvette.

[0014] Un tel joint d'étanchéité est en règle générale réalisé en un élastomère souple, en particulier en nitrile caoutchouc ou en un élastomère fluoré tel que les produits obtenus par la polymérisation de fluorure de vinylidène de type FKM ou VITON.

[0015] De tels joints d'étanchéité permettent de garantir un maintien satisfaisant du tube d'éprouvette en verre sur le corps de pied ; toutefois, s'ils résistent bien aux produits pétroliers, ils présentent l'inconvénient d'avoir une résistance insuffisante aux solvants, ce qui entraîne des risques de déplacement et par suite de fuites.

[0016] Pour remédier à cet inconvénient, il a déjà été proposé de remplacer les joints en élastomère souple classiquement utilisés par des joints en des élastomères perfluorés du type FFKM tels que le produit commercialisé sous l'appellation Kalrez® dont la tenue aux solvants est supérieure, mais qui sont particulièrement onéreux, ce qui en limite l'utilisation.

[0017] L'invention a pour objet de proposer un pied d'éprouvette de mesure pour appareil de distillation de nature à remédier à ces inconvénients.

[0018] Selon l'invention, un tel pied d'éprouvette de mesure est caractérisé en ce qu'il est équipé d'au moins deux joints d'étanchéité toriques enfilés l'un au-dessus de l'autre autour du corps de pied, à savoir :

- d'une part un joint en un élastomère souple et adhérent permettant de garantir le maintien du tube d'éprouvette sur le corps de pied, et
- d'autre part un joint à base de résine fluorocarbonée, étanche aux solvants.

[0019] Un tel joint à base de résine fluorocarbonée comporte de préférence un noyau en silicone recouvert d'une enveloppe en une résine fluorocarbonée.

[0020] Selon l'invention, cette résine fluorocarbonée peut avantageusement être du FEP (copolymère éthylène-propylène fluoré) qui présente l'avantage d'avoir une tenue chimique aux solvants supérieure à celle du Kalrez® et peut même être considéré comme totalement inerte aux solvants.

[0021] Toutefois et malgré la présence d'un noyau en silicone qui permet d'en augmenter la souplesse, de tels joints à base de résine fluorocarbonée sont peu adhérents et inaptes à garantir le maintien du tube d'éprouvette sur le corps de pied : en effet, ces éléments ont tendance à glisser sur la résine constituant l'enveloppe du joint, ce qui peut avoir pour conséquence une chute du pied d'éprouvette lorsqu'un utilisateur saisit l'éprouvette de mesure.

[0022] Pour exclure ce risque et améliorer l'adhérence, il est proposé selon l'invention d'associer au joint à base de résine fluorocarbonée un joint en un élastomère souple similaire aux joints classiquement utilisés, notamment de type FKM ou VITON.

[0023] Selon une caractéristique préférentielle de l'invention, le pied d'éprouvette comporte au moins quatre joints d'étanchéité toriques enfilés les uns au-dessus des autres autour du corps de pied, à savoir deux joints en élastomère pris en sandwich entre deux joints à base de résine fluorocarbonée.

[0024] Cet empilement d'au moins quatre joints permet de garantir dans tous les cas une étanchéité et une adhérence optimum dans la mesure où le joint à base de résine fluorocarbonée supérieur garantit l'étanchéité vis-à-vis de l'échantillon liquide recueilli dans l'éprouvette de mesure alors que le joint à base de résine fluorocarbonée inférieur empêche toute infiltration de liquide lors d'un nettoyage de l'éprouvette de mesure dans un bain de solvant.

[0025] Les deux joints en élastomère pris en sandwich entre les deux joints à base de résine fluorocarbonée permettent quant à eux de garantir une adhérence suffisante.

[0026] Il est à noter que, dans le cadre de cette description, les adjectifs supérieur et inférieur se rapportent à une éprouvette de mesure en appui sur un support horizontal.

[0027] Selon une autre caractéristique de l'invention, l'embase du pied d'éprouvette de mesure et le corps de pied sont constitués par deux pièces distinctes assemblées par vissage.

[0028] Une telle configuration du pied d'éprouvette est en fait indispensable pour permettre d'enfiler les joints à

base de résine fluorocarbonée qui ne sont que peu déformables élastiquement le long du corps de pied : en effet, cet élément est en règle générale équipé à sa partie supérieure d'une collerette ayant pour fonction de bloquer les différents joints d'étanchéité ; or, les joints à base de résine fluorocarbonée ne peuvent pas être suffisamment déformés pour pouvoir passer par-dessus une telle collerette.

[0029] Les différents joints d'étanchéité sont par suite successivement enfilés autour du corps de pied par sa partie inférieure avant son assemblage avec l'embase au moyen de vis.

[0030] Selon une autre caractéristique de l'invention, une rondelle frein est interposée entre l'embase et le corps de pied.

[0031] Une telle rondelle qui peut avoir une configuration quelconque sans pour cela sortir du cadre de l'invention, notamment être constituée par une rondelle éventail correspond à un système anti desserrage de nature à exclure tout desserrage manuel accidentel de l'embase par rapport au corps de pied et au tube d'éprouvette.

[0032] Les caractéristiques du pied d'éprouvette de mesure qui fait l'objet de l'invention seront décrites plus en détail en se référant au dessin non limitatif annexé qui est une coupe schématique d'un tel élément.

[0033] Selon la figure, le pied d'éprouvette de mesure est constitué par deux pièces distinctes toutes deux réalisées en laiton, à savoir d'une part une embase 1 par laquelle l'éprouvette de mesure est destinée à être posée sur une surface plane et d'autre part un corps de pied 2 de forme essentiellement cylindrique situé dans le prolongement de l'embase 1 à sa partie supérieure et sur lequel est emmanché un tube d'éprouvette en verre 3.

[0034] L'embase 1 et le corps de pied 2 sont assemblés au moyen d'une vis 4.

[0035] Une rondelle frein 5 est interposée entre ces deux pièces 1, 2.

[0036] L'embase 1 est munie sur sa face supérieure d'une nervure annulaire 6 dont la géométrie est adaptée au diamètre interne du tube d'éprouvette 3 de manière à permettre son positionnement.

[0037] Le corps de pied 2 est équipé quant à lui d'une collerette 7 à son extrémité supérieure.

[0038] La nervure annulaire 6 de l'embase 1 et la collerette 7 du corps de pied 2 délimitent entre elles un espace annulaire 8 dans lequel sont empilés quatre joints toriques, à savoir deux joints 9¹, 9² à base de résine fluorocarbonée étanche aux solvants ainsi que deux joints 10¹, 10² réalisés en un élastomère souple et adhérent qui sont pris en sandwich entre les deux joints 9¹, 9².

[0039] Les joints 9¹, 9² sont constitués chacun par un noyau en silicone 11 recouvert d'une enveloppe 12 réalisée en FEP.

Revendications

1. Pied d'éprouvette de mesure du condensat recueilli dans un appareil de distillation, notamment un appareil de distillation automatique normalisé d'échantillons liquides, en particulier d'échantillons de produits pétroliers sous pression atmosphérique, ce pied d'éprouvette étant constitué par un élément métallique, en particulier en laiton comportant une embase (1) se prolongeant par un corps de pied (2) essentiellement cylindrique sur lequel est emmanché un tube d'éprouvette en verre (3), l'étanchéité étant assurée par au moins un joint torique entourant le corps de pied (2),
caractérisé en ce qu'
il est équipé d'au moins deux joints d'étanchéité toriques enfilés l'un au-dessus de l'autre autour du corps de pied (2), à savoir :
 - d'une part un joint (10¹, 10²) en un élastomère souple et adhérent permettant de garantir le maintien du tube d'éprouvette (3) sur le corps de pied (2), et
 - d'autre part un joint (9¹, 9²) à base de résine fluorocarbonée étanche aux solvants.
2. Pied d'éprouvette de mesure selon la revendication 1,
caractérisé en ce que
le ou les joint(s) (9¹, 9²) à base de résine fluorocarbonée comportent un noyau (11) en silicone recouvert d'une enveloppe (12) en une résine fluorocarbonée.
3. Pied d'éprouvette de mesure selon la revendication 2,
caractérisé en ce que
la résine fluorocarbonée est du FEP.
4. Pied d'éprouvette de mesure selon l'une quelconque des revendications 1 à 3,
caractérisé en ce qu'
il comporte au moins quatre joints d'étanchéité toriques enfilés les uns au-dessus des autres autour du corps de pied (2), à savoir deux joints (10¹, 10²) en un élastomère pris en sandwich entre deux joints (9¹, 9²) à base de résine fluorocarbonée.
5. Pied d'éprouvette de mesure selon l'une quelconque des revendications 1 à 4,
caractérisé en ce que
l'embase (1) et le corps de pied (2) sont constitués par deux pièces distinctes assemblées par vissage.
6. Pied d'éprouvette de mesure selon la revendication 5,
caractérisé en ce qu'
une rondelle frein (5) est interposée entre l'embase

(1) et le corps de pied (2).

Revendications modifiées conformément à la règle 137(2) CBE.

1. Pied d'éprouvette de mesure du condensat recueilli dans un appareil de distillation, notamment un appareil de distillation automatique normalisé d'échantillons liquides, en particulier d'échantillons de produits pétroliers sous pression atmosphérique, ce pied d'éprouvette étant constitué par un élément métallique, en particulier en laiton comportant une embase (1) se prolongeant par un corps de pied (2) essentiellement cylindrique sur lequel est emmanché un tube d'éprouvette en verre (3), l'étanchéité étant assurée par au moins un joint torique entourant le corps de pied (2),
caractérisé en ce que
 - l'embase (1) et le corps de pied (2) sont constitués par deux pièces distinctes assemblées par vissage, et
 - il est équipé d'au moins deux joints d'étanchéité toriques enfilés l'un au-dessus de l'autre autour du corps de pied (2), à savoir :
 - d'une part un joint (10¹, 10²) en un élastomère souple et adhérent permettant de garantir le maintien du tube d'éprouvette (3) sur le corps de pied (2), et
 - d'autre part un joint (9¹, 9²) à base de résine fluorocarbonée étanche aux solvants.
2. Pied d'éprouvette de mesure selon la revendication 1,
caractérisé en ce que
le ou les joint(s) (9¹, 9²) à base de résine fluorocarbonée comportent un noyau (11) en silicone recouvert d'une enveloppe (12) en une résine fluorocarbonée.
3. Pied d'éprouvette de mesure selon la revendication 2,
caractérisé en ce que
la résine fluorocarbonée est du FEP.
4. Pied d'éprouvette de mesure selon l'une quelconque des revendications 1 à 3,
caractérisé en ce qu'
il comporte au moins quatre joints d'étanchéité toriques enfilés les uns au-dessus des autres autour du corps de pied (2), à savoir deux joints (10¹, 10²) en un élastomère pris en sandwich entre deux joints (9¹, 9²) à base de résine fluorocarbonée.
5. Pied d'éprouvette de mesure selon l'une quelconque des revendications 1 à 4,
caractérisé en ce qu'

une rondelle frein (5) est interposée entre l'embase (1) et le corps de pied (2).

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

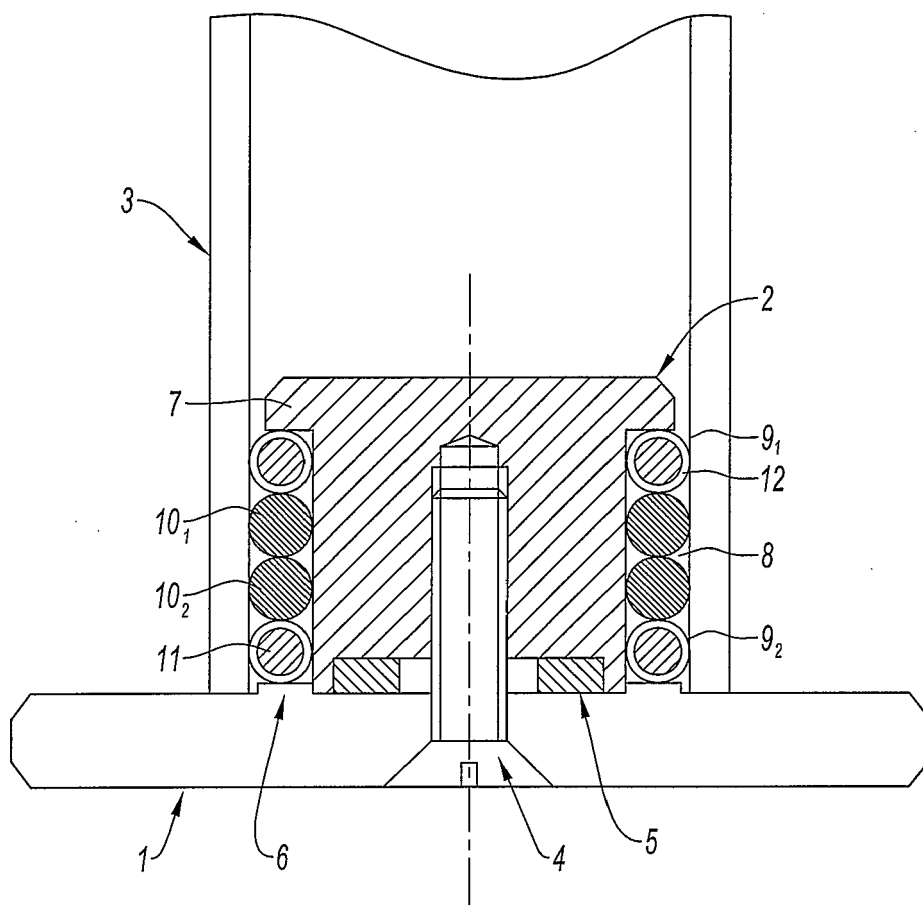


Fig. 1



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 08 30 0110

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
X	US 3 335 106 A (DARIO SIANESI ET AL) 8 août 1967 (1967-08-08) * colonne 6, ligne 3 - ligne 8 *	1	INV. B01L9/06 B01D3/00 C08F214/18 F16J15/00
A	FR 1 273 411 A (EXXON STANDARD SA) 13 octobre 1961 (1961-10-13) * page 2; figure 1 *		
A	US 5 127 541 A (WAKATAKE KOICHI [JP]) 7 juillet 1992 (1992-07-07) * figure 12 *		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
			B01L B01D C08F F16J
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche Munich		Date d'achèvement de la recherche 25 juin 2008	Examineur Haderlein, Andreas
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

3
EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 08 30 0110

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

25-06-2008

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 3335106	A	08-08-1967	BE 667693 A	31-01-1966
			DE 1570984 A1	26-02-1970
			FR 1451581 A	02-09-1966
			GB 1086257 A	04-10-1967
			NL 6509095 A	01-02-1966

FR 1273411	A	13-10-1961	AUCUN	

US 5127541	A	07-07-1992	AUCUN	

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82