



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:
24.04.2013 Bulletin 2013/17

(51) Int Cl.:
F25D 3/10 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **12306262.2**

(22) Date de dépôt: **12.10.2012**

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

(71) Demandeur: **Bruker Biospin (Société par Actions Simplifiée)**
67160 Wissembourg (FR)

(72) Inventeur: **Krencker, Patrick**
67170 Brumath (FR)

(30) Priorité: **17.10.2011 FR 1159356**

(74) Mandataire: **Nuss, Laurent et al**
Cabinet Nuss
10, rue Jacques Kablé
67080 Strasbourg Cedex (FR)

(54) **Dispositif d'alimentation en gaz froids pour une installation RMN**

(57) La présente invention a pour objet un dispositif d'alimentation en gaz froids d'une installation ou d'un appareil d'analyse RMN équipé d'une sonde de mesure, lesdits gaz froids assurant le refroidissement de l'échantillon contenu dans la sonde, mais également sa sustentation et son entraînement en rotation, ledit dispositif d'alimentation comprenant essentiellement un réservoir isolé contenant du gaz liquide à température d'ébullition et dans lequel sont disposés des échangeurs traversés par les flux de gaz à refroidir, ces échangeurs étant connectés à des lignes de transfert acheminant les gaz re-

froidis vers la sonde.

Dispositif (1) caractérisé en ce qu'il comprend également au moins un échangeur additionnel (8, 8', 8'') assurant un prérefroidissement du flux de gaz concerné avant son acheminement vers l'échangeur (6, 6', 6'') correspondant, ledit ou chaque échangeur additionnel (8, 8', 8'') se présentant sous la forme d'un échangeur à double flux alimenté soit par la vapeur gazeuse (5') produite par l'ébullition du gaz liquide (5) dans le réservoir (4), soit par le gaz froid évacué ou s'échappant au niveau de la sonde.

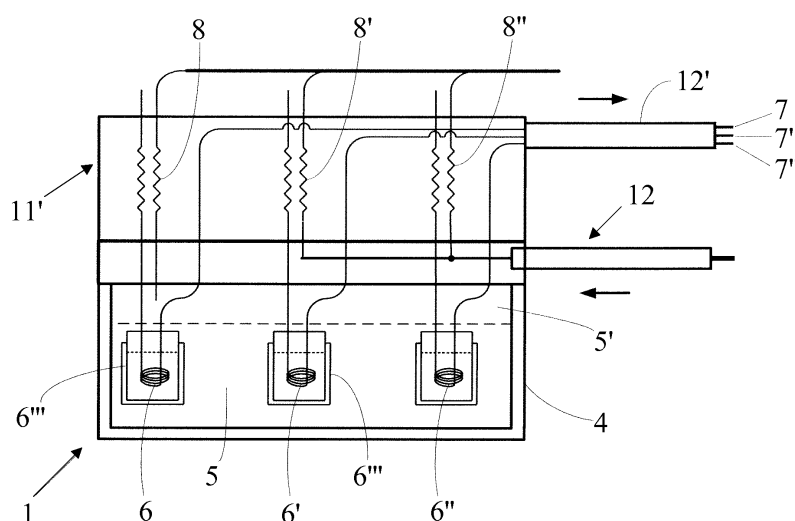


Fig. 1

Description

[0001] La présente invention concerne le domaine des équipements et des installations de mesure et d'imagerie utilisant la résonance magnétique nucléaire (RMN), en particulier les techniques de RMN dites LTMAS (Low Temperature Magic Angle Spinning - Rotation à l'angle magique et à basse température).

[0002] L'invention a plus particulièrement comme objet un dispositif d'alimentation en gaz froids d'un appareil ou d'une installation RMN du type précité, ainsi qu'une installation correspondante.

[0003] Certaines sondes de mesure du type RMN LTMAS fonctionnent avec des gaz très froids à des températures proches de l'azote liquide (77,3 K). Ces gaz assurent le guidage et la rotation de l'échantillon généralement contenu dans un petit tube appelé rotor inséré dans un stator, mais aussi le refroidissement de cet échantillon.

[0004] A cet effet, on utilise trois flux gazeux distincts, généralement désignés par : "VT" (gaz de refroidissement de l'échantillon), "Bearing" (palier) et "Drive" (entraînement). Ces gaz ont traditionnellement des pressions de 1 à 4 bars et les débits typiques varient de 20 à 60 NI/minute. La pression et le débit dépendent de la vitesse de rotation de l'échantillon programmée par l'utilisateur.

[0005] Habituellement, ces gaz précités, provenant de bouteilles, bidons ou réservoirs analogues à température ambiante, sont refroidis en passant dans trois échangeurs (un par gaz) contenus dans trois chambres pressurisées remplies en partie avec de l'azote liquide. La pression interne de chaque chambre est régulée et maintenue constante par un contrôleur électronique. Le contrôleur régule la pression interne des chambres en agissant sur la puissance de chauffage de résistances chauffantes plongées dans l'azote liquide des chambres.

[0006] Une pression constante de l'azote liquide dans la chambre en équilibre avec sa vapeur signifie que la température de l'azote liquide dans la chambre est constante. On contrôle de cette manière la température d'ébullition de l'azote liquide de chaque chambre. Pour une rotation correcte du rotor MAS, il est indispensable de fournir des gaz secs ne contenant pas de gaz liquéfiés.

[0007] Cet ensemble mécanique constitué par ces trois échangeurs constitue un dispositif d'alimentation en gaz froids, communément appelé dispositif de refroidissement LTMAS.

[0008] Un exemple d'un tel dispositif est décrit dans le document FR-A-2 926 629.

[0009] Ces dispositifs de refroidissement connus fonctionnent parfaitement, mais présentent l'inconvénient de consommer une assez grande quantité d'azote liquide.

[0010] Ainsi, la consommation peut atteindre 20 l/hr, soit 480 litres par jour quand la vitesse de rotation du rotor est élevée. La consommation totale d'azote liquide est directement proportionnelle à la pression interne des chambres contenant les échangeurs.

[0011] Or, la pression de chaque chambre est fonction de la vitesse de rotation du rotor. Une vitesse de rotation élevée est obtenue avec des débits de gaz plus importants en particulier pour les gaz "Drive" et "Bearing". Les surfaces d'échange thermique des chambres sont dimensionnées pour pouvoir évacuer la puissance thermique maximale.

[0012] Bien évidemment, une consommation d'azote liquide importante entraîne une augmentation notable du coût de fonctionnement de l'installation et nécessite une manipulation fréquente de réservoirs d'azote liquide par l'utilisateur du dispositif. Pour assurer le fonctionnement permanent du dispositif 24h/24h, l'utilisateur doit typiquement mettre en place deux fois par jour un bidon de 200 litres rempli d'azote liquide, ce en vue de maintenir le niveau constant dans le réservoir d'azote principal dans lequel sont disposées les chambres renfermant les échangeurs.

[0013] Bien que le document FR-A-2 926 692 évoque une possibilité de pré-refroidissement, seule l'exploitation des fuites de gaz au niveau du réservoir est évoquée et aucun détail fonctionnel ou constructif pratique n'est fourni.

[0014] La présente invention a pour but de surmonter les inconvénients précités, en proposant une solution optimisée permettant de réduire de façon significative la consommation d'azote liquide dans les dispositifs précités, tout en tenant compte des spécificités des différents flux gazeux concernés.

[0015] A cet effet, l'invention a pour objet un dispositif d'alimentation en gaz froids d'une installation ou d'un appareil d'analyse RMN équipé d'une sonde de mesure, lesdits gaz froids assurant le refroidissement de l'échantillon contenu dans la sonde, mais également sa sustentation et son entraînement en rotation,

ledit dispositif d'alimentation comprenant essentiellement un réservoir isolé contenant du gaz liquide à température d'ébullition et dans lequel sont disposés des échangeurs traversés par les flux de gaz à refroidir, ces échangeurs étant connectés à une ou des lignes de transfert acheminant les gaz refroidis vers la sonde, ledit dispositif comprenant également au moins un échangeur additionnel assurant un pré-refroidissement du flux de gaz concerné avant son acheminement vers l'échangeur correspondant, ledit ou chaque échangeur additionnel se présentant sous la forme d'un échangeur à double flux,

dispositif **caractérisé en ce qu'à** chaque échangeur est associé, en amont par rapport au flux gazeux concerné, un échangeur additionnel de pré-refroidissement, alimenté soit par la vapeur gazeuse produite par l'ébullition du gaz liquide dans le réservoir, soit par le gaz froid évacué hors de la sonde ou s'échappant au niveau de la sonde,

en ce que l'échangeur additionnel assurant le pré-refroidissement du gaz froid destiné à refroidir l'échantillon est alimenté en vapeur gazeuse produite par l'ébullition du gaz liquide dans le réservoir et

en ce que les échangeurs additionnels assurant le prérefroidissement des gaz froids destinés à assurer respectivement la sustentation et la rotation de l'échantillon sont alimentés par les gaz évacués ou s'échappant au niveau de la sonde.

[0016] L'invention sera mieux comprise, grâce à la description ci-après, qui se rapporte à des modes de réalisation préférés, donnés à titre d'exemples non limitatifs, et expliqués avec référence aux dessins schématiques annexés, dans lesquels :

la figure 1 est une représentation schématique et de principe du dispositif d'alimentation selon l'invention ;

la figure 2 est une vue en élévation latérale et en coupe d'un dispositif d'alimentation selon un mode de réalisation avantageux de l'invention ;

la figure 3 est une vue en coupe de l'unité structurelle formée par l'arrangement des échangeurs additionnels selon une variante préférée du dispositif représenté figures 1 et 2 (seul l'échangeur additionnel pour le gaz de refroidissement de l'échantillon est représenté en totalité) ;

la figure 4 est une représentation schématique partielle d'une installation de mesure RMN (seule la structure enveloppante de la sonde est représentée et non l'appareil RMN lui-même), montrant les branchements fluidiques la reliant à un dispositif d'alimentation tel que représenté aux figures 1 et 2, et, la figure 5 est une représentation partielle plus détaillée et à une échelle différente de la partie de la sonde entourant l'échantillon, faisant partie de l'installation représentée figure 4, avec indication symbolique des flux de gaz.

[0017] Les figures 1 et 2 montrent un dispositif 1 d'alimentation en gaz froid d'une installation ou d'un appareil d'analyse RMN 2 équipé d'une sonde de mesure 3, lesdits gaz froids assurant le refroidissement de l'échantillon 3' contenu dans la sonde 3, mais également sa sustentation et son entraînement en rotation. Ce dispositif d'alimentation 1 comprend essentiellement un réservoir isolé 4 contenant du gaz liquide 5 à température d'ébullition et dans lequel sont disposés des échangeurs 6, 6', 6" traversés par les flux de gaz à refroidir, ces échangeurs étant connectés à une ou des lignes de transfert 7, 7', 7" (isolées ou sous vide) acheminant les gaz refroidis vers la sonde 3.

[0018] Conformément à l'invention, ce dispositif 1 comprend également au moins un échangeur additionnel 8, 8', 8" assurant un prérefroidissement du flux de gaz concerné avant son acheminement vers l'échangeur 6, 6', 6" correspondant, ledit ou chaque échangeur additionnel 8, 8', 8" se présentant sous la forme d'un échangeur à double flux (ou à contre-courant) alimenté soit par la vapeur gazeuse 5' produite par l'ébullition du gaz liquide 5 dans le réservoir 4, soit par le gaz froid 9 évacué hors de la sonde ou s'échappant au niveau de la sonde 3.

[0019] L'invention permet ainsi de récupérer au moins une partie des frigories des gaz froids non exploités actuellement et destinés à être évacués dans l'atmosphère.

[0020] Le prérefroidissement résultant du gaz concerné entraîne une diminution de la puissance thermique à transférer par l'échangeur 6, 6', 6" correspondant et donc une réduction du besoin de réfrigération par l'azote liquide 5 (dans lequel les échangeurs 6, 6', 6" sont disposés, généralement à l'intérieur de chambres 6" contrôlées en température et en pression).

[0021] Ce concept de base de l'invention est préférentiellement appliqué aux trois gaz froids.

[0022] Ainsi, selon l'invention, il est prévu qu'à chaque échangeur 6, 6', 6" est associé, en amont par rapport au flux gazeux concerné, un échangeur additionnel de prérefroidissement 8, 8', 8", comme le montre la figure 1.

[0023] Egalement en accord avec l'invention, l'échangeur additionnel 8 assurant le prérefroidissement du gaz froid destiné à refroidir l'échantillon 3' est alimenté en vapeur gazeuse 5' produite par l'ébullition du gaz liquide 5 dans le réservoir 4 et les échangeurs additionnels 8' et 8" assurant le prérefroidissement des gaz froids destinés à assurer respectivement la sustentation et la rotation de l'échantillon 3' sont alimentés par les gaz 9 évacués ou s'échappant au niveau de la sonde 3.

[0024] On assure ainsi la fourniture de gaz secs pour la sustentation et la mise en rotation de la sonde 3, même après un arrêt prolongé de l'installation 2 (du fait de l'interdépendance entre les débits des gaz 9 et des gaz de sustentation et de rotation comme expliqué ci-après).

[0025] Conformément à un mode de réalisation de l'invention, aboutissant à un transfert thermique efficace et ressortant de la figure 3 des dessins annexés, chaque échangeur additionnel 8, 8', 8" est constitué par un arrangement de deux conduits ou tubes 10, 10' concentriques, dont l'un 10 est traversé par le flux du gaz à prérefroidir (circuit primaire), préférentiellement le tube ou conduit interne, et dont l'autre 10' (circuit secondaire) est traversé par le flux du gaz refroidissant formé par la vapeur gazeuse 5' d'ébullition du gaz liquide 5 du réservoir 4 ou par les gaz 9 évacués ou s'échappant au niveau de la sonde 3.

[0026] En vue d'aboutir à une exploitation optimale du pouvoir frigorifique des vapeurs gazeuses 5' et des gaz d'échappement 9, avec un prérefroidissement progressif, chaque échangeur additionnel 8, 8', 8" est avantageusement un échangeur à contre courant ou à flux opposés.

[0027] Selon une variante constructive avantageuse de l'invention, ressortant des figures 2 et 3, et permettant d'aboutir à une solution simple, compacte et optimisée thermiquement, les trois échangeurs additionnels 8, 8', 8" sont regroupés en une unique unité structurelle 11, par exemple sous la forme d'un unique serpentin 11 constitué par un arrangement entrelacé de trois formations tubulaires hélicoïdales 10, 10' correspondant chacune à l'un des trois échangeurs additionnels 8, 8', 8".

[0028] Préférentiellement, comme le montre la figure

2, les échangeurs additionnels 8, 8', 8'', préférentiellement regroupés structurellement en une seule unité 11 logée dans un boîtier 11' isolé, sont au moins partiellement disposés dans la partie supérieure 4' du réservoir 4 renfermant le gaz liquide 5 et les échangeurs 6, 6', 6'', en étant avantageusement montés dans un couvercle 4'' fermant ledit réservoir 4.

[0029] Un exemple de réalisation pratique non limitatif va à présent être décrit en détail et en relation avec les figures 1 à 4 des dessins annexés.

[0030] Comme indiqué précédemment, l'invention vise à réduire la consommation en gaz liquide (généralement de l'azote) dans les installations RMN, en particulier celles utilisant des sondes LTMAS, et à cette fin le moyen général mis en oeuvre consiste à prérefroidir tous les gaz MAS avant de les faire passer dans les différents échangeurs 6, 6', 6''.

[0031] A cet effet, l'invention exploite le pouvoir de refroidissement jusqu'à présent inutilisé de tous les gaz froids produits lors du fonctionnement du dispositif d'alimentation 1 et de la sonde RMN 3.

[0032] Dans les installations actuelles, deux sources de gaz froids aisément exploitables ont pu être relevées par l'inventeur :

1) Lors du fonctionnement du dispositif d'alimentation 1, il se produit en permanence une ébullition de l'azote liquide 5 dans le réservoir principal 4, provoquée par le refroidissement des gaz MAS dans les chambres 6'' et le transfert de chaleur vers l'extérieur de ces chambres. Ce gaz (azote) très froid, est communément appelé « boil-off ». Il est inutilisé dans la construction actuelle de ces dispositifs d'alimentation et il est simplement rejeté à l'air libre par des tubes débouchant sur le haut du dispositif.

2) Dans la sonde RMN LTMAS, les gaz froids "VT", "Bearing" et "Drive" en quittant le stator 3'' se mélangent dans le volume interne de l'enveloppe externe 2' de la sonde 3. Le mélange gaz froid résultant est rejeté hors de la sonde à l'atmosphère par un tube d'échappement débouchant du boîtier de base de la sonde. L'enveloppe constituant l'enveloppe externe 2' de la sonde est bien isolée thermiquement et par conséquent le gaz d'échappement reste à basse température. La température du gaz en sortie, simplement évacué dans l'air actuellement, peut être comprise entre 120 à 140K en fonctionnement permanent.

[0033] Comme le montrent les figures 2 et 4, il est prévu selon l'invention une canne de transfert 12' des gaz MAS vers la sonde 3 qui est fixée sur le boîtier 11' isolé par un vide interne. Avantageusement, entre le couvercle et le réservoir se trouve un joint d'étanchéité et le couvercle est maintenu sur le réservoir d'azote liquide par des brides.

[0034] Dans son mode de réalisation préféré, l'invention prévoit trois prérefroidisseurs 8, 8', 8'' pour les

gaz "VT", "Bearing" et "Drive".

[0035] Chaque échangeur additionnel formant prérefroidisseur de gaz est un échangeur à contre-courant, dont la construction est dite "tube dans tube" et qui présente une forme hélicoïdale. Dans le tube interne 10 (par exemple de 8 mm) circule le gaz à refroidir de haut en bas (Figures 1 et 3). Dans la section annulaire comprise entre le tube interne 10 et le tube externe 10' (par exemple de 16 mm) circule le gaz froid de prérefroidissement de bas en haut. Par exemple, le gaz "VT" entre à température ambiante et le gaz froid de prérefroidissement est évacué à l'air en partie haute du serpentin de la figure 3. Le gaz VT prérefroidi sort en bas du serpentin 11 et passe ensuite dans l'échangeur 6. Les trois prérefroidisseurs 8, 8', 8'' pour les gaz "VT", "Bearing" et "Drive" sont contenus dans le boîtier 11'.

[0036] Sur la figure 3, G1 représente le flux de gaz VT à température ambiante, G1' représente le flux de gaz VT prérefroidi, G2 représente le flux de vapeur de gaz 5' évacué depuis la partie supérieure 4' du réservoir 4 et G2' représente le flux de vapeur de gaz 5' s'échappant dans l'environnement.

[0037] Les entrées des trois échangeurs additionnels formant prérefroidisseurs sont alimentées par les deux sources de gaz froids indiqués ci-dessus. Plus précisément :

1) Le gaz "VT" est prérefroidi par le gaz (azote) froid "boil-off " 5' produit dans le réservoir 4 d'azote liquide 5 dans lequel sont plongés les échangeurs 6, 6', 6''. Ce gaz froid 5' passe par l'entrée 13 du conduit externe 10' de prérefroidissement. Dès que le contrôle de la pression des chambres 6'' est activé, c'est-à-dire dès que les pressions des chambres sont constantes, il se produit une ébullition dans le réservoir 4 autour des chambres et le gaz froid produit (vapeur gazeuse 5') passe par le circuit formé par le tube externe 10' de l'échangeur additionnel 8.

2) Les gaz froids en sortie des échangeurs 6, 6', 6'' sont dirigés vers la sonde par la canne de transfert 12' qui est accouplée à une ligne de transfert interne isolée 14, logée dans la partie basse de la structure de sonde 3. Les gaz ressortent de la ligne interne près du stator 3''. Le gaz "BEARING" assure la sustentation, le gaz "DRIVE" l'entraînement du rotor et le gaz "VT" refroidit la partie centrale du tube échantillon 3'.

3) La sonde RMN 3 est isolée thermiquement par une double paroi sous vide 2' (Dewar). En ressortant du stator 3'', les trois gaz se mélangent dans le volume interne de la sonde 3 et sortent mélangés par le tube d'échappement 15, débouchant à l'extérieur du boîtier fermant la partie basse de la structure de la sonde 3 (Figure 4).

[0038] La canne de retour flexible 12 isolée par le vide insérée dans le tube d'échappement 15 de la sonde de mesure RMN est retenue par exemple par un écrou et

un joint torique. L'autre extrémité de la canne peut être emmanchée dans un adaptateur 16 fixé sous le couvercle 4" du réservoir 4 d'azote liquide 5. Elle est maintenue en place par exemple par un écrou et un joint d'étanchéité.

[0039] L'adaptateur 16 distribue le gaz froid (mélange de gaz évacués de la sonde 3) vers les deux entrées des deux prérefroidisseurs 8' et 8" par deux tubes en plastique.

4) La surface d'échange thermique de chaque chambre 6"" est la partie supérieure non isolée thermiquement qui sert à transférer la puissance thermique vers l'extérieur de la chambre, c'est-à-dire vers l'azote liquide 5 du réservoir 4. La surface d'échange de chaque chambre 6"" a pu être réduite de 50 % environ par rapport à la version d'origine sans pré refroidissement. Cette diminution de surface a été rendue possible car la puissance thermique à évacuer dans chaque chambre est plus faible, en raison du pré-refroidissement des gaz MAS.

[0040] L'affectation spécifique des sources de froid (gaz "boil off" 5' et mélange de gaz 9 évacués par la sonde 3) respectivement aux différents pré-refroidisseurs 8, 8', 8" est essentielle pour le bon fonctionnement de l'installation 4.

[0041] Ainsi, et comme déjà mentionné précédemment et illustré par les figures 1, 2, 4 et 5 notamment, le gaz froid 9 provenant de la sonde 3 est utilisé pour pré-refroidir les gaz "BEARING" et "DRIVE". Ce gaz froid ("exhaust") 9 sortant de la sonde 3 est en fait un gaz résultant du mélange de tous les gaz froids (VT, Bearing et Drive) sortant du stator 3".

[0042] Le gaz VT est (au niveau de l'ensemble 6/8) pré-refroidi uniquement par le gaz 5' dit « boil-off » du réservoir LN₂ (référence 4). Ce gaz "boil-off" du réservoir LN₂ est produit en permanence, ledit flux de gaz étant créé par la puissance thermique totale dissipée dans l'azote liquide. C'est la somme des pertes thermiques du réservoir LN₂ 4 et des puissances thermiques dissipées par chaque chambre 6"" contenant un échangeur 6, 6', 6" (la puissance dégagée par chaque chambre est fonction uniquement de la pression interne de cette chambre).

[0043] Cette affectation particulière présente, de manière surprenante, l'avantage d'éviter les problèmes liés à des variations non contrôlées au niveau de la rotation et éventuellement de la sustentation du rotor 3' intégrant l'échantillon.

[0044] En effet, lors du remplissage périodique du réservoir 4 d'azote liquide pour maintenir son niveau sensiblement constant, la pression interne du réservoir augmente sensiblement.

[0045] Si, dans ces conditions, le gaz boil-off 5' devait être utilisé, éventuellement en mélange avec le gaz 9, pour pré-refroidir les gaz DRIVE et BEARING, il en résulterait des perturbations des pressions des gaz DRIVE

et BEARING plus en amont dans la sonde 3. Ces variations provoqueraient alors des fluctuations de la vitesse de rotation du rotor 3' qui deviendrait de ce fait difficilement contrôlable. De plus, le gaz froid 9 évacué de la sonde 3 est à une température plus élevée (de l'ordre 120-140 K), ce qui augmenterait la consommation d'azote liquide et le "boil off" du réservoir 4.

[0046] Quand dans le circuit primaire 10 d'un pré-refroidisseur 8, 8', 8" ne circule aucun gaz, ou si le débit du gaz concerné est faible, il est recommandé de stopper le débit de gaz froid dans le circuit secondaire 10' car une liquéfaction partielle du gaz du circuit primaire 10 pourrait se produire. Ainsi, si le gaz boil-off (dont la température est estimée à 80 K env.) devait être utilisé pour pré-refroidir le gaz DRIVE ou BEARING, qui sont sous une pression de 1 à 3 bars, on pourrait liquéfier partiellement ces gaz. Or, cela nuirait gravement au bon fonctionnement du rotor 3' car les gaz BEARING et DRIVE doivent être absolument exempts de gouttelettes de gaz azote liquéfié.

[0047] De plus, lors des phases d'insertion ou d'éjection de l'échantillon, le rotor 3' est à l'arrêt et tous les débits des gaz dans la sonde 3 sont nuls. Par conséquent les débits secondaires des échangeurs BEARING 6' et DRIVE 6" sont également nuls et les gaz BEARING et DRIVE présents dans les pré-refroidisseurs 8' et 8" ne peuvent pas être liquéfiés. Au contraire, si le gaz boil-off 5' était utilisé au secondaire 10' des pré-refroidisseurs BEARING 6' et DRIVE 6", il existerait une possibilité effective de liquéfaction de ces gaz. La construction selon l'invention évite ainsi d'éventuels problèmes de mise en rotation du rotor 3 à échantillon.

[0048] En outre, dans le cas particulier de l'échangeur pré-refroidisseur 8 pour le gaz VT, quand le débit du gaz primaire est arrêté, le gaz 5' boil-off circule toujours dans le circuit secondaire 10'. Cependant on ne constate jamais de liquéfaction partielle du gaz VT dans ce pré-refroidisseur 8, car la pression du gaz VT est alors faible ($P \ll 0.5$ bar) tandis que la température de gaz boil-off est de 80 K ou plus. De plus, si une liquéfaction devait se produire, cela ne créerait pas de problème particulier pour le bon fonctionnement de la sonde 3 car le gaz VT n'influence pas la rotation, ni la sustentation de l'échantillon.

[0049] Grâce aux dispositions spécifiques de l'invention, il a été possible de réduire de façon très significative la consommation d'azote liquide, tout en garantissant la qualité et les caractéristiques des gaz transmis vers la sonde 3.

[0050] Avec un prototype, l'inventeur a pu mesurer une consommation de 6.5 l/LN₂ par heure (avec un rotor de 3.2 mm tournant à 8 KHz). On obtient ainsi une réduction de plus de 50 % environ par rapport à la consommation mesurée sur un dispositif d'alimentation équivalent connu, ne présentant pas les caractéristiques de l'invention telle que ressortant de la description ci-dessus.

[0051] La réduction de la consommation de d'azote liquide réduit le nombre de manipulations de bidons

d'azote liquide auxiliaires utilisés pour maintenir le niveau d'azote liquide constant dans le réservoir principal.

[0052] Grâce à l'invention, il y a donc moins d'opérations de mises en place et de branchements de bidons à réaliser chaque jour. Ainsi, un seul bidon de 200 litres de LN2 suffit à assurer le fonctionnement en continu pendant 24 heures pour des vitesses de rotation du rotor modérées, c'est-à-dire inférieure à 10 KHz avec une sonde équipée d'un rotor de 3,2 mm.

[0053] L'invention a également pour objet une installation 2 de mesure RMN, en particulier du type à sonde LT MAS, dans laquelle la sonde 3 est alimentée en gaz froids assurant le refroidissement (VT), la sustentation (BEARING) et la rotation (DRIVE) de l'échantillon (rotor 3'), ladite installation 2 comprenant et/ou étant reliée fluidiquement à un dispositif d'alimentation 7, 7', 7'' en gaz froids, acheminant ces gaz par l'intermédiaire de lignes d'alimentation respectivement correspondantes (Fig. 4 et 5).

[0054] Cette installation 2 est **caractérisée en ce que** le dispositif d'alimentation est un dispositif d'alimentation 1 tel que décrit ci-dessus.

[0055] Comme indiqué précédemment, cette installation 2 comprend avantageusement une canne de transfert 12 isolée thermiquement et préférentiellement flexible, destinée à acheminer les gaz 9 évacués ou s'échappant de la sonde 3 vers le ou les échangeur(s) additionnel(s) 8', 8'' concerné(s) et reliant le tube d'échappement 15 de la sonde 3 au réservoir 4 à gaz liquide 5.

[0056] Bien entendu, l'invention n'est pas limitée aux modes de réalisation décrits et représentés aux dessins annexés. Des modifications restent possibles, notamment du point de vue de la constitution des divers éléments ou par substitution d'équivalents techniques, sans sortir pour autant du domaine de protection de l'invention.

Revendications

1. Dispositif d'alimentation en gaz froids d'une installation ou d'un appareil d'analyse RMN équipé d'une sonde de mesure, lesdits gaz froids assurant le refroidissement de l'échantillon contenu dans la sonde, mais également sa sustentation et son entraînement en rotation, ledit dispositif d'alimentation (1) comprenant essentiellement un réservoir isolé (4) contenant du gaz liquide (5) à température d'ébullition et dans lequel sont disposés des échangeurs (6, 6', 6'') traversés par les flux de gaz à refroidir, ces échangeurs étant connectés à une ou des lignes de transfert (7, 7', 7'') acheminant les gaz refroidis vers la sonde, ledit dispositif (1) comprenant également au moins un échangeur additionnel (8, 8', 8'') assurant un prérefroidissement du flux de gaz concerné avant son acheminement vers l'échangeur (6, 6', 6'') correspondant, ledit ou chaque échangeur additionnel (8, 8', 8'') se présentant sous la forme d'un échangeur

à double flux, dispositif (1) **caractérisé en ce qu'à** chaque échangeur (6, 6', 6'') est associé, en amont par rapport au flux gazeux concerné, un échangeur additionnel de prérefroidissement (8, 8', 8''), alimenté soit par la vapeur gazeuse (5') produite par l'ébullition du gaz liquide (5) dans le réservoir (4), soit par le gaz froid (9) évacué hors de la sonde ou s'échappant au niveau de la sonde (3),

en ce que l'échangeur additionnel (8) assurant le prérefroidissement du gaz froid destiné à refroidir l'échantillon (3') est alimenté en vapeur gazeuse (5') produite par l'ébullition du gaz liquide (5) dans le réservoir (4) et

en ce que les échangeurs additionnels (8' et 8'') assurant le prérefroidissement des gaz froids destinés à assurer respectivement la sustentation et la rotation de l'échantillon (3') sont alimentés par les gaz (9) évacués ou s'échappant au niveau de la sonde (3).

2. Dispositif selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** chaque échangeur additionnel (8, 8', 8'') est constitué par un arrangement de deux conduits ou tubes (10, 10') concentriques, dont l'un (10) est traversé par le flux du gaz à prérefroidir, préférentiellement le tube ou conduit interne, et dont l'autre (10') est traversé par le flux du gaz refroidissant formé par la vapeur gazeuse (5') d'ébullition du gaz liquide (5) du réservoir (4) ou par les gaz (9) évacués ou s'échappant au niveau de la sonde (3).

3. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, **caractérisé en ce que** chaque échangeur additionnel (8, 8', 8'') est un échangeur à contre courant ou à flux opposés.

4. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** les trois échangeurs additionnels (8, 8', 8'') sont regroupés en une unique unité structurale (11), par exemple sous la forme d'un unique serpentin (11) constitué par un arrangement entrelacé de trois formations tubulaires hélicoïdales (10, 10') correspondant chacune à l'un des trois échangeurs additionnels (8, 8', 8'').

5. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, **caractérisé en ce que** les échangeurs additionnels (8, 8', 8''), préférentiellement regroupés structurellement en une seule unité (11) logée dans un boîtier (11') isolé, sont au moins partiellement disposés dans la partie supérieure (4') du réservoir (4) renfermant le gaz liquide (5) et les échangeurs (6, 6', 6''), en étant avantageusement montés dans un couvercle (4'') fermant ledit réservoir (4).

6. Installation de mesure RMN, en particulier du type à sonde LT MAS, dans laquelle la sonde est alimen-

tée en gaz froids assurant le refroidissement, la sustentation et la rotation de l'échantillon, ladite installation comprenant et/ou étant reliée fluidiquement à un dispositif d'alimentation en gaz froids, acheminant ces gaz par l'intermédiaire de lignes d'alimentation respectivement correspondantes, 5
installation (2) **caractérisée en ce que** le dispositif d'alimentation est un dispositif d'alimentation (1) selon l'une quelconque des revendications 1 à 5. 10

7. Installation selon la revendication 6, **caractérisée en ce qu'**elle comprend une canne de transfert (12) isolée thermiquement et préférentiellement flexible, destinée à acheminer les gaz (9) évacués ou s'échappant de la sonde (3) vers le ou les échangeur (s) additionnel(s) (8', 8'') concerné(s) et reliant le tube d'échappement (15) de la sonde (3) au réservoir (4) à gaz liquide (5). 15

20

25

30

35

40

45

50

55

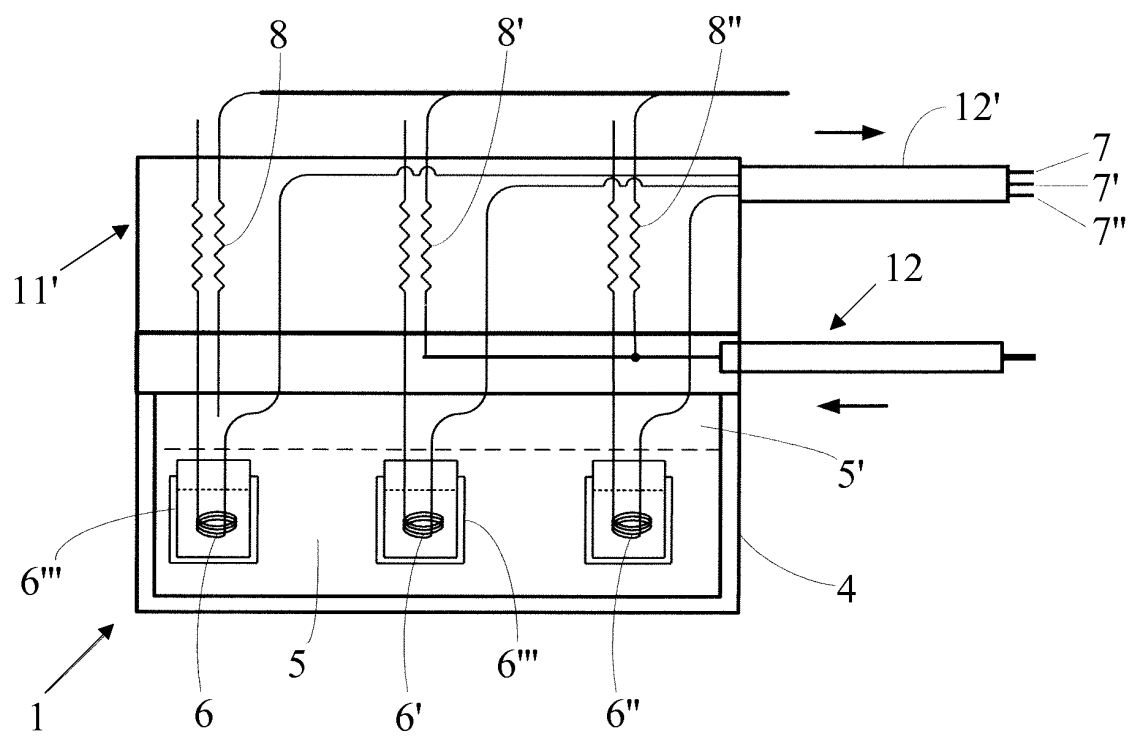


Fig. 1

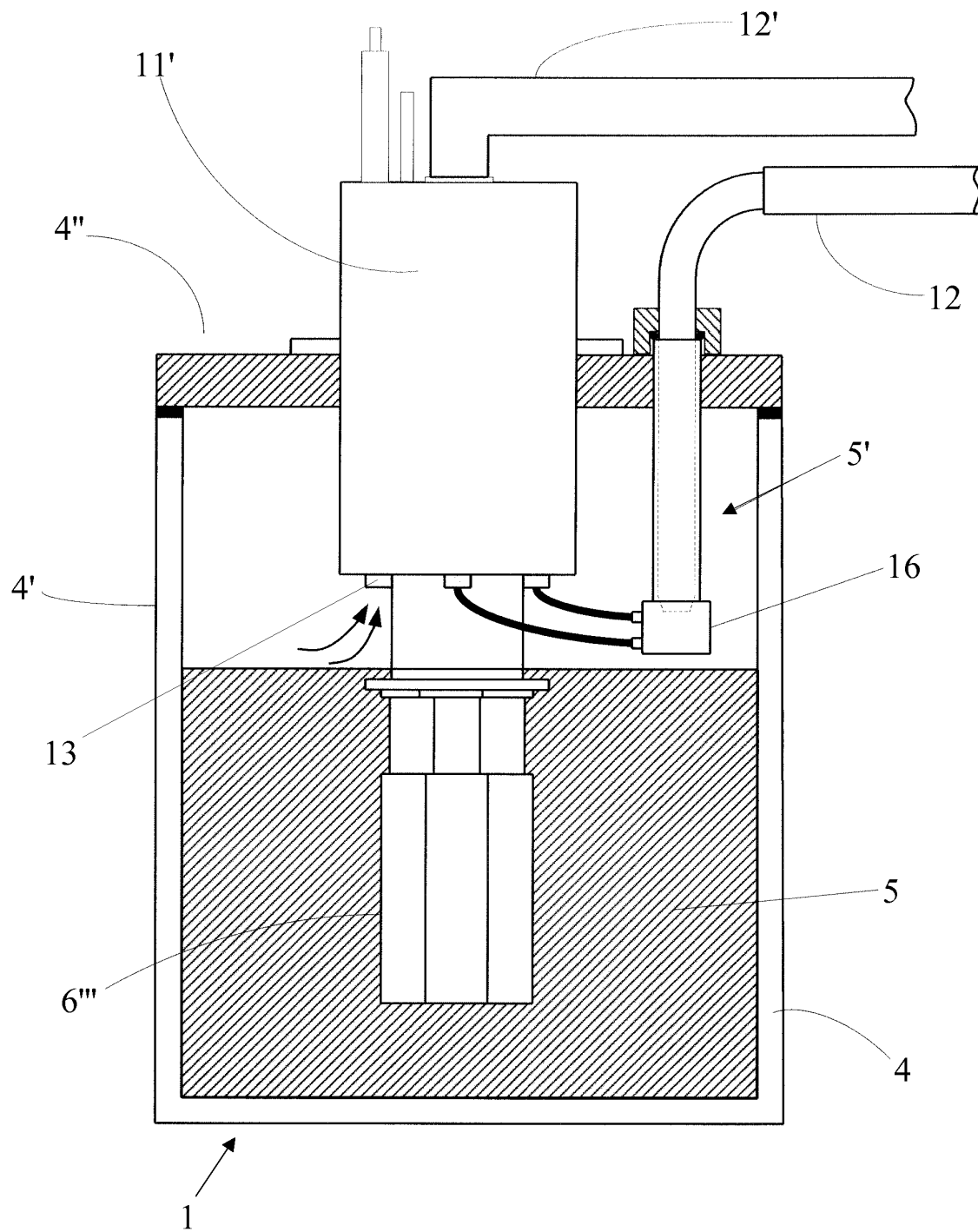


Fig. 2

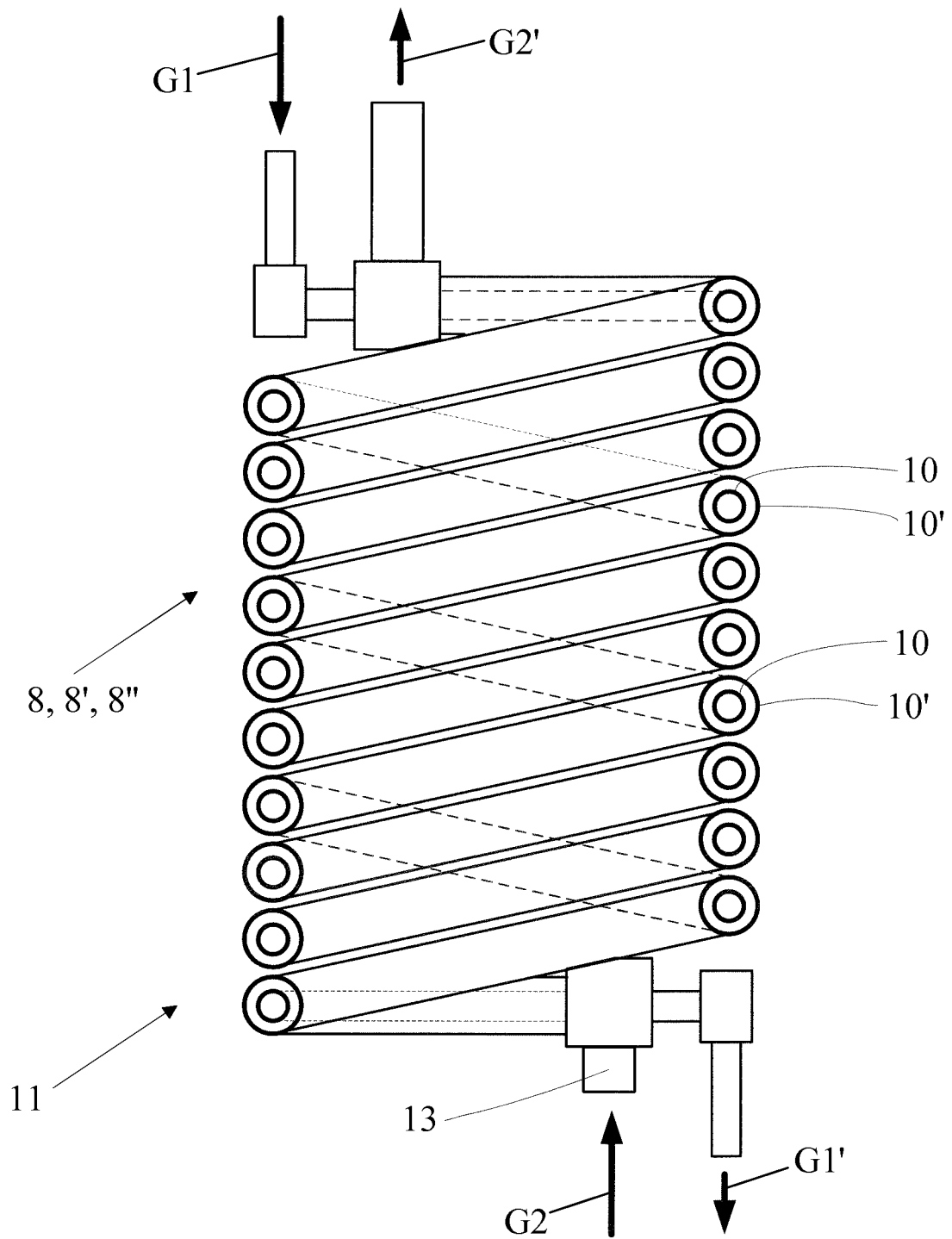


Fig. 3

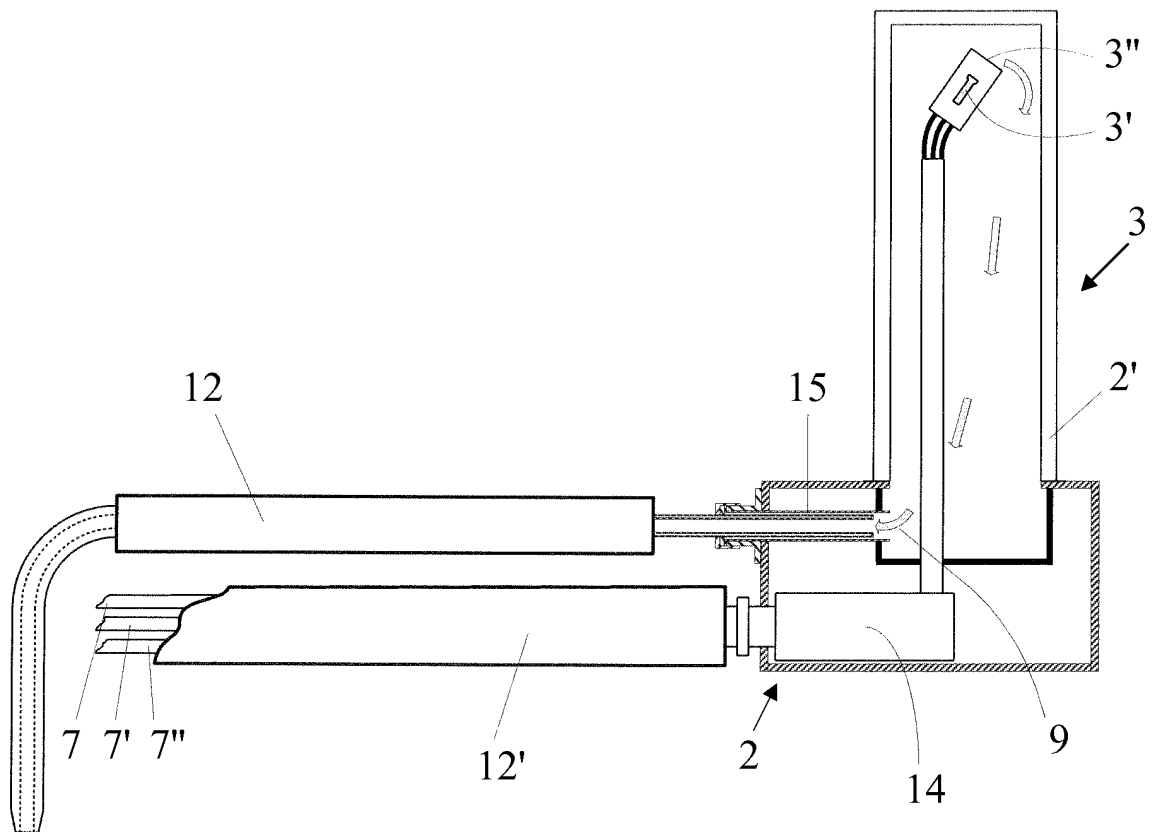


Fig. 4

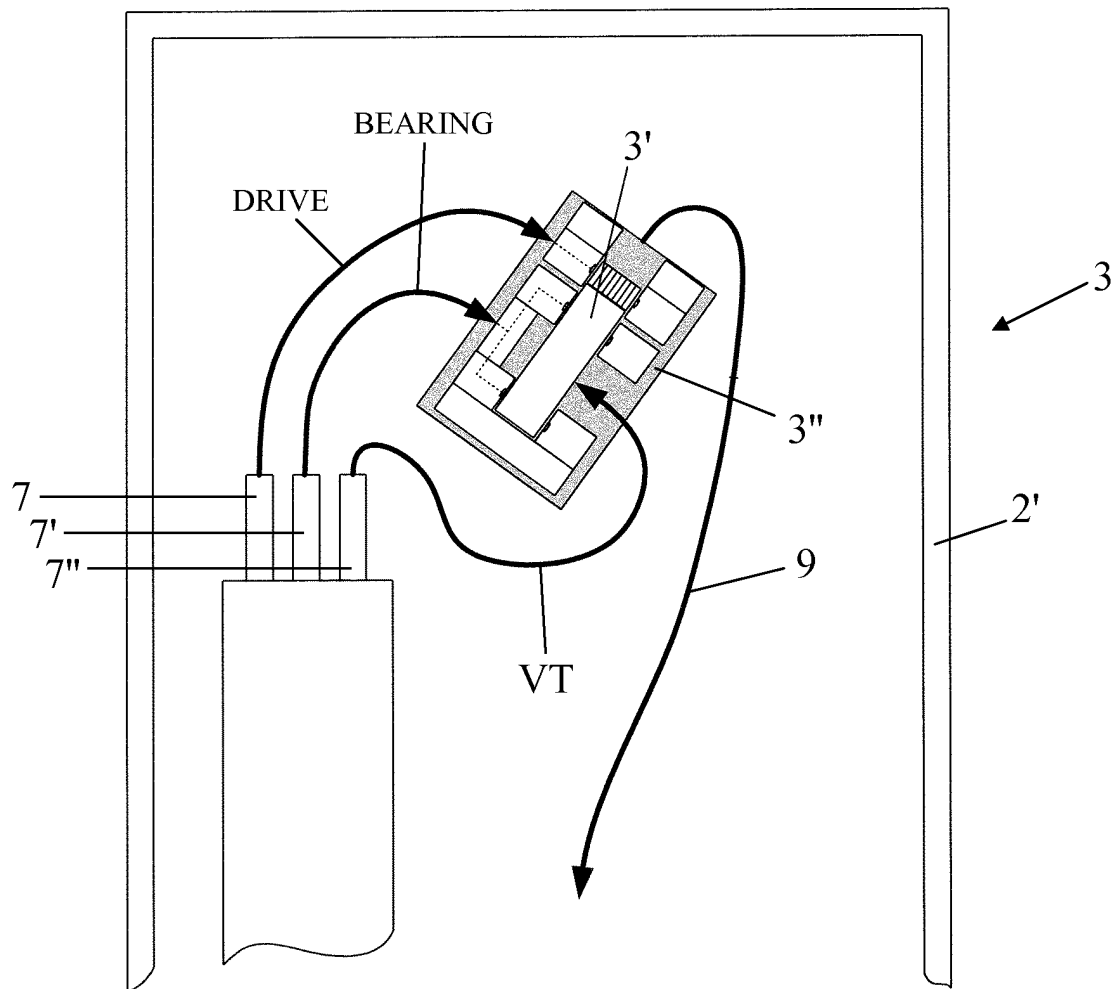


Fig. 5



RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 12 30 6262

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,D	FR 2 926 629 A1 (BRUKER BIOSPIN SA SA [FR] BRUKER BIOSPIN SA [FR]) 24 juillet 2009 (2009-07-24) * page 11, ligne 25 - page 12, ligne 3; figures 1,2,5 * * page 7 - page 9 * -----	1-7	INV. F25D3/10
A	ALLEN P J ET AL: "APPARATUS FOR LOW-TEMPERATURE MAGIC-ANGLE SPINNING NMR", JOURNAL OF MAGNETIC RESONANCE, ACADEMIC PRESS, ORLANDO, FL, US, vol. 92, no. 3, 1 mai 1991 (1991-05-01), pages 614-617, XP000203289, ISSN: 1090-7807 * page 1 - page 3; figures 1,2 * -----	1-7	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
			G01R F25D
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche Munich		Date d'achèvement de la recherche 15 novembre 2012	Examineur Amous, Moez
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		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	
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			

EPO FORM 1503 03 82 (P04C02)

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

EP 12 30 6262

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 members 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.

15-11-2012

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2926629 A1	24-07-2009	EP 2105695 A1	30-09-2009
		FR 2926629 A1	24-07-2009
		JP 2009175144 A	06-08-2009
		US 2009183860 A1	23-07-2009

EPO FORM P0460

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

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

- FR 2926629 A [0008]
- FR 2926692 A [0013]